

Volume 1, Tahun XV, Februari 2014

ISSN 1411 - 3724

EKSAKTA

Berkala Ilmiah Bidang MIPA

Jurnal Eksakta	Vol . 1	Tahun XV	Hlm 1-114	Padang Februari 2014
---------------------------	--------------------	---------------------	----------------------	---------------------------------

PUSAT KAJIAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

EKSAKTA

Berkala Ilmiah Bidang MIPA

Vol. 1 Tahun XV Februari 2014

**SK. Pejabat Pembuat Komitmen FMIPA UNP
No. 62/UN35.1.1/KP/2014**

Penasehat

Dekan FMIPA Universitas Negeri Padang

Lufri

Penanggung Jawab

Festiyed

Ketua Redaksi

Asrizal

Wakil Ketua Redaksi

Syafriandi

Penyunting Ahli

Ahmad Fauzan

Yerizon

Ratnawulan

Linda Advinda

Ali Amran

Azwir Anhar

Penyunting Pelaksana

Helma

Hamdi

Minda Azhar

Ramadhan Sumarmin

Kesekretariatan

Yashardi

Herda Susanti

Toni Supriadi

Alamat Redaksi

Kampus FMIPA Universitas Negeri Padang

Jl. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Padang 25131

Telp. (0751) 7057420, Fax. (0751) 7058772

E-mail: eksakta_unp@yahoo.co.id

Penerbit

Pusat Kajian Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Padang

EKSAKTA

Berkala Ilmiah Bidang MIPA

Vol. 1 Tahun XV Februari 2014

ISI

MODEL HIDDEN MARKOV PADA PREDIKSI HARGA BERAS DAN PERPINDAHAN KONSUMEN BERAS DI KOTA SOLOK PROVINSI SUMATERA BARAT <i>Melsi Diansa Putri</i>	1
VALIDITAS BAHAN AJAR KONTEKSTUAL BERBASIS ICT DENGAN MENGINTEGRASIKAN KONSEP MSTBK UNTUK MENCAPAI KOMPETENSI FISIKA SISWA KELAS XI SMA <i>Akmam, Harman A, Asrizal, Dilla.O, Atika: U. A</i>	11
PENGARUH VOLUME CAIRAN RUMEN SAPI TERHADAP BERMACAM FESES DALAM MENGHASILKAN BIOGAS <i>Linda Wati, Yuni Ahda, Dezi Handayani</i>	20
PENYERAPAN ION SENG, TIMBAL, DAN KROM OLEH ABU TERBANG (FLY ASH) SECARA STATIS <i>Desy Kurniawati</i>	29
PENGEMBANGAN MODUL ALJABAR LINEAR ELEMENTER BERNUANSA KONSTRUKTIVISME BERBANTUAN ICT <i>Mia Fitria, Made Arnawa, Lufri</i>	34
EFEKTIFITAS PENUGASAN PRESENTASI DI AWAL PEMBELAJARAN MATEMATIKA <i>Hendra Syarifuddin</i>	43
PENERAPAN MODEL PEMBELAJARAN <i>LEARNING CYCLE 5E</i> SEBAGAI UPAYA MENINGKATKAN KOMPETENSI PSIKOMOTOR PESERTA DIDIK DALAM PEMBELAJARAN FISIKA DI KELAS IX.2 SMP NEGERI 2 CANDUNG <i>Fitra Netti</i>	51
ISOLASI STEROID DARI DAUN MENGKUDU (<i>Morinda citrifolia L.</i>) <i>Sri Benti Etika, Suryelita</i>	60
ASOSIASI PENYAKIT DIABETES MELLITUS DENGAN PENYAKIT JANTUNG KORONER MENGGUNAKAN MODEL LOGLINIER MULTIVARIAT <i>Rido Engla Saputra, Dewi Murni, Yenni Kurniawati</i>	66

HUBUNGAN RADICAL IDEAL NULL DAN IDEAL YANG DIBANGUN OLEH POLINOMIAL KARAKTERISTIK <i>Yusmet Rizal, Atus Amadi Putra</i>	76
PEMBUATAN LEMBAR KERJA SISWA IPA TERPADU BERBASIS ICT MENGINTEGRASIKAN NILAI PENDIDIKAN KARAKTER UNTUK PEMBELAJARAN IPA SISWA SMP KELAS VIII <i>Elma Rafika, Asrizal</i>	81
ANALISIS PENCEMARAN LOGAM BERAT OLEH LINDI (LEACHATE) TPA SAMPAH AIR-DINGIN KOTA PADANG MENGGUNAKAN METODA GEOLISTRIK POLARISASI TERIMBAS (INDUCED POLARIZATION) <i>Fatni Mufit, Mahrizal, Nofi Yendri Sudiar</i>	92
MENENTUKAN KARAKTERISTIK OSILASI NONLINEAR DENGAN METODE RUNGE-KUTTA MENGGUNAKAN PEMROGRAMAN BORLAND DELPHI <i>Riri Safitri, Festiyed</i>	99
DEGRADASI METHYL VIOLET DAN METHYLEN BLUE OLEH FOTOKATALIS TiO_2 <i>Hardeli, Afrianti Ramadhani, Desy Kurniawati, Nopri Andriko, Hary Sanjaya</i>	107

DEGRADASI METHYL VIOLET DAN METHYLEN BLUE OLEH FOTOKATALIS TiO_2

Hardeli, Afrianti Ramadhani, Desy Kurniawati, Nopri Andriko dan Hary Sanjaya
Jurusan kimia FMIPA UNP Padang, 25131
E-mail : hardeli1@yahoo.com

ABSTRACT

One alternative to degraded toxic and carcinogenic dyes was by using UV photocatalysis with semiconductor particles. This research aims to determine optimum irradiation time to degraded methyl violet and methylene blue and to understand the degraded percentages and mechanism. We used Degussa P25 TiO_2 by addition of SiO_2 to prevent recombination of e^- and h^+ . Irradiation times we used were 1, 2, 3, 4, 5, 6, and 7 hours, respectively. After degrading process, methyl violet and methylene blue absorbance was measured by UV-Vis Spectrophotometer. TiO_2/SiO_2 crystallinity was characterized using XRD. Experimental results showed that optimum photocatalytic activity was obtained at 10 ppm dyes concentration, irradiation time was 6 hours for methyl violet and 5 hours for methylene blue for 5 ppm in concentration, respectively. At this condition, we obtained degraded percentage was 81.02% for methyl violet and 87.61% for methylene blue, respectively. In addition, the layer formation was 5 times and number of glass column was 11 as well. In fact, measurement by GC for methyl violet before irradiation were 5 peaks however after irradiation by UV was 9 peaks, in contrast, for methylene blue before and after irradiation were 4 and 7 peaks respectively. The peak addition for GC Chromatogram confirmed us that dyes had been gradually degraded. Finally, XRD characterizations showed that there were mixed anatase and rutile crystal structures in 19.1 nm size.

Keywords: Methyl Violet, Methylene Blue, Photocatalyst, TiO_2 , Degradation

PENDAHULUAN

Seiring dengan berkembangnya ilmu pengetahuan, zat warna hasil rekayasa teknologi semakin dibutuhkan. Oleh karena itu berbagai zat warna sintetik diciptakan untuk berbagai jenis keperluan misalnya untuk tekstil, kulit, peralatan rumah tangga dan sebagainya.

Zat warna ini ada yang dibuang sebagai limbah ke perairan. Beberapa limbah zat warna tersebut diantaranya adalah *methylene blue* dan *methyl violet*. *Methylene blue* merupakan bahan pewarna dasar yang sangat penting dan relatif murah dibandingkan dengan pewarna lainnya. Pada umumnya digunakan sebagai pewarna sutera, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor

dan kosmetik (Palupi, 2006). Dosis tinggi dari *Methylene blue* dapat menyebabkan mual, muntah, nyeri pada perut dan dada, sakit kepala, keringat berlebihan, dan hipertensi (Amirullah, 2006).

Methyl violet termasuk zat warna golongan trifenilmetana yang digunakan secara intensif untuk mewarnai nilon, nilon yang dimodifikasi poliakrilonitril, wol, sutera dan kapas. Beberapa diantaranya dimanfaatkan untuk kegunaan medis dan biologis. *Methyl violet* bersifat persisten dan sulit dibiodegradasi. Berdasarkan studi yang dilakukan Black *et al* pada 1980, didapatkan bahwa anilin yang terdapat dalam senyawa ini bersifat toksik, mutagenik dan karsinogenik. Bahan kimia ini dapat memicu tumor pada beberapa

spesies ikan yang hidup di dasar perairan (Azmi *et al.*, 1998), sehingga diperlukan penanganan yang serius untuk mengatasi masalah seandainya zat-zat tersebut menjadi limbah, salah satunya dengan fotokatalis.

Pada proses fotokatalitik, ketika semikonduktor TiO_2 mengadsorpsi sinar UV ($\leq \lambda 380\text{nm}$) yang mempunyai energi sama atau lebih besar dari energi celah pitanya (3 – 3,2 eV) maka akan terjadi pemisahan muatan atau fotoeksitasi dalam molekul TiO_2 . 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 ($\bullet\text{OH}$). Radikal hidroksil ini merupakan spesies yang sangat reaktif menyerang molekul-molekul organik dan dapat mendegradasinya menjadi CO_2 dan H_2O dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung halogen. (Linsebigler, 1995: 748).

Penggunaan semikonduktor TiO_2 sebagai fotokatalis dapat dilakukan dengan dua cara yaitu suspensi dan immobilisasi. Dalam sistem suspensi dengan partikel yang sangat halus, menghasilkan proses fotokatalitik yang tidak dibatasi oleh transfer masa karena jarak difusi maksimum molekul organik dengan permukaan katalis sangat kecil. Sistem suspensi memiliki kelemahan. Kelemahan utama yaitu pemisahan partikel TiO_2 dari larutan setelah dipakai memerlukan biaya. Kedua, daya tembus UV yang terbatas karena absorpsi yang kuat oleh TiO_2 dan spesies organik terlarut (Fujishima *et al.*, 1999).

Untuk mengatasi keterbatasan kemampuan penetrasi foton pada permukaan katalis dan keterbatasan transfer massa, digunakan suatu alat yaitu reaktor fotokatalitik $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. Reaktor Foto katalitik ini terdiri dari kolom gelas yang telah dilapisi oleh $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. Keuntungan

dari reaktor fotokatalitik $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ adalah proses degradasi zat warna tidak membutuhkan tempat yang luas, relatif cepat, tidak memerlukan pemakaian bahan kimia lain, dan memiliki efektifitas dan efisiensi yang tinggi.

Dalam proses degradasi zat warna 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 persentase degradasi zat warna *Methyl violet* dan *Methylene Blue*.

METODE PENELITIAN

1. Rangkaian Kolom Gelas TiO_2

Reaktor dibuat dengan cara kolom gelas yang telah dilapisi $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dengan jumlah pelapisan optimum yaitu 5x pelapisan, berukuran ± 60 cm dan diameter 2 cm disusun secara seri dan disambung satu sama lainnya dengan menggunakan selang karet transparan. 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 (Hardeli, dkk 2011). Karakterisasi hasil immobilisasi dalam kolom gelas menggunakan XRD untuk menentukan struktur Kristal TiO_2 .

2. Preparasi Larutan Standar *Methyl Violet*

Preparasi larutan standar *methyl violet* dilakukan dengan cara 0,005 gram kristal *methyl violet* dilarutkan dengan sedikit metanol sampai benar-benar larut. Larutan ini diencerkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas sehingga konsentrasinya menjadi 50 mg/L. Larutan ini disebut larutan induk. Larutan induk dipipet sebanyak 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 mL, masing-masingnya dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan sampai tanda batas, sehingga konsentrasi

masing-masingnya menjadi 2, 4, 6, 8, 10 dan 12 mg/L.

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 zat warna Pada Reaktor Fotokatalitik TiO₂/SiO₂

Proses degradasi zat warna dilakukan dengan cara sebelas kolom gelas yang telah dilapisi TiO₂/SiO₂ disusun secara seri. Kesebelas kolom gelas ini disambung dengan selang karet dan dihubungkan secara sirkular ke pompa air serta reservoir yang telah berisi larutan dengan konsentrasi 10 mg/L sebanyak 10 L. Larutan uji dialirkan dari reservoir menggunakan pompa sirkulasi melewati kesebelas kolom gelas yang sedang dikenai radiasi UV yang berasal dari cahaya matahari. Larutan uji yang keluar ditampung kembali ke dalam reservoir.

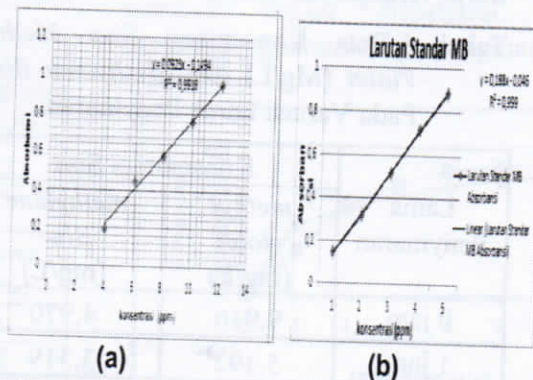
Reaktor dilapisi dengan aluminium foil untuk mengoptimalkan kontak antara sinar UV dengan fotokatalis. Proses sirkulasi ini dilakukan secara kontinyu sesuai variasi lama penyinaran. Setiap 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 jam sebanyak 10 mL larutan diambil untuk pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Pengukuran Absorbansi dengan UV-Vis

Zat warna *methyl violet* dan *methylene Blue* terlebih dahulu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan panjang gelombang maksimum. Pengukuran

dilakukan pada panjang gelombang 350 sampai 800 nm, sehingga akan didapatkan kurva larutan standar dari zat warna *methyl violet* dan *Methylene Blue*. serapan maksimum *methyl violet* pada panjang gelombang 581 nm dan *Methylene Blue* pada 664 nm. Grafik dari kurva larutan standar zat warna dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Standar (a) *Methyl Violet*, Dan (B) *Methylene Blue*

Grafik pada Gambar 1 memperlihatkan kecenderungan meningkatnya absorbansi seiring dengan semakin besarnya konsentrasi zat warna. Dari kurva standar ini diperoleh persamaan regresi linier yaitu $Y = 0,092X - 0,149$ dengan $R^2 = 0,991$. untuk *methyl violet*, dan $y = 0,188x - 0,046$ dengan $R^2 = 0,999$ untuk *methylene Blue*. Persamaan ini akan digunakan untuk menentukan konsentrasi awal dan konsentrasi sisa zat warna setelah proses degradasi. Konsentrasi awal *methyl violet* adalah 9,92 mg/L dan *methylene Blue* adalah 4,97 mg/L.

Dari data pengukuran absorbansi, dapat ditentukan konsentrasi sisa *methyl violet* dan *methylene Blue* setelah proses degradasi dengan menggunakan persamaan regresi linier. Data konsentrasi sisa *methyl violet* setelah proses degradasi disajikan pada Tabel 1.

Pada Tabel 1 terlihat kecenderungan semakin kecilnya konsentrasi sisa *methyl violet* dan *methylene Blue* seiring dengan

bertambahnya lama penyinaran. Konsentrasi sisa *methyl violet* paling rendah diperoleh pada lama penyinaran 7 jam, yaitu sebesar 1,841 mg/L dan *methylene Blue* pada lama penyinaran 6 jam, yaitu sebesar 0,555 mg/L. Penurunan konsentrasi ini diasumsikan sebagai penanda telah terjadi degradasi pada molekul, namun belum sampai pada tahap dimana semua zat warna terdegradasi habis.

Tabel 1. Data Konsentrasi Sisa *Methyl Violet* (Mg/L) dan *Methylene Blue* Pada Variasi Lama Penyinaran

Lama Penyinaran	Konsentrasi Sisa	
	<i>methyl violet</i> (mg/L)	<i>methylene Blue</i> (mg/L)
0 jam	9.916	4,970
1 jam	5.192	3.519
2 jam	4.183	1.979
3 jam	3.270	1.268
4 jam	2.616	0.815
5 jam	2.194	0.619
6 jam	1.882	0.555
7 jam	1.841	

Berdasarkan data konsentrasi sisa setelah proses degradasi, diperoleh pula data mengenai konsentrasi zat warna yang terdegradasi setelah lama penyinaran tertentu. Data ini didapat dari selisih antara konsentrasi awal sebelum proses degradasi (pada lama penyinaran 0 jam) dengan konsentrasi sisa setelah lama penyinaran t jam. Untuk contoh perhitungan, konsentrasi sisa *methyl violet* sebesar 5.192 mg/L berarti telah mengalami degradasi dengan konsentrasi yang terdegradasi sebesar 4.724 mg/L dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 C_{\text{terdegradasi}} &= C_0 - C_t \\
 &= 9.916 \text{ mg/L} - 5.192 \text{ mg/L} \\
 &= 4.724 \text{ mg/L}
 \end{aligned}$$

Data konsentrasi *methyl violet* dan *methylene Blue* yang terdegradasi pada variasi lama penyinaran disajikan pada Tabel 2. Pada Tabel 2 terlihat kecenderungan meningkatnya konsentrasi zat warna yang terdegradasi seiring bertambahnya lama penyinaran. Konsentrasi terdegradasi paling besar diperoleh pada lama penyinaran 7 jam, yaitu sebesar 8,075 mg/L untuk *methyl violet* dan lama penyinaran 6 jam, yaitu 4,415 mg/L untuk *methylene Blue*.

Berdasarkan data yang disajikan pada Tabel 1 dan Tabel 2, diperoleh data mengenai persentase degradasi (%D) zat warna yang menyatakan besarnya konsentrasi yang terdegradasi per seratus bagian. Data ini diperoleh dari perhitungan dengan menggunakan formula $D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$

sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \\
 &= \frac{9.916 - 5.192}{9.916} \times 100\% \\
 &= 47.640 \%
 \end{aligned}$$

di mana $C_0 - C_t$ merupakan konsentrasi zat warna yang terdegradasi pada lama penyinaran t jam. Data persentase degradasi *methyl violet* dan *methylene Blue* pada variasi lama penyinaran disajikan pada Tabel 3 dan grafik pada Gambar 2.

Tabel 2. Data Konsentrasi *Methyl Violet* dan *Methylene Blue* yang Terdegradasi (mg/L) pada Variasi Lama Penyinaran

Lama Penyinaran	Konsentrasi Terdegradasi	
	<i>methyl violet</i> (mg/L)	<i>methylene Blue</i> (mg/L)
0 jam	0.000	0.000
1 jam	4.724	1,451
2 jam	5.733	2,991

3 jam	6.646	3,702
4 jam	7.300	4,155
5 jam	7.722	4,351
6 jam	8.034	4,415
7 jam	8.075	

Data menunjukkan bahwa optimum lama penyinaran untuk *methyl violet* adalah 6 jam dengan % degradasi sebesar 81,020% serta *methylene Blue* adalah 5 jam dengan % degradasi 87,61%.

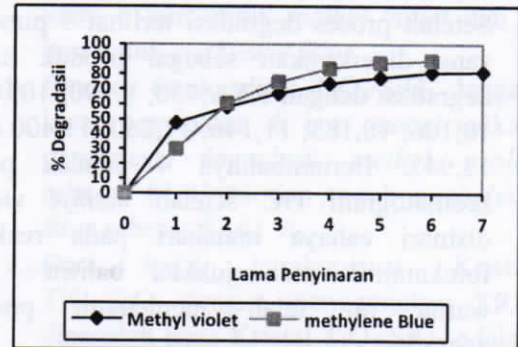
Tabel 3. Data Persentase Degradasi *Methyl Violet* dan *Methylene Blue* pada Variasi Lama Penyinaran

Lama Penyinaran	% Degradasi	
	<i>methyl violet</i> (%)	<i>methylene Blue</i> (%)
0 jam	0.000	0.00
1 jam	47.640	29.62
2 jam	57.816	60.40
3 jam	67.023	74.64
4 jam	73.618	83.69
5 jam	77.874	87.61
6 jam	81.020	88.90
7 jam	81.434	

Pengaruh lama penyinaran terhadap persentase degradasi terlihat semakin meningkat seiring dengan bertambahnya lama penyinaran. Hal ini dikarenakan semakin lama penyinaran maka semakin lama pula waktu kontak antara foton dengan katalis sehingga semakin banyak elektron dan *hole* yang tergenerasi. Akibatnya, radikal $\bullet\text{OH}$ yang dihasilkan juga semakin banyak. Radikal $\bullet\text{OH}$ ini kemudian menyerang molekul zat warna dan mendegradasinya menjadi senyawa yang lebih sederhana secara bertahap.

Persentase degradasi paling besar diperoleh pada lama penyinaran selama 7 jam, namun persentase degradasi tidak berubah secara signifikan antara jam ke-6 sampai jam ke-7. Hal ini diperkirakan karena telah banyak molekul *methyl violet*

yang terdegradasi sehingga penambahan lama penyinaran tidak berpengaruh secara signifikan terhadap kenaikan persentase degradasi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa lama penyinaran optimum untuk *methyl violet* adalah selama 6 jam. Begitu juga untuk *methylene Blue*, % degradasi terbesar adalah pada lama penyinaran 6 jam, namun persentase degradasi antara 5 jam dan 6 jam tidak berubah secara signifikan, sehingga diperoleh optimum lama penyinaran adalah 5 jam.

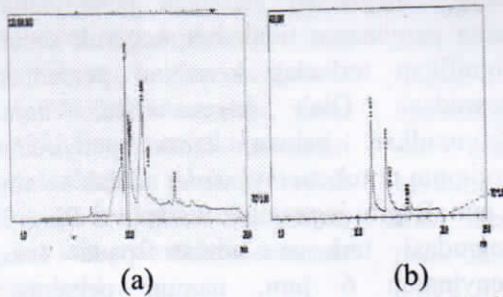


Gambar 2. Hubungan % Degradasi Terhadap Lama Penyinaran *Methyl Violet* Dan *Methylene Blue*

2. Identifikasi dengan Gas Chromatography (GC)

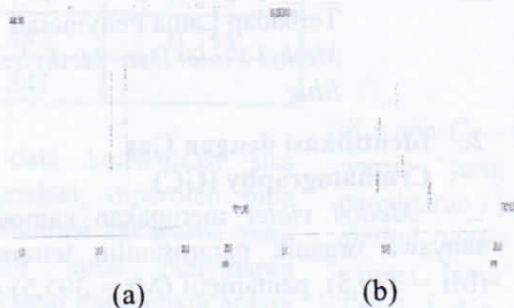
Methyl violet merupakan campuran senyawa organik pararosnilin tetrametil ($M_r = 379,5$), pentametil ($M_r = 393,5$) dan heksametil ($M_r = 407,5$) (Daria *et al.*, 2010). Zat warna ini dikenal dalam bentuk garamnya (C^+D^-) dengan rumus molekul $C_{23}H_{26}N_3^+Cl^-$, $C_{24}H_{28}N_3^+Cl^-$, dan $C_{25}H_{30}N_3^+Cl^-$. (Donna *et al.*, 2001)

Senyawa-senyawa yang teridentifikasi dari hasil analisa GC dalam larutan *methyl violet* yang belum mengalami proses degradasi terlihat 5 puncak dengan waktu retensi (RT) masing-masingnya 11,677 ;



Gambar 3. Kromatogram *Methyl Violet* (a) sebelum proses degradasi dan (b) sesudah proses degradasi

13,316; 13,767; 15,644 dan 15,882 menit. Setelah proses degradasi terlihat 9 puncak yang diperkirakan sebagai produk hasil degradasi dengan RT 9,450; 9,790; 10,010; 10,106; 10,183; 11,146; 11,260; 11,400 dan 13,945. Bertambahnya 4 puncak pada kromatogram GC setelah *methyl violet* disinari cahaya matahari pada reaktor fotokatalitik menunjukkan bahwa zat warna ini telah mengalami proses degradasi.



Gambar 3. Kromatogram *Methylene Blue* (a) Sebelum Proses Degradasi Dan (B) Sesudah Proses Degradasi

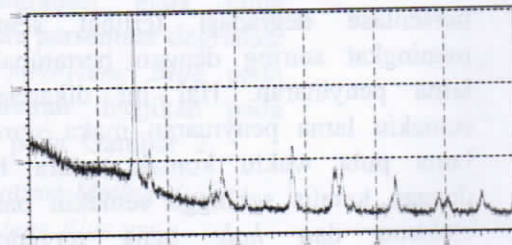
Senyawa-senyawa yang teridentifikasi dari hasil analisa GC dalam larutan *methylene Blue* yang belum mengalami proses degradasi terlihat 4 puncak dengan waktu retensi (RT) 11,11467; 11,575; 11,720; dan 13,352 menit. Setelah proses degradasi terlihat 7 puncak yang diperkirakan sebagai produk hasil degradasi dengan RT 9,350; 9,400; 9,640; 11,232; 11,348; 13,960; dan 14,108. Bertambahnya

3 puncak pada kromatogram GC setelah *methylene Blue* disinari cahaya matahari pada reaktor fotokatalitik menunjukkan bahwa zat warna ini telah mengalami proses degradasi.

Dari penambahan 4 puncak pada kromatogram GC untuk *methyl violet* dan 3 puncak pada kromatogram GC untuk *methylene Blue* menunjukkan telah terjadi proses degradasi setelah reaktor fotokatalitik disinari dengan cahaya matahari. Namun zat apakah yang menjadi produk degradasi atau produk intermediet selama proses degradasi tidak bisa diidentifikasi karena memerlukan bantuan instrumen lain.

3. Karakterisasi TiO_2/SiO_2 dengan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mendapatkan informasi struktur Kristal TiO_2/SiO_2 yang digunakan. Sampel yang dikarakterisasi dengan XRD adalah pasta TiO_2/SiO_2 yang telah dikalsinasi pada suhu $450^\circ C$ yang kemudian digerus menjadi serbuk kembali. Hasil karakterisasi XRD berupa pola difraksi (difraktogram) yang terdiri dari puncak-puncak karakterisasi TiO_2/SiO_2 , dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Pola XRD Sampel TiO_2/SiO_2

Pada Gambar 4 terlihat adanya puncak-puncak yang dapat memberikan informasi identitas dari bentuk Kristal *anatase* dan *rutile*. Puncak yang tajam pada gambar menginformasikan bahwa lapisan TiO_2/SiO_2 terdiri dari kristal *anatase*. Hal ini menunjukkan bahwa teknik kalsinasi yang digunakan pada larutan TiO_2/SiO_2 memberikan kristal *anatase*. Namun

puncak-puncak yang diperoleh juga dapat menginformasikan bentuk Kristal *rutile*. Bentuk kristal TiO_2/SiO_2 dapat diketahui dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) hasil pengukuran dengan kartu interpretasi data *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.

Tabel 4. Nilai d (Å) hasil pengukuran dan kartu interpretasi kristal TiO_2/SiO_2

Kartu Interpretasi Data d (Å)		Hasil Pengukuran TiO_2/SiO_2 d (Å)	
Rutile	Anatase	Puncak	Jenis kristal
3.25	3.52	3,51585	Anatase
2.49	2.38	2,48549	Rutile
1.69	1.688	1,68864	Anatase

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 19,1 nm. 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 *methyl violet* dan *methylene Blue*.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat diambil kesimpulan:

- Semakin lama penyinaran maka hasil degradasi semakin banyak, akan tetapi setelah mencapai waktu tertentu hasil degradasi cenderung konstan. Lama penyinaran optimum yang diperoleh yaitu 6 jam untuk *methyl violet* dan 5 jam untuk *methylene Blue*
- Reaktor fotokatalitik TiO_2/SiO_2 dengan lama penyinaran 6 jam menghasilkan persentasi degradasi *methyl violet* sebesar 81,020% dan untuk *methylene Blue* sebesar 87,61 %.
- Dari hasil karakterisasi Kristal TiO_2/SiO_2 dengan menggunakan XRD diperoleh jenis Kristal TiO_2/SiO_2 adalah campuran anatase dengan rutil, dengan ukuran kristal sebesar 19,1 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Amirullah. 2006. *Biosorpsi Biru Metilena oleh Ganggang Cokelat (sargassum binderi)*. FMIPA ITB; Bogor
- Azmi, et al. 1998. *Biodegradation of triphenylmethane dyes*. Institute of Microbial Technology, India
- Daria, C, et, al. 2010, *Crystal Violet: Study of the Photo-fading of An Early Synthetic DyeAqueous Solution and on Paper with HPLC-PDA, LC-MS, and FORS*, Journal of Physics,231 (2010)
- Donna, G.M., Jay, S., John, A., 2001, *Evaluation of Desorption/Ionization Mass Spectrometric Methods in the Forensic Application of the Analysis of Inks on Paper*, J Forensic Sci 2001: 46(6): 1411-1420.

- Fujishima, A., Hashimoto, and T. Watanabe. 1999, *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*, BKC, Inc . Japan.
- Hardeli, dkk., 2011, **Reaktor Fotokatalitik untuk Degradasi Limbah Organik**, Prosiding Seminar HKI Cab Sumatera Barat, Vol. I No. 22 Oktober 2011
- Linsebigler, A. L., Lu Guanguan and Yates Jr, T. 1995. **Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selection Result**, Chem,Rev., 95, 735-758.
- Palupi, Endang. 2006. **Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Foto elektro katalisis Menggunakan Film TiO₂**. FMIPA ITB; Bogor

DAFTAR PUSTAKA

Amirah, 2008. *Ilmu dan Teknik Kimia*. Bandung: PT. Prehalindo.

Hardeli, 2011. *Reaktor Fotokatalitik untuk Degradasi Limbah Organik*. Prosiding Seminar HKI Cab Sumatera Barat, Vol. I No. 22 Oktober 2011

Linsebigler, A. L., Lu Guanguan and Yates Jr, T. 1995. *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selection Result*. Chem,Rev., 95, 735-758.

Palupi, Endang. 2006. *Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Foto elektro katalisis Menggunakan Film TiO₂*. FMIPA ITB; Bogor

Fujishima, A., Hashimoto, and T. Watanabe. 1999. *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*. BKC, Inc . Japan.

Waktu (jam)	Warna	Kecepatan Degradasi (%)
0	Biru tua	0
1	Biru	10
2	Biru muda	20
3	Biru sangat muda	30
4	Biru sangat muda	40
5	Biru sangat muda	50
6	Biru sangat muda	60
7	Biru sangat muda	70
8	Biru sangat muda	80
9	Biru sangat muda	90
10	Biru sangat muda	100



Diagram 1. Kecepatan Degradasi Methylene Blue menggunakan Film TiO₂ sebagai katalis. Grafik menunjukkan bahwa pada waktu 0 jam, konsentrasi Methylene Blue adalah 100%. Setelah 10 jam, konsentrasi Methylene Blue telah mencapai 0%, yang menunjukkan bahwa Methylene Blue telah terdegradasi sepenuhnya.