

# Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sonolisis

Santika Putri<sup>1</sup>, Hary Sanjaya\*<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang  
Jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang, Indonesia

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

**Abstract** — *Eriochrome Black-T* (EBT) is a dye that is commonly used in the textile industry to dye silk, wool, nylon, and double fiber, as well as in the laboratory to estimate Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, and Zn<sup>2+</sup>. If EBT dye is discharged into natural waters, it can have a substantial impact on the aquatic environment's photosynthetic activity since its breakdown components, such as naphthoquinone, are carcinogenic. As a result, its presence in drinking and surface water can be fatal. Therefore, the dyestuff is degraded before being released into the environment so that the environmental pollution can be decomposed. The goal of this study is to find the best timing for EBT degradation using the sonolysis method and to add TiO<sub>2</sub> doping to the ZnO catalyst. The absorbance value measured with a UV-Vis spectrophotometer was used to calculate the percentage of EBT dye degradation. The maximum absorbance (max) of EBT was 535.60 nm, which was used to measure absorbance. The results revealed that the best period for EBT degradation was 30 minutes, with an 81.65% degradation rate. The effect of changing the amount of TiO<sub>2</sub> doping produced the best results, with a degradation percentage of 84.30 % at ZnO-TiO<sub>2</sub> 10%.

**Keywords** — Eriochrome Black-T (EBT), degradation, catalyst ZnO-TiO<sub>2</sub>, sonolysis

## I. PENGANTAR

Industri tekstil adalah salah satu pencemar lingkungan terbesar, karena menghasilkan air limbah dari proses pencelupan [1]. Air limbah dari industri tekstil menimbulkan masalah lingkungan yang serius, karena warna dan potensi toksisitasnya. Air limbah dari industri tekstil sangat berwarna dan terkontaminasi dengan konsentrasi tinggi dari berbagai senyawa zat warna seperti garam tersuspensi dan terlarut, senyawa aromatik dan terhalogenasi dan banyak bahan tahan api lainnya [2]

Kelompok pewarna sintesis terbesar yang banyak digunakan dalam industri tekstil adalah zat warna golongan azo[2]. Senyawa azo merupakan senyawa yang bersifat karsinogenik dan non-biodegradable, dimana senyawa ini memiliki gugus benzena yang sangat sulit didegradasi karena memiliki ikatan rangkap (-N=N-). Ikatan rangkap(-N=N-) ini harus dipecah agar pencemaran lingkungan yang ditimbulkan dapat diuraikan [3]. Salah satu contoh zat warna dari senyawa azo adalah *Eriochrome Black-T* (EBT).

*Eriochrome Black-T* (EBT) merupakan zat warna yang banyak digunakan dalam pewarnaan sutera, wol, nilon, serat ganda dan di laboratorium sebagai titran kompleksometri untuk estimasi Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> dan Zn<sup>2+</sup>. Zat warna EBT ini berbahaya jika dilepaskan ke perairan alami yang secara signifikan dapat mempengaruhi aktivitas fotosintesis lingkungan akuatik karena produk penguraiannya seperti naphthoquinone yang bersifat karsinogenik. Jadi,

keberadaannya di air minum dan air permukaan bisa mematikan[4]

Berdasarkan beberapa metode sebelumnya yang telah dilakukan dalam pengolahan limbah zat warna seperti filtrasi, ozonasi katalitik, proses fenton heterogen, proses osmosis, proses koagulasi, adsorpsi, dan lainnya. Namun, dalam beberapa metode tersebut polutan pewarna hanya dapat diubah dari satu fase ke fase lain sehingga kurang efektif untuk menghilangkan limbah celupan [1]. Oleh sebab itu, diperlukan suatu metode yang lebih efektif untuk menghilangkan limbah zat warna yaitu proses oksidasi lanjutan (AOP). Proses oksidasi lanjutan (AOP) meliputi proses ozonolisis, sonokatalisis, fotokatalisis, foto-fenton dan lainnya. Hasil akhir pengolahan limbah ini tidak berbahaya, ramah lingkungan, serta menghasilkan CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O [5].

Degradasi zat warna EBT ini dilakukan dengan metode sonolisis yaitu menggunakan ultrasound sebagai proses oksidasi tingkat lanjut karena metode pemurnian air limbah pewarna ini sangat efektif, efisien dan dapat dengan mudah dioperasikan. Sonolisis merupakan suatu metode pengolahan limbah cair menggunakan gelombang ultrasonik. Selama iradiasi ultrasonik, gelombang ultrasound dapat menginduksi pertumbuhan yang cepat dan keruntuhan gelembung kavitasi di dalam larutan berair, yang menghasilkan suhu dan tekanan yang sangat tinggi (beberapa ribu K) dan tekanan (sekitar 10 MPa) di dalam gelembung. Suhu yang dihasilkan sangat tinggi sehingga molekul air (H<sub>2</sub>O) terurai membentuk atom

hidrogen reaktif ( $H^+$ ) dan radikal hidroksil ( $OH^-$ ) dengan aktivitas oksidatif, yang dapat mendegradasi berbagai pewarna beracun dalam air limbah [6]

Degradasi polutan pewarna menggunakan ultrasound membutuhkan energi dalam jumlah besar dan mineralisasi lengkap polutan organik jarang terjadi dengan menerapkan sonolisis saja. Untuk mengatasi keterbatasan ini, kombinasi katalis yang sesuai dengan sonolisis, yaitu proses sonokatalitik. Dengan adanya katalis yang sesuai, efisiensi sonokatalitik untuk menguraikan polutan pewarna jelas dapat ditingkatkan dengan menambahkan katalis semikonduktor padat berupa  $ZnO-TiO_2$ .

Penggunaan katalis ini juga telah digunakan pada penelitian [7] mengenai degradasi zat warna metil violet menggunakan metode fotosonolisis dengan katalis  $ZnO-TiO_2$ . Meningkatkan efisiensi semikonduktor dengan mengurangi band gap  $ZnO$ . Band gap  $ZnO$  dikurangi dengan menambahkan semikonduktor lain yang memiliki band gap lebih kecil dari  $ZnO$ , seperti  $TiO_2$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa degradasi optimum polutan dengan variasi doping  $TiO_2$  5% mencapai persentase degradasi sebesar 96,25%. Oleh karena itu, degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) ini dilakukan dengan doping katalis  $ZnO-TiO_2$ .

Berdasarkan penjabaran diatas maka dilakukan penelitian mengenai “**Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan Katalis  $ZnO-TiO_2$  menggunakan Metode Sonolisis**”. Degradasi *Eriochrome Black-T* (EBT) dipengaruhi oleh lamanya waktu degradasi dan jumlah persentase katalis  $ZnO-TiO_2$  yang digunakan. Penelitian ini diharapkan bisa memberikan edukasi dan solusi untuk mengurangi dampak limbah zat warna yang dihasilkan industri khususnya untuk industri tekstil itu sendiri agar tidak melakukan pembuangan limbah tidak pada tempatnya yang berakibat negatif terhadap lingkungan disekitarnya.

## II. METODE PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

Penelitian ini menggunakan peralatan berupa ultrasonik (45 kHz), oven, magnetik stirer, furnace, neraca analitik, spektrofotometer UV - Vis dan peralatan gelas lainnya. Bahan yang digunakan yaitu zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT), Katalis  $ZnO-TiO_2$ , Metanol p.a dan Aquades.

### B. Prosedur Kerja

1. Preparasi katalis  $ZnO-TiO_2$  ini mengacu pada penelitian sebelumnya  
Menimbang 0,95 g katalis  $ZnO$  dan 0,05 g  $TiO_2$ , kemudian dilarutkan dalam 100 ml metanol p.a, lalu stirrer selama 60 menit, setelah itu sonikasi 30 menit agar homogen. Katalis  $ZnO-TiO_2$  yang telah dilarutkan dipanaskan dalam oven selama 60 menit pada suhu 110 °C, selanjutnya dikalsinasi 120 menit dan didapatkan serbuk katalis  $ZnO-TiO_2$  5%. Prosedur yang sama dilanjutkan untuk mendapatkan

katalis  $ZnO-TiO_2$  10%,  $ZnO-TiO_2$  15%,  $ZnO-TiO_2$  20% dan  $ZnO-TiO_2$  25% [7].

2. Preparasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT)  
Sampel limbah EBT didapat dengan melarutkan 0,2 g serbuk EBT dalam 1 liter aquades. Sehingga didapatkan larutan induk EBT dengan konsentrasi 200 ppm. Kemudian larutan induk EBT 200 ppm di pipet 50 ml lalu diencerkan dalam 1 liter aquades. Sehingga didapatkan larutan EBT konsentrasi 10 ppm.
3. Degradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan metoda sonolisis  
Sebelum degradasi tahap awal yang dilakukan yaitu mengukur panjang gelombang maksimum ( $\lambda$  maks) sampel zat warna EBT menggunakan spektrofotometri UV - Vis untuk mengukur absorbansi maksimum pada rentang 450-650 nm sehingga didapatkan  $\lambda$  maks dari EBT. Setelah didegradasi sampel diukur absorbansinya pada  $\lambda$  maks tersebut lalu menghitung persentase degradasinya (%D).
  - a. Degradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan variasi waktu secara sonolisis  
80 ml sampel limbah EBT 10 ppm dimasukkan ke gelas piala 250 ml kemudian ditambahkan 0,1 g katalis  $ZnO-TiO_2$  5% [7]. Setelah itu di sonikasi menggunakan ultrasonik (45 kHz) selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya dengan UV-Vis. Prosedur yang sama dilanjutkan dengan selang waktu (30, 45, 60 dan 75) menit.
  - b. Degradasi zat warna *Eriochrome Black-T* (EBT) dengan variasi konsentrasi  $ZnO-TiO_2$  secara sonolisis  
80 ml sampel limbah EBT 10 ppm dimasukkan ke gelas piala 250 ml kemudian ditambahkan 0,1 g katalis  $ZnO-TiO_2$  5%, lalu di sonikasi dengan ultrasonik (45 kHz) pada waktu optimum yang telah didapatkan sebelumnya, kemudian ukur absorbansi dengan UV-Vis. Perlakuan yang sama berlaku untuk penambahan  $ZnO-TiO_2$  10%,  $ZnO-TiO_2$  15%,  $ZnO-TiO_2$  20% dan  $ZnO-TiO_2$  25%.

### C. Teknik Analisa Data

Data yang didapat dari penelitian dalam bentuk penyerapan larutan *Eriochrome Black-T* (EBT) yang telah disonolisis diukur menggunakan instrumen UV-Vis. Penganalisaan ini berdasarkan pada perbandingan sisa larutan yang di uji sebelum dan setelah pendegradasian dilakukan, serta membandingkan waktu sonolisis dengan perbedaan variasi katalis.

Persentase degradasi (%D) dihitung dengan persamaan:

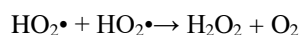
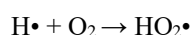
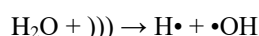
$$\% D = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100\%$$

$A_0$  (cm-1) merupakan absorbansi awal dan  $A_t$  (cm-1) merupakan absorbansi pada waktu tertentu [8].

### III. PEMBAHASAN

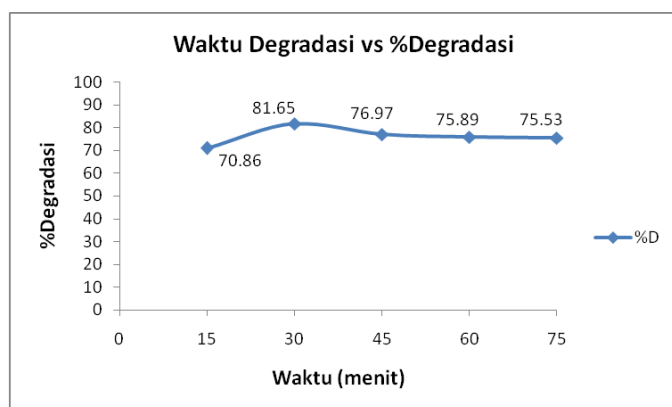
#### A. Degradasi Eriochrome Black-T (EBT) variasi waktu menggunakan metoda sonolisis

Limbah zat warna EBT 10 ppm diukur absorbansi maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada rentang 450-650 nm. Pengukuran ini bertujuan untuk menentukan panjang gelombang maksimum ( $\lambda$  maks) EBT, sehingga didapatkan  $\lambda$  maks EBT yaitu 535,60 nm. Waktu merupakan salah satu parameter penting dalam degradasi EBT. Degradasi EBT variasi waktu dilakukan dengan menggunakan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dengan metode sonolisis. Dalam proses sonolisis zat warna EBT dalam medium air diketahui menghasilkan radikal bebas H• dan •OH. Radikal •OH inilah yang akan mendegradasi zat warna EBT dalam larutan. Proses degradasi oleh sonolisis akan terus berlangsung selama proses sonikasi. Dimana persamaan reaksi yang terjadi yaitu:



Dimana tanda ))) menunjukkan proses sonikasi [9]

Hubungan antara lama waktu sonikasi dan % degradasi EBT dengan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 5% dapat dilihat pada gambar 1 berikut.



Gambar 1. Kurva pengaruh variasi waktu degradasi EBT menggunakan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 5% dengan metode sonolisis

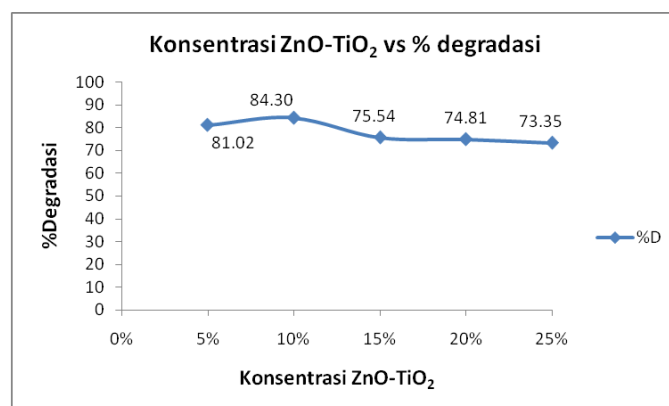
Berdasarkan gambar terlihat bahwa kurva pengaruh waktu sonikasi terhadap %D pada waktu (15-30) menit %D EBT meningkat sedangkan pada waktu (45-75) menit %D EBT menurun. Penurunan degradasi EBT pada waktu 45 menit disebabkan banyaknya H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang dihasilkan pada proses sonikasi. Kemudian H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bereaksi dengan •OH menghasilkan radikal hidroperoksi (•OOH). Pada H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang

berlebih mengakibatkan •OH berkurang untuk mendegradasi EBT melalui reaksi pembentukan hidroksida[7].

Dari hasil penelitian kondisi optimum untuk degradasi EBT adalah 30 menit. Persentase degradasi EBT pada waktu optimum secara sonolisis dengan penambahan 0,1 gram katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 5% didapatkan persen degradasi 81,65%.

#### B. Degradasi Eriochrome Black-T (EBT) variasi konsentrasi ZnO-TiO<sub>2</sub> menggunakan metoda sonolisis

Parameter penting dalam proses sonokatalis heterogen adalah penambahan jumlah katalis yang dapat mempengaruhi laju degradasi dan persen degradasi dari berbagai polutan organik. Degradasi EBT dilakukan menggunakan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dengan berbagai variasi konsentrasi. Penambahan katalis pada degradasi zat warna EBT dipengaruhi oleh variasi % doping TiO<sub>2</sub> dengan variasi doping 5%, 10%, 15%, 20% dan 25%. Persentase degradasi EBT pada waktu optimum 30 menit dengan penambahan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada gambar 2 berikut.



Gambar 2. Kurva pengaruh variasi konsentrasi doping degradasi EBT menggunakan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dengan metode sonolisis

Berdasarkan gambar menunjukkan bahwa pada penambahan dopan TiO<sub>2</sub> konsentrasi 5%-10% persen degradasi EBT meningkat. Akan tetapi, pada penambahan dopan TiO<sub>2</sub> 15%-25% terjadi penurunan persen degradasi. Hal ini disebabkan karena penambahan dopan TiO<sub>2</sub> dengan konsentrasi tinggi pada katalis ZnO membuat zat warna semakin banyak terserap pada permukaan katalis sehingga persen degradasinya menurun [7]. Oleh karena itu, daya adsorpsi partikel ZnO-TiO<sub>2</sub> terhadap EBT berkurang karena terjadinya penggumpalan sehingga jumlah permukaan aktif katalis berkurang untuk mendegradasi EBT [10]. Persentase degradasi EBT variasi konsentrasi optimum pada ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dengan %D yaitu 84,30%.

Persen degradasi EBT dapat ditingkatkan dengan penambahan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub>, tetapi pada konsentrasi tinggi dapat menyebabkan penurunan persen degradasi. Hal ini terjadi karena aktivitas katalitik tidak optimal jika konsentrasinya terlalu tinggi. Penambahan katalis dengan konsentrasi tinggi pada proses degradasi secara sonolisis menyebabkan terjadinya penggumpalan partikel-partikel katalis sehingga aktivitas katalis menurun. Penggumpalan

disebabkan karena adanya tumbukan antar partikel katalis akibat gelombang yang ditimbulkan efek kavitasi sehingga jumlah radikal •OH berkurang untuk mendegradasi EBT [11].

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian mengenai Degradasi Zat Warna *Eriochrome Black-T* (EBT) menggunakan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sonolisis dapat disimpulkan bahwa waktu optimum untuk mendegradasi EBT dengan katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> didapatkan pada waktu 30 menit dengan %D 81,65% dan konsentrasi optimum doping TiO<sub>2</sub> terhadap ZnO didapatkan pada katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> 10% dengan %D 84,30%.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Atas terlaksananya penelitian ini penulis mengucapkan terima kasih pada Laboratorium Kimia Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Padang yang telah mengizinkan dan memberikan fasilitas laboratorium. Terima kasih kepada Bapak/Ibu tenaga akademik maupun non akademik atas kritikan dan saran sehingga penelitian penulis terlaksana.

Terima kasih kepada Bapak/Ibu Laboratorium Kesehatan Daerah Padang Sumatera Barat atas pengizinan penggunaan fasilitas instrumen sehingga penelitian berjalan dengan lancar.

#### REFERENSI

- [1] P. Nuengmacha, S. Chanthai, R. Mahachai, and W. C. Oh, "Sonocatalytic performance of ZnO/graphene/TiO<sub>2</sub> nanocomposite for degradation of dye pollutants (methylene blue, texbrite BAC-L, texbrite BBU-L and texbrite NFW-L) under ultrasonic irradiation," *Dye. Pigment.*, vol. 134, pp. 487–497, 2016, doi: 10.1016/j.dyepig.2016.08.006.
- [2] H. Ferkous, O. Hamdaoui, and S. Merouani, "Sonochemical degradation of naphthol blue black in water: Effect of operating parameters," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 26, pp. 40–47, 2015, doi: 10.1016/j.ultsonch.2015.03.013.
- [3] F. Jannah, A. Rezagama, and F. Arianto, "Pengolahan Zat Warna Turunan Azo Dengan Metode Fenton (Fe<sup>2+</sup>+H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) Dan Ozonasi (O<sub>3</sub>)," *J. Tek. Lingkung.*, vol. 6, no. 3, pp. 1–11, 2017.
- [4] E. Rápó *et al.*, "Performance comparison of eichhornia crassipes and salvinia natans on azo-dye (Eriochrome black t) phytoremediation," *Crystals*, vol. 10, no. 7, pp. 1–17, 2020, doi: 10.3390/cryst10070565.
- [5] S. K. Kansal, S. Sood, A. Umar, and S. K. Mehta, "Photocatalytic degradation of Eriochrome Black T dye using well-crystalline anatase TiO<sub>2</sub> nanoparticles," *J. Alloys Compd.*, vol. 581, pp. 392–397, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.07.069.
- [6] A. Z. Abdullah and P. Y. Ling, "Heat treatment effects on the characteristics and sonocatalytic performance of TiO<sub>2</sub> in the degradation of organic dyes in aqueous solution," *J. Hazard. Mater.*, vol. 173, no. 1–3, pp. 159–167, 2010, doi: 10.1016/j.jhazmat.2009.08.060.
- [7] H. Sanjaya, Hardeli, and R. Syafitri, "Degradasi Metil Violet Menggunakan Katalis ZnO-TiO<sub>2</sub> secara Fotosonolisis," *EKSAKTA Berk. Ilm. Bid. MIPA*, vol. 19, no. 1, pp. 91–99, 2018, doi: <https://doi.org/10.24036/eksakta/vol19-iss01/131>.
- [8] H. Sanjaya, "DEGRADASI METHYLENE BLUE MENGGUNAKAN KATALIS ZnO-PEG DENGAN METODE FOTOSONOLISIS," *EKSAKTA Berk. Ilm. Bid. MIPA*, vol. 18, no. 02, pp. 21–29, 2017, doi: 10.24036/eksakta/vol18-iss02/45.
- [9] S. Joseph, "Ultrasound assisted semiconductor mediated catalytic degradation of organic pollutants in water: Comparative efficacy of ZnO, TiO<sub>2</sub> and ZnO-TiO<sub>2</sub>," *Res. J. Recent Sci.*, vol. 1, no. January 2012, p. 191, 2012, [Online]. Available: [www.isca.in](http://www.isca.in).
- [10] F. Arfi, S. Safni, and Z. Abdullah, "DEGRADASI SENYAWA PARAQUAT DALAM PESTISIDA GRAMOXONE SECARA SONOLISIS DENGAN PENAMBAHAN ZnO," *Lantanida J.*, vol. 3, no. 1, p. 71, 2017, doi: 10.22373/lj.v3i1.1442.
- [11] elvinawati, "Degradasi Asam 2,4-diklorofenoksiasetat (2,4-D) dalam Pestisida Santamin 865 SL Secara Fotolisis dan Sonolisis dengan Penambahan Katalis TiO<sub>2</sub> Anatase," *Exacta*, vol. VII, no. 2, pp. 63–68, 2009.