MASALIQ
Jurnal Pendidikan dan Sains

e-ISSN : 2808-8115
p-ISSN : 2809-1051

Terindeks : Dimensions, Scilit, Lens, Crossref, Garuda, Google Scholar, Base, etc

https://doi.org/10.58578/masaliq.v4i1.2475

FOTOKATALIS TITANIUM OKSIDA (TiO2) DOPING TEMBAGA (Cu) MENGGUNAKAN METODE SOL GEL UNTUK FOTOTRANSFORMASI ZAT WARNA METHYLENE BLUE

Copper (Cu)-Doped Titanium Dioxide (TiO2) Photocatalyst Using Sol-Gel Method for Phototransformation of Methylene Blue Dye

Ghoury Kharisma Anjali & Rahadian Zainul
Universitas Negeri Padang
ghourykharisma@gmail.com; rahadianzmsiphd@fmipa.unp.ac.id

Article Info:

Submitted:	Revised:	Accepted:	Published:
Dec 25, 2023	Dec 31, 2023	Jan 5, 2024	Jan 7, 2024

Abstract

Methylene blue is a heterocyclic synthetic dye used in the textile industry, but it has a negative impact on water quality and the surrounding environment. This research aims to degrade Methylene blue using a photocatalytic method. The catalyst used for degradation is TiO2 doped with 10% Cu. In this research, the degradation process uses 25 watt Uv light using a reactor. The degradation process was carried out by varying stirring at a speed of 1500 rpm and without stirring at 30, 60, 90 and 120 minutes. The degradation results were measured using a UV-Vis spectrophotometer to see the absorbance before and after degradation, and FTIR to see the shift in compound bonds. The results of this research showed that degradation using stirring had a higher percentage of degradation than without stirring. The maximum degradation percentage obtained in the research was 92.31% with a stirring speed of 1500 rpm for 120 minutes of exposure.

Keywords *: Methylene blue, photocatalyst, Cu doped TiO2 10%, Degradation.*

Abstrak: Methylene blue adalah pewarna sintetis heterosiklik yang digunakan dalam industri tekstil, namun memiliki dampak negatif pada kualitas air dan lingkungan sekitarnya. Penelitian ini bertujuan untuk mendegradasi Methylene blue menggunakan metode fotokatalitik. Katalis yang digunakan

Jurnal Masaliq is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License

untuk degradasi adalah TiO2 yang dicampur dengan 10% Cu. Dalam penelitian ini, proses degradasi menggunakan lampu UV 25 watt dengan menggunakan reaktor. Proses degradasi dilakukan dengan variasi pengadukan pada kecepatan 1500 rpm dan tanpa pengadukan selama 30, 60, 90, dan 120 menit. Hasil degradasi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk melihat absorbansi sebelum dan setelah degradasi, dan FTIR untuk melihat pergeseran ikatan senyawa. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa degradasi dengan pengadukan memiliki persentase degradasi yang lebih tinggi daripada tanpa pengadukan. Persentase degradasi maksimum yang diperoleh dalam penelitian ini adalah 92,31% dengan kecepatan pengadukan 1500 rpm selama 120 menit paparan.

Kata Kunci: Methylene blue, fotokatalis, Cu-doped TiO2 10%, degradasi.

PENDAHULUAN

Industri tekstil menghasilkan limbah seperti zat warn acai yang beracun dan berbahaya bagi organisme air serta kesehatan manusia. Zat warna tekstil ini sebagian besar membuat senyawa azo serta turunanya ialah gugus benzen (Tran , 2020).



Gambar 1. Struktur *Methylene blue*

Satu dari zat warna dipergunakan di industri tekstil ialah *methylene blue,* senyawa ini memiliki struktur benzena yang susah terurai secara alamiah, bersifat toksik, karsinogenik, serta mutagenik (Kram, 2022). *Methylene blue* di industri tekstil merupakan zat warna thiazine yang umumnya dipakai, sebab harganya ekonomis serta praktis didapatkan. Zat rona ini ialah pewarna dasar yang dipakai dalam pewarnaan kain dan kulit. Pemakaian *methylne blue* ini membawa dampak negatif berupa iritasi saluran pencernaan bila tertelan dan kerusakan kulit akibat iritasi (Bilal, 2020).*Methylene blue* mempunyai rumus kimia $C_{16}H_{18}CIN_3S$, Biasanya, *methylene blue* dipakai untuk zat warna sutra, wol, tekstil, kertas, alat-alat tulis kantor, serta produk kosmetik. *Methylene blue* seperti kristal warnanya hijau gelap (Jungxiang, 2021).

Berdasarkan dampak yang ditimbulkan dari penggunaan *metyhlene blue* ini, menjadikan alasan mengapa pentingnya menghilangkan zat warna ini dari perairan. Terdapat beberapa metode yang bisa di terapkan dalam mengatasi masalah limbah cair zat warna ini seperti teknik klorinasi, biodegradasi, dan ozonasi (Miroslav, 2016). Semua cara itu perlu biaya yang

relatif mahal, akibatnya kurang efisien digunakan. Suatu metode yang murah dan cukup praktis untuk digunakan adalah dengan menggunakan metode fotodegradasi, metode ini dapat digunakan untuk menguraikan zat warna menjadi komponen yang lebih sederhana sehingga bisa dibuang ke lingkungan. Proses ini dibantu dengan katalis seperti : TiO_2, ZnO, Fe_2O_3, CdS dan lainnya (Amir, 2022).

Penelitian ini menggunakan katalis TiO, sebab TiO memiliki daya absorpsi yang lebih baik dan lebih efisien sebagai fotokatalis pada larutan berair. TiO merupakan semikonduktor anorganik yang tidak berbahaya serta stabilitas termal baik. Energi celah *band gap* TiO adalah 3,2 eV (Xiangyan, 2022). Energi ikatan disuhu ruang yaitu 60 meV, struktur TiO_2 yang stabil yaitu Anatase. Oleh sifatnya yang multifungsi, praktis pada proses produksi dan biaya yang digunakan relatif rendah, banyak penelitian yang telah dilakukan logam dengan logam maupun di doping dengan senyawa non logam (Lalitha, 2022). *Band gap* energi yang memiliki energi tinggi, sehingga eksitasi elektron pada TiO dapat terjadi ketika menyerap cahaya dengan panjang gelombang <368 nm. Eksitasi elektron yang terjadi akan menghasilkan radikal hidroksida (●OH) sebagai agen pendegradasi *methylene blue, s*ehingga dalam pemakaian TiO dalam menguraikan *methylene blue* dilangsungkan dengan cahaya UV.

Degradasi *methylene blue* dengan menggunakan cahaya UV memiliki beberapa kelemahan yakni biaya yangrelatif mahal, serta cahaya UV yang berbahaya ketika terpapar kulit. Pada penelitian ini, kami mencoba mendegradasi *methylene blue* dengan menggunakan cahaya UV (Eng Xu, 2022). Untuk mendegradasi *methylene blue* menggunakan cahaya Uv, maka TiO harus memiliki *band gap* energi yang lebih rendah.

Upaya menurunkan nilai energi celah pita dari TiO yaitu didoping dengan ion logam. Dengan meningkatkan konsentrasi doping TiO, tingkat energi akan berubah, akibatnya dapat meningkatkan sifat fisik dan sifat optic dari semikonduktor TiO (Isha, 2022). Pada penelitian ini, TiO didopingdengan ion logam tembaga (Cu^{2+}), ion logam tembaga (Cu^{2+}) diketahui dapat menurunkan band gap energi TiO [10]. Logam Cu memiliki konduktivitas yang tinggi, murah, dan banyak tersedia (Hankun, 2022).

Teknik sol gel merupakan cara sederhana untuk mensintesis nanopartikel. Prosesnya melibatkan dua tahap, pembentukan sol dan gel. Proses gel dimulai menggunakan pembentukan koloid yang mempunyai padatan tersuspensi didalam larutannya (Wenjie, 2022). Kemudian sol ini berubah fase menjadigel, ialah koloid yang mempunyai fraksi padat yang lebih besar dari pada sol. Gel akan mengeras yang jika di panaskan hingga membentuk

serbuk (Zhang, 2022). Nanopartikel yang sudah dipreparasi diuji kristalinitasnya dengan *XRD* dan *UV-Vis DRS* untuk melihat energi celah pitanya (Althamthami, 2023).

METODE

1. Alat dan Bahan

Pada penelitian ini alat yang digunakan yaitu: Gelas kimia, Gelasukur, gelas kimia, labu ukur 1000 ml dan 10 ml, *magnetic-stirrer*,cawan porselen, pipet tetes,batang pengaduk, spatula, lampu Uv 25 watt, Reaktor, spektrofotometer UV-Vis, XRD, UV-DRS, FTIR. Bahan yang digunakan Methylene blue, TiO, isopropanol, aluminium foil, tembaga (II) asetat monohidr, MEA (monoethanolamine).

2. Prosedur Kerja

a. Preparasi katalis TiO_2 – Cu menggunakan metode sol-gel

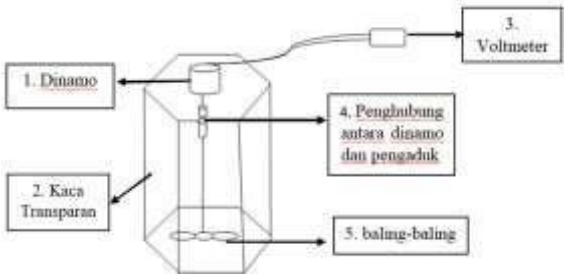
2,743 gram TiO_2 dilarutkan pada 50 mL isopropanol digelas kimia 100 mL, ditutup menggunakan aluminium foil, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirer* sekitar 45 menit. Ditambahkan tembaga (II) asetat monohidrat diaduk menggunakan *magnetic stirer* sekitar 45 menit. Ditambahkan *monoethanolamine* 1,4 mL, pengadukan diteruskan sekitar 90 menit. Kemudian didapatkan sol, dan dibiarkankan 1 malam, kemudian dipindahkan kedalam cawan penguap, dioven suhu 90^{o}C. Selanjutnya dikalsinasi disuhu 400^{o}C selama 1 jam. Hasil diletakkan didesikator dan digerus sehingga berbentuk serbuk. TiO_2-Cu yang sudah dipreparasi, diuji dengan XRD dan UV-Vis DRS.

b. Pembuatan larutan methylene blue 10 ppm

Methylene blue diambil sebesar 0,1 gram, dilarutkandengan aquades pada gelas kimia 250 mL, kemudian diencerkan pada labu ukur sampai tanda batas 1000 mL. Kemudian *methylene blue* yang sudah dipreparasi dianalisa menggunakan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat panjang gelombang maksimum dan absorbansi awal larutan t tersebut.

c. Desain Reaktor

Desain reactor yang digunakan untuk tempat degradasi *methylenen blue* yang dibuat dengan bentuk segi enam dilengkapi dengan pengaduk dengan variasi kecepatan pengadukan 1500 rpm. Reaktor ini terbuat dari kaca transparan sehingga memudahkan cahaya UV masuk kedalam *reactor* ini yang berguna dalam mendegradasi *methylene blue.*



Gambar 2. Desain reaktor

d. Degradasi methylene blue memakai katalis TiO-Cu 10% pengadukan 1500 rpm

Degradasi *methylene blue* dilakukan menambahkan 0,1 gram TiO_2-Cu 10% kedalam reaktor. Ditambahkan sebanyak 200 mL larutan *methylene blue* 10 ppm, kemudian disinari dengan cahaya Uv menggunakan variasi lama waktu penyinaran selama 30, 60, 90 dan 120 menit. Hasil degradasi dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat absorban hasil degradasi dan dicari %D (degradasi).

e. *Degradasi methylene blue memakai katalis TiO-C u 10% tanpa pengadukan*

Degradasi *methylene blue* memakai katalis *TiO_2-Cu* 10% dilakukan menambahkan 0,1 gram *TiO_2-Cu* 10% kedalam reaktor. Ditambahkan sebanyak 200 mL larutan *methylene blue* 10 ppm, kemudian dsinari dengan cahaya Uv menggunakan variasi lama waktu penyinaran selama 30, 60, 90 dan 120 menit. Hasil degradasi dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat absorban hasil degradasi dan dicari %D (degradasi).

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Preparasi TiO2 terdoping Cu menggunakan metode sol gel

f. TiO_2 terdoping tembaga (Cu) dipreparasi dengan TiO_2 sebagai prekursor serta Cu (II) asetat monohidrat sebagai bahan pendoping. TiO_2 dilarutkan dengan 50 ml isopropanol dan diaduk dengan *magnetic stirrer* sekitar 45 menit. Ditambahkan MEA 1,4 ml kemudian dilanjutkan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* sekitar 90 menit dan didapatkan sol yang berwarna biru, warna biru diperoleh dari Cu yang terdistribusi pada TiO. Sol didiamkan satu malam dan dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C, tujuannya yaitu untuk menguapkan pelarut yang nantinya akan membentuk gel yang berwarna biru pekat. Gel yang terbentuk kemudian dikalsinasi menggunakan furnance selama 1 jam pada suhu 400°C, tujuannya untuk mendapatkan powder dari nanopartikel

TiO_2-Cu dan untuk menghilankan pengotor organik. TiO_2-Cu yang didapatkan dikarakterisasi dengan XRD dan Spektrofotometri UV-DRS.

2. *Karakterisasi katalis TiO doping Cu*

a. *XRD (X-ray diffraction)*

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk mendapatkan memperoleh struktur nano TiO_2-Cu. Pola difraksi nano TiO_2-Cu 10% bisa diperhatikan di Gambar 4 berikut Pengujian XRD didapatkan struktur anatase dengan ukuran partikel TiO_2-Cu 10% didapatkan sebesar 4,63 nm, ukuran ini akan memaksimalkan peranan katalis, sebab katalis yang berskala nanometer bisa memperbesar luas permukaan katalis yang kontak dengan sampel. Ukuran kristal yang diperoleh ini, termasuk dalam kristal ukuran nano, sebab ukuran kristal berkisar antara 0-100 nm, ini membuktikan bahwa katalis TiO_2 sudah tercapai didoping menggunakan Cu.

b. *UV-Vis DRS (UV-Vis Reflectance Spectroscopy*)

Pengujian UV-Vis DRS bertujuan mendapatkan *bandgap* dari TiO_2-Cu 10%. Nilai *band gap* semikonduktor memiliki pengaruh terhadap kerja dari semikonduktor dalam menghasilkan elektron dan *hole* (lubang). Nilai energi celah pita bisa dihitung memakai persamaankubelka-Munk. Nilai *band gap* TiO_2-Cu 10% yang didapatkan adalah 1,12 eV

c. *Pembuatan larutan methylene blue 10 ppm*

Methylene blue di preparasi dengan konsentrasi 10 ppm. Karakterisasi memakai spektrofotometer UV-Vis untuk menentukan panjang gelombang maksimum *methylene blue*, diperoleh pada 665 nm. Panjang gelombang maksimum dipakai untuk menentukan absorbansi sebelum dan sesudah didegradasi. Hasil pengukuran didapatkan % degradasi dari *methylen blue* dengan rumus sebagai berikut:

$$\% D = \frac{A0 - At}{A0} x\ 100\%$$

A_0 (cm^{-1}) adalah absorbansi awal dan A_t (cm^{-1}) adalahabsorbansi setelah degradasi diwaktu t

d. *Degradasi methylene blue menggunakan TiO2-Cu 10% dengan pengadukan 1500 rpm*

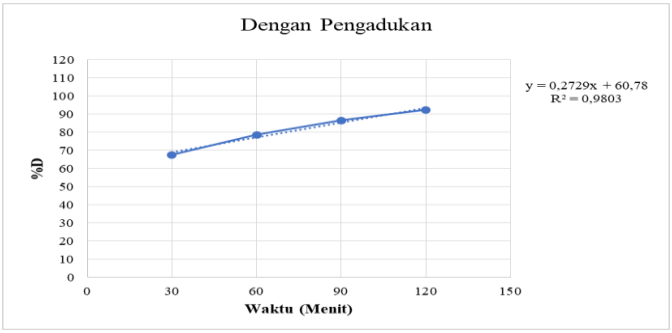
e. Degradasi *Methylene blue* menggunakan pengadukan 1500 rpm dengan bantuan sinar lampu Uv variasi waktu penyinaran 30, 60, 90 dan 120 menit. Lampu Uv yang digunakan 25 watt memberikan hasil yang berbeda dengan degradasi yang tidak

menggunakan pengadukan (0 rpm). Degradasi dengan menggunakan pengadukan akan bereaksi cepat dengan radikal hidroksida yang berperan sebagai memutus ikatan dari *Methylene blue* sehingga akan terurai. Reaksi degradasi secara sempurna akan menghasilkan H_2O dan CO_2. Sebelum didegradasi (0 jam) larutan *Methylene blue* diukur terlebih dahulu absorbansi sebesar 0,2211 A. Tujuan pengukuran untuk melihat perbandingan Methylene blue sebelum dan sesudah degradasi, sehingga didapatkan persentase degradasi *Methylene blue*. adapun hasil degradasi yang didapatkan dengan menggunakan pengadukan 1500 rpm pada table 3 berikut :

Tabel 1. Degradasi methylrnr blue dengan pengadukan 1500 rpm

Waktu (menit)	Abs	%Degradasi	konsentarsi degradasi
30	0.716 A	67.61%	6.76 ppm
60	0.0472A	78.65%	7.86 ppm
90	0.030A	8643%	8.64 ppm
120	0.017 A	92.31%	9.21 ppm

Degradasi *Methylene blue* dengan pengadukan 1500 rpm untuk melihat adanya pengaruh pengadukan. Table 3 diatas menunjukan persentase degradasi dengan variasi waktu 30, 60, 90 dan 120 menit adalah sebesar 67.61 %, 78.65 %, 86.43 %, 92.31% yang relative besar dibandingkan dengan tanpa pengadukan (0 rpm)



Gambar 3. Grafik degradasi methylene blue dengan pengadukan

Gambar 3 menunjukan grafik degradasi methylene blue, menunjukan terjadinya peningkatan persentase degradasi dengan pengadukan 1500 rpm. Pengaruh pengadukan dalam proses degradasi memberikan radikal hidroksil yang lebih merata. Proses degradasi memakai fotokatalis baik dengan pengadukan maupun tanpa pengadukan mempunyai prinsip yang sama. Proses fotokatalis ini terjadi diwaktu sinar mengenai bagian atas permukaan katalis

yang menyebabkan terbentuknya *hole* (lubang) dipita valensi dan electron akan terletak dipita konduksi yang kemudian dikenal dengan *photo excitation state.* Hasil akhir didapatkan yaitu terbentuknya senyawa

F. *FTIR*

Karakterisasi *methylene blue* sebelum dan setelah ditambahkan katalis TiO_2-Cu menggunakan instrument FTIR. Karakterisasi FTIR digunaka untuk melihat adanya gugus fungsi yang ada dalam katalis. Prinsipnya didasarkan pada getaran ataom-atom suatu molekul, yang menghasilkan spectrum IR khas yang diperoleh dengan mengirim sinar IR melalui sampel dan menentukan gugus dari bekas yang diserap pada energy tertentu.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Konsentrasi degradasi *Methylene blue* fotokatalis TiO_2 doping Cu 10 % dapat membantu proses fototransformasi pada zat warna *Methylene blue.*
2. Pengaruh lama waktu penyinaran pada fototransformasi *Methylene blue* yaitu pada waktu 120 menit, dimana semakin lama waktu penyinaran maka konsentrasi degradasi semakin tinggi.
3. Konsentrasi degradasi methylene blue menggunakan fotokatalis TiO_2 doping Cu dengan kecepatan pengadukan 1500 rpm sebesar 9.23 ppm. Semakin tinggi kecepatan pengadukan maka konsentrasi degradasi semakin tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

Tran, Thi Hien, et al. (2020). Adsorption isotherms and kinetic modeling of methylene blue dye onto a carbonaceous hydrochar adsorbent derived from coffee husk waste. *Science of the Total Environment* 725: 138325

kram, Fatima, et al. (2022). Eminent industrial and biotechnological applications of laccases from bacterial source: a current overview. *Applied Biochemistry and Biotechnology* : 1-21.

Bilal, Muhammad, and Hafiz MN Iqbal. (2020). Ligninolytic enzymes mediated ligninolysis: an untapped biocatalytic potential to deconstruct lignocellulosic molecules in a sustainable manner. *Catalysis Letters* 150: 524-543.

an, Junxiang, et al. (2021). A review of additive manufacturing of metamaterials and developing trends. *Materials Today* 50: 303-328.

ojta, Miroslav, et al. (2016). Recent progress in electrochemical sensors and assays for DNA

damage and repair. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 79: 160-167.

rzaneh, Amir, et al. (2022). Optical and photocatalytic characteristics of Al and Cu doped TiO2: Experimental assessments and DFT calculations. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 161: 110404.

hen, Xiangyan, et al. (2022). Photocatalytic removal of antibiotics by MOF-derived Ti3+- and oxygen vacancy-doped anatase/rutile TiO2 distributed in a carbon matrix. *Chemical Engineering Journal* 427: 130945.

nanasekaran, Lalitha, et al. "The influence of heterostructured TiO2/ZnO nanomaterials for the removal of azo dye pollutant." *Chemosphere* 308 (2022): 136161.

eng, Xu, et al. (2022). Boosting interfacial charge separation and photocatalytic activity of 2D/2D g-C3N4/ZnIn2S4 S-scheme heterojunction under visible light irradiation. *Journal of Alloys and Compounds* 894: 162209.

rora, Isha, et al. (2022). Advances in the strategies for enhancing the photocatalytic activity of TiO2: Conversion from UV-light active to visible-light active photocatalyst. *Inorganic Chemistry Communications* 143: 109700.

ang, Hankun, et al. (2022). Reducing ROS generation and accelerating the photocatalytic degradation rate of PPCPs at neutral pH by doping Fe-NC to g-C3N4. *Applied Catalysis B: Environmental* 301: 120790.

hang, Wenjie, et al. (2022). Built-in electron transport channels and interfacial ions doping in BiVO4 modified with isolated Ni atoms anchored on carbon hollow matrix for boosting charge separation and transport efficiency." *Chemical Engineering Journal* 437: 135272.

hang, W., Zhang, Y., Yuan, H., Li, J., Ding, L., Chu, S., ... & Jiao, Z. (2022). Built-in electron transport channels and interfacial ions doping in BiVO4 modified with isolated Ni atoms anchored on carbon hollow matrix for boosting charge separation and transport efficiency. *Chemical Engineering Journal*, *437*, 135272.

Althamthami, Mohammed, et al. (2023). Improved photocatalytic activity under the sunlight of high transparent hydrophilic Bi-doped TiO2 thin-films. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 443: 114818