DEGRADASI SENYAWA RHODAMIN B SECARA SONOLISIS DENGAN PENAMBAHAN TiO_2 HASIL SINTESA MELALUI PROSES SOL-GEL

Syukri Arief, Safni dan Putri Perdana Roza
Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Andalas – Padang

ABSTRACT

Degradation of rhodamine B had been done by sonolysis method. Optimum temperature sonolysis were found of 41-50 °C. In this condition, rhodamine B 2 mg/L could be degradated around 64.04% during 6 hours sonolysis. Percentage degradation of rhodamine B enhanced by addition of TiO_2 in solution. TiO_2 was prepared with sol-gel process using titanium isopropoxide (TIP), isopropanol and dietanolamine (DEA) as precursor. It was heated on 500 °C and 700 °C in order to get TiO_2-anatase dan TiO_2-rutile. Rhodamine B 2 mg/L could be degradated around 68.48 and 90.00 % during 6 hours sonolysis on optimum temperature with addition of 0.1 g TiO_2-rutile and TiO_2-anatase, respectively.

Keyword: rhodamine B, sonolysis, sol-gel

PENDAHULUAN

Perkembangan ilmu pengetahuan dan teknologi diharapkan memberikan kita suatu keselamatan, jaminan dan kualitas hidup tinggi yang selaras dengan dunia lingkungan. Akan tetapi timbulnya berbagai permasalahan lingkungan menuntut kita melakukan suatu perubahan penting, salah satunya adalah masalah pencemaran zat warna organik pada limbah cair. Sebagian besar zat warna organik yang terdapat dalam limbah cair akan mengakibatkan masalah lingkungan yang sangat serius.

Arslan dan Balcioglu mengemukakan bahwa metoda konvensional biologi kurang efektif untuk degradasi limbah cair, karena dalam perlakuan terhadap limbah cair industri secara konvensional, zat warna organik biasanya dipindahkan dengan adsorben atau koagulasi. Akan tetapi undang-undang lingkungan yang baru menganggap adsorben yang digunakan atau lumpur sebagai limbah yang berbahaya sehingga membutuhkan pengelolaan lebih lanjut[1].

Kajian yang sedang berkembang saat ini adalah penggunaan TiO_2 untuk degradasi senyawa organik dalam limbah cair dengan metoda sonolisis[2,3]. TiO_2 adalah material yang umum digunakan karena sifatnya yang khusus: tidak larut dalam air, daya tahan dan resisten terhadap abrasi/gores. Aktifitas katalitik TiO_2 sangat dipengaruhi oleh struktur kristal, ukuran partikel, luas permukaan dan porositas. Ada tiga bentuk polimorfi dari TiO_2: anatase (tetragonal), rutile (tetragonal), brookite (ortorombik) yang ketiganya mempunyai karakteristik dan aktivitas sendiri-sendiri. Secara komersial TiO_2 harganya cukup mahal, sehingga diperlukan suatu alternatif untuk mensintesa TiO_2 di laboratorium yakni melalui proses sol-gel. Dengan mentransmisikan gelombang ultrasonik dan adanya TiO_2, banyak senyawa organik toksik yang bisa diuraikan.

Rhodamin B merupakan zat kimia berbahaya, banyak dikonsumsi baik di industri atau pun oleh masyarakat umum. Dalam bidang industri rhodamin B umum digunakan untuk keperluan pabrik tekstil dan kertas[4]. Ditemukan juga penggunaannya oleh industri kosmetik dan produsen makanan, karena rhodamin B dapat memberikan warna yang cerah, praktis digunakan dan harganya relatif murah. Oleh karena rhodamin B ini bersifat toksik, Balai Penelitian Obat dan Makanan (BPOM) melarang penggunaan rhodamin B untuk kosmetik dan makanan.

Penggunaan rhodamin B dalam industri akan mengakibatkan senyawa tersebut banyak

ISSN : 1978-628X

ditemukan dalam limbah cair hasil industri. Limbah cair hasil industri tanpa pengelolaan lebih lanjut kemudian dialirkan ke sungai-sungai yang akan dimanfaatkan oleh masyarakat untuk keperluan sehari-hari. Hal ini akan memberikan dampak yang fatal terhadap kehidupan masyarakat terutama dalam bidang kesehatan. Rhodamin B dalam tubuh dapat mengakibatkan timbulnya berbagai penyakit serius seperti kanker, gangguan fungsi hati dan kerusakan pada ginjal[4].

Mengingat tingginya tingkat toksisitas rhodamin B, maka perlu dilakukan penelitian untuk mendegradasi senyawa tersebut. Dalam penelitian ini, rhodamin B akan didegradasi dengan menggunakan metoda sonolisis dengan penambahan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel di laboratorium. Larutan rhodamin B yang telah didegradasi dianalisis dengan Spektrofotometer UV/vis untuk mengetahui jumlah rhodamin B yang berhasil didegradasi. Penelitian ini bertujuan untuk mendegradasi senyawa rhodamin B secara sonolisis dengan penambahan TiO_2 yang disintesa di laboratorium melalui proses sol-gel.

METODOLOGI PENELITIAN

Pembuatan TiO_2 Powder

Pembuatan Larutan

Isopropanol ditambahkan ke dalam zat aditif (DEA) sambil diaduk dengan stirer. Kemudian ditambahkan titanium isopropoksida 0,5 M sambil tetap distirer. Penambahan TIP dilakukan dalam aliran gas nitrogen untuk menghindari pembentukan Ti-OH (endapan putih) yang dapat mengurangi kehomogenan larutan karena TIP akan terhidrolisis oleh uap air yang ada di udara. Larutan tetap distirer selama kurang lebih 12-24 jam pada suhu kamar sampai terbentuk larutan yang homogen.

Pengeringan, Pemanasan dan Karakterisasi

Larutan homogen yang diperoleh setelah penstireran dimasukkan kedalam petridish, kemudian dipanaskan di dalam oven untuk menguapkan pelarut pada temperatur 100 - 110°C selama 2 jam, sehingga didapatkan gel titania yang kering. Gel kering dimasukkan ke dalam cawan porselen dan dipanaskan pada suhu 500 dan 700°C selama 3 jam untuk mendapatkan powder TiO_2 kristalin. TiO_2 kristalin yang telah didapatkan selanjutnya digerus sampai diperoleh powder TiO_2. Bentuk kristal dari powder TiO_2 yang didapatkan dimonitor dengan XRD yang menggunakan monokromator grafit Cu Kα dan penampakan powder secara kasar dilihat melalui foto optis dengan perbesaran 40 kali.

Pengukuran Serapan Rhodamin B

Sebanyak 1,0 g rhodamin B dilarutkan dalam 1 L akuades untuk mendapatkan larutan induk rhodamin B 1000 mg/L. Kemudian larutan induk rhodamin B 1000 mg/L diencerkan menjadi 3 variasi konsentrasi yaitu 1, 2, dan 4 mg/L. Ketiga variasi konsentrasi larutan tersebut masing-masingnya diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis.

Sonolisis Rhodamin B Pada Suhu Optimum

Dalam empat buah erlenmeyer 25 mL dimasukkan rhodamin B 2 mg/L sebanyak 25 mL dan ditutup rapat dengan alumunium foil. Selanjutnya larutan disonolisis pada suhu 41-50°C dengan variasi waktu 1, 2, 4 dan 6 jam. Hasil sonolisis kemudian diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis.

Penentuan Pemakaian Efektif TiO_2 (Hasil Sintesa Secara Sol-gel Dengan Suhu Pemanasan 500°C)

Ke dalam enam buah erlenmeyer 25 mL ditempatkan ke dalam masing-masingnya larutan rhodamin B 2 mg/L sebanyak 25 mL. Masing-masing larutan ditambahkan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dengan suhu pemanasan 500°C sebanyak 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 g dan ditutup rapat dengan alumunium foil. Selanjutnya larutan disonolisis selama 2 jam dengan suhu sonolisis 41-50°C. Hasil sonolisis disentrifus selama 15 menit untuk memisahkan TiO_2 dari larutan. Kemudian larutan diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis.

Sonolisis Rhodamin B Pada Suhu Optimum Dengan Penambahan TiO_2 (Hasil Sintesa Secara Sol-gel Dengan Suhu Pemanasan 500°C)

Sebanyak 25 mL larutan rhodamin B 2 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah erlenmeyer 25 mL. Kemudian ke dalam masing-masing larutan ditambahkan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dengan suhu pemanasan 500°C sebanyak 0,1 g dan ditutup rapat dengan alumunium foil. Selanjutnya larutan disonolisis selama 1, 2, 4 dan 6 jam dengan suhu sonolisis 41-50°C. Hasil sonolisis disentrifus selama 15 menit untuk memisahkan TiO_2 dari larutan. Kemudian larutan diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis.

Sonolisis Rhodamin B Pada Suhu Optimum Dengan Penambahan TiO_2 (Hasil Sintesa Secara Sol-gel Dengan Suhu Pemanasan 700°C)

Sebanyak 25 mL larutan rhodamin B 2 mg/L dimasukkan ke dalam empat buah erlenmeyer 25 mL. Kemudian ke dalam masing-masing larutan ditambahkan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dengan suhu pemanasan 700 °C sebanyak 0,1 g dan ditutup rapat dengan alumunium foil. Selanjutnya larutan disonolisis selama 1, 2, 4 dan 6 jam dengan suhu sonolisis 41-50°C. Hasil sonolisis disentrifus selama 15 menit untuk memisahkan TiO_2 dari larutan. Kemudian larutan diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis.

HASIL DAN DISKUSI

Pembuatan TiO_2 Powder

Pengamatan dilakukan setelah pengadukan selama 24 jam. Pengadukan ini bertujuan untuk membantu kelarutan titanium isopropoksida (TIP) dalam pelarut isopropanol dengan bantuan dietanolamin (DEA). Pengamatan secara visual terhadap larutan prekursor diketahui bahwa larutan yang terbentuk berwarna bening dan bersifat homogen. Setiap komponen bercampur dan larut dengan baik sehingga tidak ditemukan endapan dari TIP yang terhidrolisis ataupun adanya bidang batas.

Dengan homogennya larutan, diharapkan ukuran partikel yang ada dalam larutan tersebut sudah merata. Larutan prekursor dipanaskan dalam oven pada temperatur 100-110°C selama 2 jam. Pemanasan ini bertujuan untuk menguapkan pelarutnya. Isopropanol menguap pada suhu 81°C. Setelah pemanasan larutan diperoleh gel kering berwarna bening yang menempel pada dasar petridish.

Gel yang didapatkan kemudian dipanaskan pada temperatur 500 dan 700°C selama 3 jam untuk mendapatkan TiO_2. Dengan pemanasan pada suhu yang tinggi ini, struktur kompleks yang terbentuk akan terdekomposisi sehingga didapatkan kristal TiO_2. Pemanasan yang dilakukan pada suhu yang berbeda yaitu 500 dan 700°C menghasilkan TiO_2 dengan struktur kristal yang berbeda pula. Secara visual powder TiO_2 yang didapat pada suhu 500°C relatif halus dibandingkan powder yang didapatkan pada suhu 700°C.

Karakterisasi TiO_2 Yang Terbentuk Dengan XRD

Pemanasan pada temperatur 500°C menghasilkan powder TiO_2 kristalin dengan struktur anatase. Terbentuknya TiO_2 anatase ini dibuktikan dengan adanya puncak yang muncul pada pola XRD (Gambar 1.a). Puncak yang khas dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 25,4^{o}$[5] menunjukkan terbentuknya kristal tipe anatase dengan sistem tetragonal, selanjutnya akan ditulis sebagai TiO_2-anatase.

Pemanasan yang dilakukan pada suhu 700°C menghasilkan powder TiO_2 kristalin dengan struktur rutile. Terbentuknya TiO_2 tersebut dibuktikan dengan puncak yang ada pada pola XRD (Gambar 3.b). Puncak yang khas dengan intensitas yang tinggi terdapat pada sudut $2\theta = 27,5^{o}$[6] menunjukkan struktur kristal tipe rutile dengan sistem tetragonal, selanjutnya akan ditulis sebagai TiO_2-rutile.

Pengukuran Serapan Rhodamin B

Pengukuran spektrum serapan 1, 2 dan 4 mg/L rhodamin B dalam pelarut air dengan menggunakan Spektrofotometer UV/vis Shimadzu 1601 memperlihatkan puncak serapan maksimum pada panjang gelombang 553,8 nm. Dari pengukuran nilai serapan rhodamin B 2 mg/L diperoleh nilai absorbtivitas molar (ε) yang dihitung berdasarkan hukum Lambert-Beer adalah

ISSN : 1978-628X

93049,63 M^{-1} cm^{-1}. Nilai ini menunjukkan bahwa kesensitifan pendeteksian cukup tinggi.

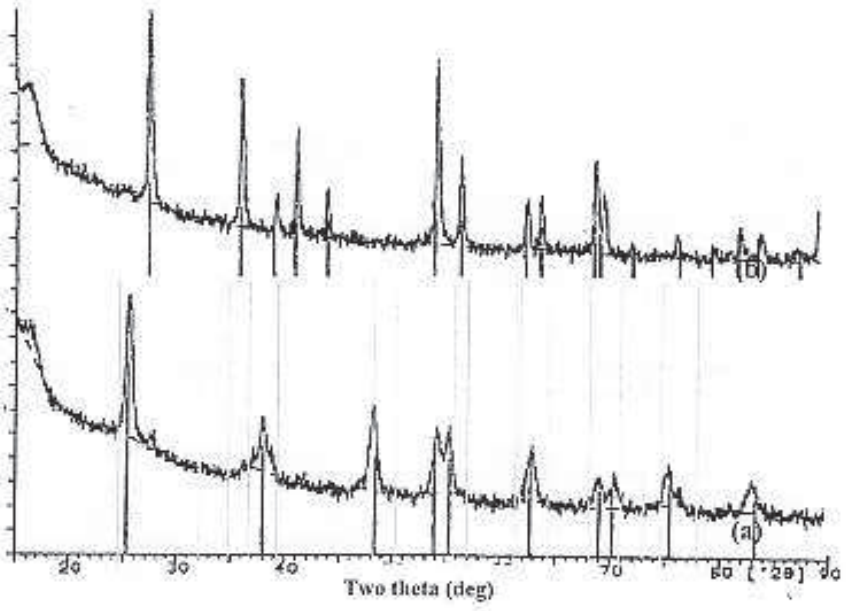
Data serapan rhodamin B dalam pelarut air pada panjang gelombang 553,8 nm untuk ketiga variasi konsentrasi.. Suhu sonolisis mempengaruhi jumlah rhodamin B yang terdegradasi, dimana suhu yang tepat dapat berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat terjadinya degradasi[2].

Penentuan suhu optimum untuk sonolisis dilakukan pada 3 variasi range suhu, yaitu dari 31-40, 41-50 dan 51-60°C. Selanjutnya dipilih range suhu tertentu yang selalu dikontrol dengan menggunakan termometer untuk proses sonolisis. Hasil degradasi larutan rhodamin B pada variasi suhu diukur spektrum serapannya dengan Spektrofotometer UV/vis. Data absorban dapat dilihat dalam Tabel 1.
Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa suhu optimum untuk terjadinya degradasi adalah suhu dengan range 41-50°C dimana persentase degradasi mencapai 41,99% setelah 2 jam sonolisis, sedangkan pada range suhu 51-60°C didapatkan persentase degradasi kembali turun menjadi 18,90%. Hal ini diperkirakan karena semakin tingginya suhu maka kecepatan reaksi juga meningkat.

Tabel 1. Serapan rhodamin B 2 mg/L setelah sonolisis dengan variasi suhu

suhu (°C)	Absorban*		% terdegradasi*	
	1 jam	2 jam	1 jam	2 jam
31 – 40	0,371	0,305	2,62	19,95
41 – 50	0,340	0,221	10,76	41,99
51 – 60	0,360	0,309	5,51	18,90

* setelah 1 jam sonolisis



Gambar 1. Pola XRD powder TiO_2 pada temperatur pemanasan (a) 500 °C dan (b) 700 °C.

Peningkatan ini akan mempercepat bergabungnya radikal OH menjadi H_2O_2, sehingga akan mengurangi efisiensi degradasi. Berdasarkan hasil yang didapatkan ini, sonolisis selanjutnya dilakukan pada range suhu optimum yaitu 41-50°C, dimana pada suhu ini jumlah radikal OH yang dihasilkan selama proses sonolisis relatif lebih banyak.

Penentuan Pemakaian Efektif TiO_2-anatase

Nilai serapan larutan hasil degradasi mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya berat TiO_2-anatase yang ditambahkan ke dalam larutan rhodamin B 2 mg/L (Tabel 2). Selama 2 jam sonolisis pada suhu 41-50°C, larutan rhodamin B terdegradasi hingga 78,48% untuk penambahan 1,0 g TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dengan suhu pemanasan 500°C (TiO_2-anatase). Dibandingkan dengan larutan rhodamin B yang mengalami sonolisis tanpa penambahan TiO_2 selama 2 jam hanya mampu mengalami degradasi sebesar 41,99%. Ini menunjukkan bahwa TiO_2 berfungsi sebagai katalis yang membantu proses degradasi rhodamin B menjadi lebih cepat yang ditandai dengan terjadinya penurunan nilai serapan pada pengukuran dengan Spektrofotometer UV/vis.

Gambar 2 memperlihatkan persentase rhodamin B yang terdegradasi setelah proses sonolisis selama 2 jam dengan variasi penambahan TiO_2-anatase. Persentase degradasi larutan rhodamin B 2 mg/L dengan penambahan TiO_2 sebanyak 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,0 g berturut-turut adalah 65,72; 66,40; 70,08; 70,60; 73,49 dan 78,48%.

Tabel 2. Serapan rhodamin B 2 mg/L setelah 2 jam sonolisis dengan variasi berat TiO_2-anatase.

Berat TiO_2-anatase (g)	Absorban
0	0,221
0,1	0,131
0,2	0,128
0,4	0,114
0,6	0,112
0,8	0,101
1,0	0,082

Berdasarkan kurva persentase degradasi larutan rhodamin B dapat dilihat bahwa pemakaian efektif TiO_2 adalah 0,1 g. Dimana pada penambahan di atas 0,1 g tidak menunjukkan perubahan yang signifikan, lagipula dengan penambahan 0,1 g saja sudah menunjukkan terjadinya penurunan nilai serapan dan persentase degradasi yang cukup besar.

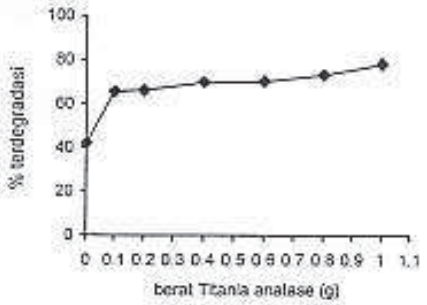
Sonolisis Dari larutan Rhodamin B Pada Suhu Optimum Dengan Penambahan TiO_2 Hasil Sintesa

Pada penelitian sebelumnya yang menggunakan TiO_2 komersil, diperoleh persentase degradasi rhodamin B 2 mg/L selama 6 jam sonolisis tanpa pengaturan suhu adalah 64,66%,[9] sedangkan dengan menggunakan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dan sonolisis pada suhu 41-50°C diperoleh persentase degradasi yang lebih besar (90,00%). Ini menunjukkan bahwa TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel memiliki efek katalitik yang lebih baik daripada TiO_2 komersil yang biasa digunakan, serta suhu terjadinya sonolisis juga akan mempengaruhi banyaknya larutan rhodamin B yang dapat didegradasi.

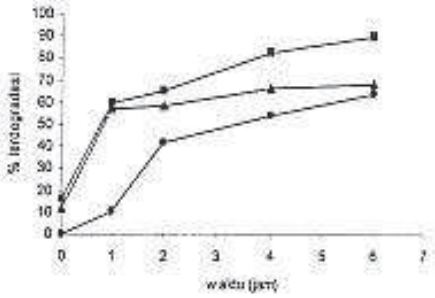
Berdasarkan pengukuran spektrum serapan larutan hasil degradasi menggunakan Spektrofotometer UV/vis, dapat dilihat perbedaan persentase degradasi Rhodamin B tanpa penambahan TiO_2 dan dengan penambahan TiO_2 hasil sintesa secara sol-gel dengan pemanasan pada suhu yang berbeda (500 dan 700°C). Setelah sonolisis selama 6 jam pada suhu 41-50°C, persentase degradasi tanpa penambahan TiO_2 adalah 64,04% dan dengan penambahan 0,1 g TiO_2-anatase adalah 90,00% sedangkan TiO_2-rutile adalah 68,48% (Gambar 3).

Persentase degradasi tertinggi diperoleh ketika sonolisis pada suhu optimum dengan penambahan TiO_2-anatase. TiO_2-anatase ini berupa powder dengan ukuran partikel yang lebih kecil dan permukaan yang lebih luas sehingga sifat katalitiknya lebih baik. Hal ini diperkuat dari informasi literatur bahwa TiO_2-anatase lebih sering digunakan sebagai katalis untuk mendegradasi zat organik toksik[5-8].

ISSN : 1978-628X



Gambar 2. Kurva persentase degradasi rhodamin B 2 mg/L vs variasi penambahan TiO_2-anatase selama 2 jam sonolisis pada suhu optimum.



Gambar 3. Kurva persentase degradasi dari rhodamin B 2 mg/L vs waktu sonolisis pada suhu optimum, dimana sonolisis tanpa penambahan TiO_2 (●), sonolisis dengan penambahan TiO_2-anatase (■) dan sonolisis dengan penambahan TiO_2-rutile (▲).

TiO_2 berperan meningkatkan efisiensi degradasi rhodamin B. Dimana ketika proses sonolisis berlangsung, terjadi pembentukan radikal OH yang berperan sebagai spesies reaktif pada proses degradasi. Dengan penambahan TiO_2 dapat meningkatkan produksi radikal OH tersebut sehingga lebih banyak rhodamin B yang berhasil didegradasi dalam waktu yang sama.

KESIMPULAN DAN SARAN

Degradasi rhodamin B dapat dilakukan dengan menggunakan metoda sonolisis pada suhu optimum 41-50°C. Secara kuantitatif, persentase degradasi rhodamin B 2 mg/L setelah sonolisis selama 6 jam pada suhu optimum adalah 64,04%. Proses degradasi rhodamin B dapat berlangsung lebih cepat dengan penambahan TiO_2. TiO_2 dapat disintesa melalui proses sol-gel dengan menggunakan titanium isopropoksida (TIP), isopropanol dan dietanolamin (DEA) sebagai bahan dasar. Persentase degradasi rhodamin B 2 mg/L selama 6 jam sonolisis pada suhu optimum dengan penambahan 0,1 g TiO_2-rutile adalah 68,48% sedangkan dengan penambahan 0,1 g TiO_2-anatase adalah 90,00%.

Berpedoman pada penelitian yang telah dilakukan, maka disarankan untuk dapat menentukan faktor kondisi sonolisis lainnya seperti waktu efektif, agar rhodamin B dapat terdegradasi sempurna, serta menganalisis senyawa hasil degradasi rhodamin B secara kualitatif dan kuantitatif dengan melakukan penelitian lanjutan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Kuo W.S., Ho, P.H., 2001, Solar Photocatalytic Decolorization of Methylene Blue in Water, *J. Chemosphe.*, 45: 77-83.
2. Stock L.N., Jullie Peller, Vinadgopal, Prashant V.K, 2000, Combinative Sonolysis & Photocatalysis for Textile Dye Degradation, *J. Environ. Sci. Technology.*, 34: 1747-1750.
3. Entezar M.H, Abbas Hesmati, Ali Asafraz-Yazdi, 2005, A Combination of Ultrasound and Inorganic Catalyst : Removal of 2-Chlorophenol From Aqueous Solution, *Ultrasonics Sonochemistry.*, 12: 137-141.
4. U.S., Departement of Labor Occupational Safety and Health Administration, Rhodamin B, http://www.osha.gov.
5. Lisebigler A.L., Guangquen Lu, John T.Yates, Jr, 1995, Photocatalysis on TiO_2 Surface : Principles, Mechanishm and Selected Results, *Chem Rev.*, 95: 735-758.
6. Horikoshi S., Hisao H., 2002, Environmental Remediation by An

Integrated Microwave/UV Illumination Method. 1. Microwave-assisted Degradation of Rhodamine B Dye in Aqueous TiO_2 Dispersion, *J. Environ. Sci. Tech.*, 36: 1357-1366.

7. Lachhet, H., Eric Puzenat, Ammar, H., Mohamed K., Elimame E., Chantal, G., Jean-Marie H., 2002, Photocatalytic Degradation of Various Type of Dyes (Alizarin S, Crocein Orange G, Methyl Red, Congo Red, Methylene Blue) in Water by UV-Irradiated Titania, *Applied Catalysis B : Environmental* 39: 1167-1170.
8. JCPDS, 1997, International Centre of Diffraction Data, V.1, 30: 29-1360.
9. Aprilyanti, N., 2005, Degradasi Rhodamin B Secara Sonolisis yang Telah Ditambahkan TiO_2-Anatase, Skripsi, Kimia FMIPA Unand, Padang.

 ISSN : 1978-628X