

Penentuan Kondisi Optimum Jumlah Pelapisan dan Lama Penyinaran Proses Degradasi Zat Warna Methylene Blue Pada Reaktor Fotokatalitik TiO₂ dengan Penambahan SiO₂

Nopri Andriko¹, Hardeli², Hary Sanjaya³

Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Padang, Padang, Sumatera Barat

¹nopri_andriko@rocketmail.com, ²hardelil@yahoo.com, ³hary.s@fmipa.unp.ac.id

Abstrak — Penelitian ini bertujuan menentukan lama penyinaran dan pelapisan optimum reaktor fotokatalitik TiO₂/ SiO₂ untuk mendegradasi zat warna *Methylene Blue*. Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap dengan 2 faktor. Faktor pertama adalah jumlah pelapisan dan faktor kedua adalah lama penyinaran. Pada penelitian ini, digunakan TiO₂ Degussa P-25 dengan penambahan SiO₂ yang berguna untuk mencegah terjadinya rekombinasi antara e⁻ dan h⁺. *Methylene Blue* yang terdegradasi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan produk degradasi yang terbentuk pada kondisi optimum diidentifikasi menggunakan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum untuk mendegradasi *Methylene Blue* 5 ppm dicapai pada pelapisan 5 kali dan lama penyinaran 5 jam. Pada kondisi ini diperoleh persentase degradasi sebesar 87.61%. Identifikasi dengan GC-MS menunjukkan banyak puncak yang saling tumpang tindih yang menandakan *Methylene Blue* telah mengalami degradasi. Hasil karakterisasi dengan XRD menunjukkan bahwa Kristal TiO₂/ SiO₂ merupakan campuran *anatase* dan *rutile*, dan dari perhitungan didapatkan ukuran kristalnya sebesar 19,099444 nm.

Kata Kunci — TiO₂, fotokatalitik, SiO₂, degradasi, *Methylene Blue*, jumlah pelapisan, lama penyinaran.

I. PENDAHULUAN

Penggunaan zat warna dewasa ini meningkat, seperti yang terdapat pada bahan tekstil, makanan maupun obat-obatan. Salah satu proses penting dalam tahap penyempurnaan bahan tekstil adalah proses pewarnaan. Pemakaian zat warna yang bertujuan untuk memperindah bahan tekstil ternyata membawa dampak bagi kelestarian lingkungan [1]. Salah satu dampak yang disebabkan adalah pencemaran lingkungan yang juga berakibat negatif untuk kesehatan, sehingga diperlukan penanganan yang serius untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya dengan fotokatalis [2]. Dari berbagai jenis semikonduktor yang dapat dipakai untuk proses fotokatalisis, semikonduktor TiO₂ merupakan yang lebih baik. Semikonduktor TiO₂ telah banyak digunakan sebagai material fotokatalis karena kelebihanannya seperti tingkat aktifitas yang tinggi, sifat kimia yang stabil, tidak beracun, tahan terhadap foto-korosi dan relative murah [3]. Untuk melihat fenomena fotokatalisis pada permukaan semikonduktor TiO₂ serta kemungkinan aplikasi teknologinya adalah suatu riset terapan dalam usaha mewujudkan teknologi sistem mineralisasi zat organik yang diterapkan dalam pembersih air dan gas [4]. Suatu contoh terapan fotokatalis pada permukaan TiO₂ adalah melihat aktifitas dan efisiensinya dalam mendegradasi *methylene blue*.

Methylene blue Merupakan bahan pewarna dasar yang sangat penting dan relatif murah dibandingkan dengan pewarna lainnya. Pada umumnya digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor dan kosmetik [5].

Dosis tinggi dari *Methylene blue* dapat menyebabkan mual, muntah, nyeri pada perut dan dada, sakit kepala, keringat berlebihan, dan hipertensi [6]. Maka pada penelitian ini *Methylene blue* akan didegradasi dengan proses fotokatalitik.

Pada proses fotokatalitik, ketika semikonduktor TiO₂ mengadsorpsi sinar UV ($\leq 380\text{nm}$) yang mempunyai energi sama atau lebih besar dari energi celah pitaanya (3 – 3,2 eV) maka akan terjadi pemisahan muatan atau fotoeksitasi dalam molekul TiO₂. Elektron (e⁻) akan tereksitasi ke pita konduksi meninggalkan lubang positif (h⁺) pada pita valensi. Lubang positif yang terbentuk berinteraksi dengan air atau ion OH⁻ menghasilkan radikal hidroksil (•OH). Radikal hidroksil ini merupakan spesies yang sangat reaktif menyerang molekul-molekul organik dan dapat mendegradasinya menjadi CO₂ dan H₂O dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung halogen. Sifat ini menyebabkan terdegradasinya bakteri patogen di dalam air, misalnya air minum [7]. Akhir-akhir ini telah banyak dilakukan penelitian untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis, karena TiO₂ murni kurang efisien disebabkan oleh adanya rekombinasi elektron dan hole.

Aktifitas fotokatalis dapat ditingkatkan melalui proses doping ion dopan. Doping dengan penambahan ion dopan transisi dapat merangsang dalam pembentukan radikal hidroksil (OH•) [8]. Pada penelitian ini TiO₂ akan ditambah dengan SiO₂ sebagai dopan untuk menambah aktifitas fotokatalis.

Dari sisi konfigurasi katalis, ada dua metoda yang digunakan untuk fotoreaktor, yaitu katalis TiO₂ dalam sistem

suspensi dan katalis TiO_2 dalam sistem immobilisasi. Sistem suspensi mempunyai efisiensi yang lebih tinggi dibanding sistem immobilisasi. Hal ini disebabkan oleh tidak terbatasnya transfer massa dalam sistem suspensi. Akan tetapi aplikasi TiO_2 sistem suspensi secara komersial kurang menguntungkan, karena sistem ini mempunyai kelemahan, yaitu pemisahan partikel TiO_2 terjadi sangat lambat, prosesnya memerlukan biaya dan daya tembus sinar UV sangat terbatas karena absorpsi yang sangat kuat oleh TiO_2 dan spesies organik yang terlarut. Masalah tersebut dapat diatasi dengan menggunakan katalis yang diimmobilisasikan. Dengan sistem immobilisasi, sebuah fotoreaktor dapat dirancang dimana semua permukaan katalis dapat dikenai oleh radiasi UV. Kelemahan sistem immobilisasi adalah terbatasnya proses transfer massa^[9].

Sistem Reaktor Fotokatalitik mengalir diharapkan dapat mengatasi kelemahan-kelemahan tersebut. Reaktor Fotokatalitik terdiri dari kolom gelas yang telah dilapisi oleh $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. Keuntungan dari reaktor fotokatalitik adalah proses pengolahan zat warna tidak membutuhkan tempat yang luas, relatif cepat, tidak memerlukan pemakaian bahan kimia lain, dan memiliki efektifitas dan efisiensi yang tinggi dalam penguraian zat warna (*Methylene Blue*).

Dalam proses degradasi *Methylene Blue* pada reaktor fotokatalitik dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya adalah jumlah pelapisan $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, jumlah kolom, laju alir, konsentrasi awal, volume awal dan lama penyinaran. Pada penelitian ini akan dilihat kondisi optimum lama penyinaran dan jumlah pelapisan. Dari hasil penelitian Bismo dkk (1998)^[10] yang mendegradasi fenol dengan reaktor anular dinyatakan bahwa pengaruh dari banyaknya jumlah pelapisan TiO_2 terhadap degradasi fenol adalah semakin banyak jumlah pelapisan maka proses degradasi akan semakin cepat dan apabila terlalu tipis kontak antara TiO_2 dengan fenol akan semakin sedikit dan proses degradasi akan sulit. Pada intensitas lama penyinaran, umumnya semakin lama penyinaran maka fenol akan terdegradasi semakin banyak dan pada akhirnya akan habis terdegradasi.

Berdasarkan uraian di atas, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian yang berjudul "Penentuan Kondisi Optimum Jumlah Pelapisan dan Lama Penyinaran Proses Degradasi Zat Warna *Methylene Blue* Pada Reaktor Fotokatalitik TiO_2 dengan Penambahan SiO_2 ".

II. METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat: reaktor yang terbuat dari kolom gelas dengan panjang ± 60 cm dan diameter ± 2 cm, reservoir dengan kapasitas 10 liter, *handy pump*, selang karet, *magnetic hot plate stirrer*, oven, peralatan gelas dan neraca analitik, Spektrofotometer UV-Vis, XRD, dan GC-MS QP 2010 Plus Shimadzu.

Bahan: Titanium dioksida Degussa P-25, Methanol p.a, larutan H_2SO_4 pekat, serbuk *Methylene Blue*, K_2CrO_4 , dan Aquades.

B. Prosedur Penelitian

1) Pembuatan Lapisan Immobilisasi TiO_2 Pada Dinding Kolom Gelas

a. Pembersihan kolom gelas

Kolom gelas yang berukuran 60 cm dan diameter 2 cm dicuci dengan aquades, kemudian direndam dalam larutan asam kromat (1 gram $\text{K}_2\text{CrO}_4/50\text{ml H}_2\text{SO}_4$ pekat). Kolom gelas dicuci lagi dengan aquades, ditiriskan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam.

b. Pembuatan larutan TiO_2 Degussa P-25

Larutan prekursor TiO_2 dibuat dengan mencampurkan 0,1 gr TiO_2 Degussa P-25 dalam metanol p.a sebanyak 100 mL, distirer selama 1,5 jam pada suhu 80°C agar teremulsi.

c. Pembuatan sol SiO_2

Dilakukan dengan membuat larutan SiO_2 dengan mencampur 20 ml TEOS dalam 160 ml etanol, 1 ml HNO_3 , dan air 3 ml, lalu direfluks selama 1,5 jam pada suhu 75°C dan didinginkan agar terbentuk sol SiO_2 .

d. Pembuatan sol $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$

Pembuatan sol $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dilakukan dengan mencampurkan sol SiO_2 pada TiO_2 (30 : 70). Pencampuran dilakukan dengan konsentrasi yang berbeda.

e. Immobilisasi Katalis TiO_2

Sebelum diimmobilisasi dengan sol TiO_2 , kolom gelas ditimbang terlebih dahulu. Lapisan tipis TiO_2 terimmobilisasi pada dinding kolom gelas dibuat dengan cara mengisi larutan prekursor ke dalam masing-masing kolom gelas dan didiamkan selama 5 menit, selanjutnya dikosongkan. Dipanaskan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Pelapisan diulang beberapa kali untuk mendapatkan lapisan TiO_2 dengan tingkat pelapisan yang diinginkan. Berat lapisan TiO_2 dalam kolom gelas ditentukan secara gravimetri.

2) Pembuatan Reaktor Fotokatalitik

Reaktor dibuat dengan cara menyusun secara seri 11 buah kolom gelas yang telah dilapisi TiO_2 dengan selang plastik pada kerangka besi. Susunan kolom gelas ini dihubungkan dengan reservoir berkapasitas 10 L yang dilengkapi pompa sirkulasi. Susunan kolom gelas ini diletakkan di luar ruangan agar terkena cahaya matahari. Reaktor ini digunakan untuk mendegradasi *Methylene Blue*.

3) Pembuatan Larutan Sampel *Methylene Blue*

Cara yang dilakukan untuk mendapatkan larutan 1000 ppm adalah, Larutan sampel ini dibuat dengan melarutkan 1 gram *Methylene Blue* dalam aquades dan volume dicukupkan hingga 1000 mL, larutan ini disebut larutan induk. Larutan induk dipipet 50 mL untuk diencerkan dengan aquades hingga 10 L dan diperoleh larutan standar 5 ppm.

4) Proses degradasi Larutan Methylene Blue Pada Reaktor Fotokatalitik

Degradasi *Methylene Blue* dalam air dilakukan dengan membuat larutan sebanyak 10 liter dengan konsentrasi 5 ppm lalu ditempatkan dalam reservoir dan disirkulasi melalui unit reaktor selama waktu tertentu dan pada jumlah pelapisan reaktor yang telah ditentukan. Setelah beberapa waktu larutan hasil degradasi diambil sebanyak 10 mL lalu diuji dengan spektrofotometer UV-Vis. Proses degradasi ini dilakukan dengan meletakkan reaktor di luar ruangan agar bisa disinari dengan cahaya matahari.

5) Karakterisasi hasil immobilisasi TiO_2

Katalis serbuk dibuat dengan metode sol-gel tetapi tidak dilapiskan pada kolom gelas melainkan dikeringkan hingga menjadi serbuk. Campuran katalis dibuat sama seperti pada pembuatan katalis film, lalu distirer pada suhu $75^\circ C$ hingga mulai membentuk pasta. Pasta lalu dikeringkan pada oven selama 2 jam pada suhu $120^\circ C$. Setelah kering padatan digerus hingga menjadi serbuk lalu dimasukkan ke dalam furnace dan dikalsinasi pada suhu $450^\circ C$ secara bertahap.

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat Philips PW 1710 yang dilengkapi dengan *channel control* PW 1390. Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray $Cu K\alpha$, tegangan 40 kV, arus 30 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^\circ - 100^\circ$ dengan kecepatan pengamatan $2,4^\circ / \text{menit}$.

6) Identifikasi Dengan GC-MS

Larutan *Methylene Blue* sebanyak 10 L disirkulasi pada reaktor fotokatalitik TiO_2/SiO_2 dan disinari dengan sinar UV dari cahaya matahari selama 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 jam dengan variasi jumlah lapisan 1, 3, 5, 7, dan 9 lapisan. Identifikasi dengan GC-MS dilakukan dengan menggunakan alat GC-MS QP 2010 Plus Shimadzu. Identifikasi dilakukan terhadap larutan *methylene blue* yang telah didegradasi dengan reaktor fotokatalitik pada kondisi optimum. Kemudian larutan *Methylene Blue* tersebut diukur dengan GC-MS untuk mendapatkan komposisi suatu senyawa.

Kolom yang digunakan adalah kolom kapiler dengan fasa diamnya terdiri dari 5% fenil dan 95% dimetil-polisiloksan yang bersifat non polar. Kromatografi gas diatur dengan suhu injektor $250^\circ C$ dan suhu detektor ionisasi nyala $280^\circ C$. Suhu kolom mula-mula diatur $40^\circ C$ (selama 10 menit) dinaikkan $10^\circ C/\text{menit}$ sampai $280^\circ C$ selanjutnya ditahan selama 20 menit. Kondisi spektrometri massa dengan metode EI (Electron Impact Ionization) diatur dengan suhu $250^\circ C$, suhu transfer *line* $275^\circ C$, vakum 30-50 torr, energi elektron 70 eV dan arus emisi 250 A.

7) Teknik Analisis Data

Data yang diperoleh berupa absorbansi larutan *methylene blue* yang diukur dengan alat spektrofotometer UV-Vis. Analisis data dilakukan dengan membandingkan konsentrasi sisa larutan uji sebelum dan sesudah

didegradasi serta perbandingannya pada berbagai variasi jumlah lapisan TiO_2/SiO_2 dan lama penyinaran. Sedangkan produk yang terbentuk setelah proses degradasi diidentifikasi dengan GC-MS. Untuk melihat pengaruh penambahan SiO_2 terhadap fotokatalis dilakukan karakterisasi dengan XRD.

Persentase degradasi (D,%) dihitung dengan persamaan:

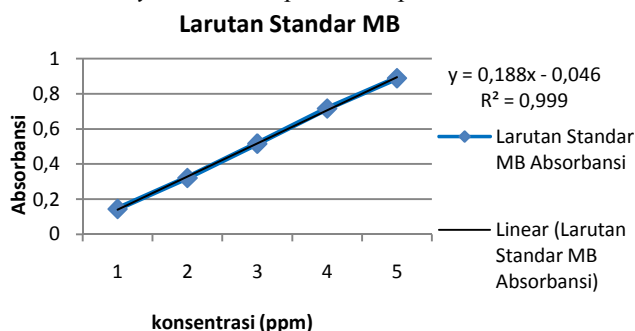
$$D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

di mana, C_0 adalah konsentrasi mula-mula dan C_t adalah konsentrasi pada waktu t .

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengukuran dengan Spektrofotometer UV-Vis

Zat warna *Methylene Blue* terlebih dahulu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm sebelum digunakan sebagai sampel, sehingga akan didapatkan kurva larutan standar dari zat warna *Methylene Blue* yang telah diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Grafik dari kurva larutan standar zat warna *Methylene Blue* dapat dilihat pada Gambar 1.

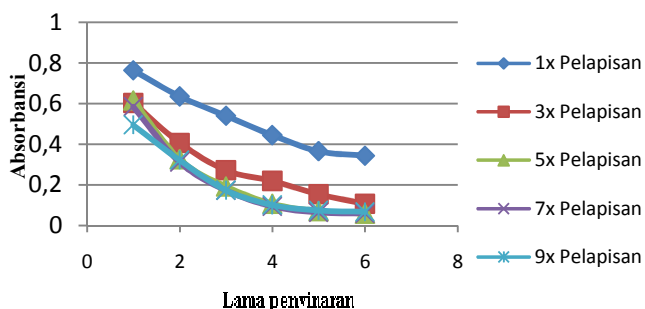


Gambar 1. Kurva standar *Methylene Blue*

Hasil pengukuran UV-Vis pada kurva larutan standar zat warna *Methylene Blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm terlihat absorbansinya semakin naik. *Methylene Blue* didegradasi dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 664 nm. Hasilnya dapat terlihat pada Gambar 9 grafik Hubungan Absorbansi dengan Lama penyinaran dan jumlah pelapisan kolom gelas.

Dari Gambar 2 dapat dinyatakan bahwa semakin lama penyinaran maka absorbansi semakin menurun. Kemampuan mendegradasi yang paling besar adalah pada pelapisan 7. Berarti, pelapisan 7 mendapat penetrasi foton yang lebih baik, namun pada pelapisan 9 kemampuan mendegradasi menurun dibandingkan pelapisan 7. Ketika lapisan film TiO_2 terlalu tipis foton yang mengenai lapisan tidak semuanya diabsorpsi (efisiensi rendah) sehingga radikal hidroksil yang terbentuk menjadi sedikit. Bila ketebalan lapisan TiO_2 ditingkatkan maka foton yang akan terabsorpsi semakin banyak dan akan menghasilkan radikal hidroksil yang lebih banyak. Tetapi ketika lapisan film terlalu tebal maka bagian sisi katalis yang kontak dengan *Methylene Blue* tidak mendapat foton yang

sempurna sehingga menyebabkan menurunnya kemampuan mendegradasi *Methylene Blue*.



Gambar 2. Hubungan Absorbansi dengan Lama penyorotan dan jumlah pelapisan kolom gelas

Nilai absorbansi *methylene blue* yang didapat pada Gambar 2 digunakan untuk mencari nilai konsentrasi sisa dari *methylene blue* dengan menggunakan persamaan yang didapat dari kurva standar. Untuk mengetahui konsentrasi sisa dari *methylene blue* dapat dihitung dengan rumus:

$$Y = 0.188 X - 0.046$$

Nilai konsentrasi sisa ini dapat digunakan untuk menghitung persen degradasi dari *methylene blue* pada setiap variasi lama penyorotan dan variasi jumlah pelapisan. Untuk mendapatkan persen degradasi dari *methylene blue* dapat digunakan rumus:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100 \%$$

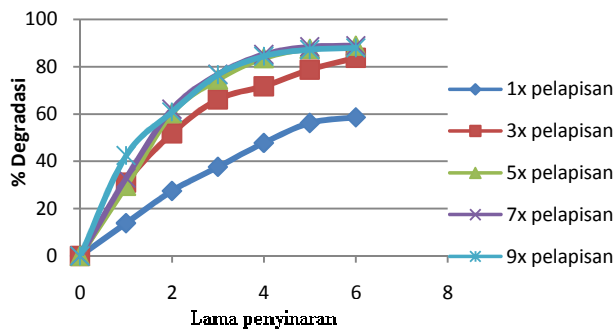
Dari hasil perhitungan, diperoleh persen degradasi *methylene blue* yang paling besar adalah 87.61% dan 88.90% yaitu pada pelapisan 5 kali dengan penyorotan selama 5 dan 6 jam serta 88.32% dan 88.79% pada pelapisan 7 kali dengan penyorotan selama 5 dan 6 jam. Hubungan antara persen degradasi dari *methylene blue* dengan variasi lama penyorotan dapat dilihat pada gambar 3.

Gambar 3 dapat dilihat bahwa pada penyorotan selama 5 dan 6 jam adalah waktu yang paling efektif dalam proses degradasi. Namun kondisi optimum yang dipilih adalah penyorotan selama 5 jam, karena persen degradasi yang dihasilkan tidak jauh berbeda dengan penyorotan selama 6 jam.

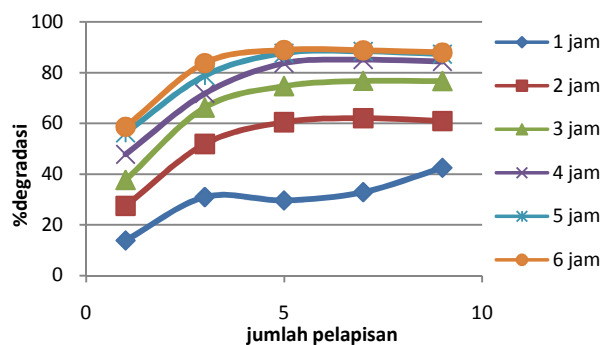
Berdasarkan persen degradasi dari *methylene* juga dapat dilihat hubungan persen degradasi *Methylene Blue* terhadap jumlah pelapisan yang ditunjukkan ditunjukkan oleh Gambar 4.

Grafik pada Gambar 4 memperlihatkan kenaikan persentase degradasi dari pelapisan 1 sampai pelapisan 9. Persentase degradasi pada pelapisan 5 relatif sama dengan persentase degradasi pada pelapisan 7 yaitu 87.61 dan 88.32 masing-masingnya. Berdasarkan grafik di atas diperoleh kondisi optimum yaitu pada pelapisan 5 dengan persentase degradasi sebesar 87.61.

Dari penjelasan di atas dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum degradasi *Methylene Blue* pada reaktor fotokatalitik, terdapat pada pelapisan 5 kali dengan lama penyorotan 5 jam.



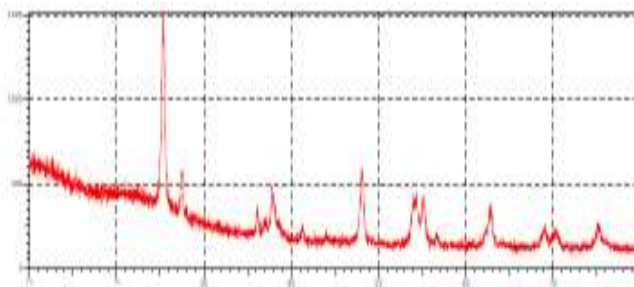
Gambar. 3 kurva hubungan persen degradasi dengan lama penyorotan



Gambar 4. Grafik Hubungan Jumlah Pelapisan terhadap Persentase Degradasi pada Lama Penyorotan

B. Karakterisasi TiO₂/SiO₂ dengan XRD

Karakterisasi dengan alat XRD dilakukan untuk mendapatkan informasi struktur kristal dari kristal TiO₂/SiO₂ yang digunakan. Hasil karakterisasi XRD berupa pola difraksi (difraktogram) yang terdiri dari puncak-puncak karakterisasi TiO₂/SiO₂, dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 5. Pola XRD Sampel TiO₂/SiO₂

Pada Gambar 5 terlihat adanya puncak-puncak yang dapat memberikan informasi identitas dari bentuk Kristal *anatase* dan *rutile*. Puncak yang tajam pada gambar menginformasikan bahwa lapisan TiO₂/SiO₂ terdiri dari kristal *anatase*. Hal ini menunjukkan bahwa teknik kalsinasi yang digunakan pada larutan TiO₂/SiO₂ memberikan kristal *anatase*. Namun puncak-puncak yang diperoleh juga dapat menginformasikan bentuk kristal *rutile*. Bentuk kristal TiO₂/SiO₂ dapat diketahui

dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) hasil pengukuran dengan kartu interpretasi data *anatase* dan *rutile*.

Tabel 1

Nilai d (Å) dari hasil pengukuran dan kartu interpretasi data kristal sintesis TiO_2/SiO_2

Kartu interpretasi data d (Å)		Pengukuran TiO_2/SiO_2 d (Å)		Keterangan
Rutile	Anatase	Puncak-puncak kelompok I	Puncak-puncak kelompok II	
3.25	3.52	3,51585	3,24720	Anatase dan rutile
2.49	2.38	2,37354	2,48549	Anatase dan rutile
1.69	1.688	1,68864	1,69731	Anatase dan rutile

Dari hasil pengukuran XRD, kristal yang diperoleh dari katalis TiO_2/SiO_2 yang digunakan berupa campuran *anatase* dan *rutile*. Hal ini dapat dilihat dari puncak – puncak yang dihasilkan. Jika dibandingkan dengan kartu interpretasi, data dari hasil pengukuran TiO_2/SiO_2 hampir sama.

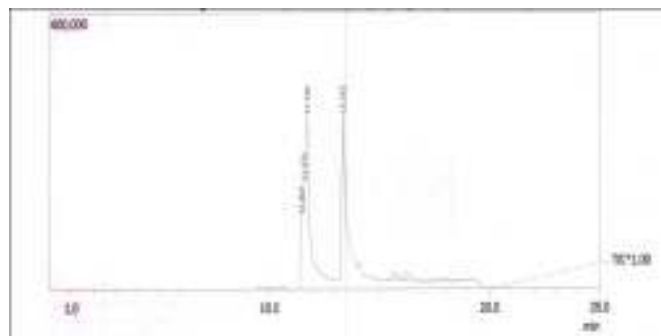
Pola difraktogram yang diperoleh juga dapat digunakan untuk menentukan ukuran Kristal (*crystallite size*) TiO_2/SiO_2 berdasarkan nilai FWHM (*full width at half-maximum*) pada berbagai puncak dengan menggunakan persamaan Scherrer;

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dengan D adalah ukuran kristal, $\lambda=0,154$ nm adalah panjang gelombang sinar-X, β adalah nilai FWHM masing-masing puncak karakteristik, θ adalah sudut difraksi dan $k=0,94$ adalah sebuah konstanta. Hasil perhitungan masing-masing puncak diperoleh ukuran Kristal TiO_2/SiO_2 yaitu 19,099444 nm (Perhitungan pada lampiran 13). Ukuran kristal ini termasuk kedalam kristal yang berukuran nanometer, karena ukuran kristalnya berkisar antara 0 – 100 nm. Kristal yang berukuran nanometer dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO_2/SiO_2 , ini disebabkan karena kristal memiliki luas permukaan yang sangat besar sehingga mempunyai kemampuan yang tinggi untuk mendegradasi zat warna *Methylene Blue*.

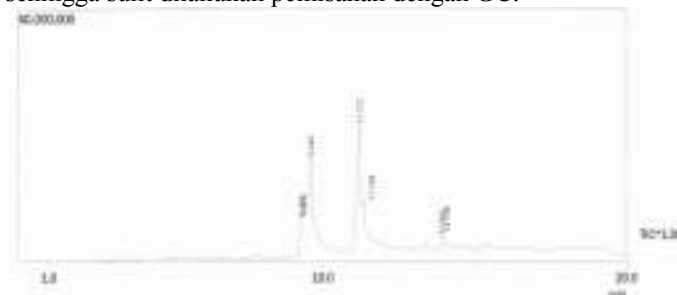
C. Identifikasi dengan GC-MS

Senyawa-senyawa yang teridentifikasi dari hasil analisa GC-MS dalam larutan *Methylene Blue* yang belum mengalami proses degradasi ditunjukkan oleh Gambar 13. Pada Gambar 6 terlihat dua puncak utama dengan waktu retensi (RT) masing-masingnya 11,720 dan 13,352 menit.



Gambar 6. Kromatogram *Methylene Blue* Sebelum Proses Degradasi

Identifikasi dengan GC-MS dilakukan untuk mengonfirmasi adanya produk degradasi *Methylene Blue* yang terbentuk setelah proses degradasi. Dari hasil identifikasi dengan GC-MS diperoleh bentuk kromatogram seperti ditunjukkan pada Gambar 7. Pada Gambar 7 terlihat banyak puncak yang saling tumpang tindih yang menandakan bahwa produk degradasi tidak terpisah dengan baik. Hal ini dikarenakan larutan uji yang telah mengalami proses fotokatalisis mengandung bermacam-macam produk degradasi sehingga sulit dilakukan pemisahan dengan GC.



Gambar 7. Kromatogram *methylene blue*

IV. KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat di ambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Kondisi optimum jumlah pelapisan degaradasi *Methylene Blue* 5 ppm pada reaktor fotokatalitik TiO_2/SiO_2 adalah pada pelapisan 5 kali. Jumlah pelapisan yang terlalu sedikit atau terlalu banyak menyebabkan proses degradasi tidak berlangsung efektif.
2. Kondisi optimum lama penyinaran degradasi *Methylene Blue* 5 ppm pada reaktor fotokatalitik TiO_2/SiO_2 pada 5 jam. Semakin lama penyinaran maka hasil degradasi semakin baik. Akan tetapi, hasil degradasi cenderung konstan pada waktu tertentu.

V. DAFTAR PUSTAKA

[1] Irvan, Renita Manurung, dan Rosdanelli Hasibuan . 2004. *Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob – Aerob*. USU; Sumatra Utara

- [2] Sumarsih, Atik Sri. 2010. *Efektivitas Katalis Semikonduktor TiO₂ dengan Pengemban Oksida Ba(OH)₂.8H₂O pada Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG*. Universitas Sebelas Maret; Surakarta
- [3] Slamet, ade Putra, dan Setijo Bismo. 2008. *Performance Test with TiO₂ Modified Activated Carbon on Pilot Scale Fenol Removal*. Universitas Indonesia; Depok Indonesia
- [4] Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalis pada Permukaan TiO₂ : Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II (hlm 14-15). Universitas Indonesia
- [5] Palupi, Endang. 2006. *Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂*. FMIPA ITB; Bogor
- [6] Amirullah. 2006. *Biosorpsi Biru Metilena oleh Ganggang Cokelat (sargassum binderi)*. FMIPA ITB; Bogor
- [7] Linsebigler, A. L., Lu Guangguan and Yates Jr, T. 1995. *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selection Result*, Chem.Rev., 95, 735-758.
- [8] Shaleh, Baharuddin, dkk. 2010. *Efek Doping Ni (II) pada Aktifitas Fotokatalitik dari TiO₂ untuk Inhibisi Bakteri Patogenik*. Universiti Sains Malaysia; Malaysia
- [9] Hardeli dan Andromeda. 2009. *Aplikasi Fotokatalitik TiO₂ untuk Degradasi Asam Lemak*. "Laporan Penelitian". UNP
- [10] Bismo, Setijo, dkk., 1998. *Studi Awal Degradasi Fenol Dengan Teknik Ozonisasi Di Dalam Reaktor Annular*. Kampus UNTIRTA: Cilegon.