

## DEGRADASI RHODAMIN B SECARA FOTOKATALISIS DAN OZONOLISIS DENGAN PENAMBAHAN $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ , $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ , DAN $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$

Safnia<sup>a</sup>, Deliza<sup>a</sup>, Rahmayeni<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Laboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

<sup>b</sup>Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

e-mail: [safni@yahoo.com](mailto:safni@yahoo.com)

### ABSTRACT

Degradation of Rhodamin B has been done by photocatalytic and ozonolysis using  $\text{TiO}_2$ -Anatase and  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  catalysts, photocatalytic method used lamp with  $\lambda = 365$  nm and ozonolysis method used ozon reactor. Analysis of degradation result used spectrofotometer UV-Vis.  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  catalyst were characterized by XRD to determine size and structure of crystal. The solution of Rhodamin-B 2 mg/L was degraded 93,33 % without catalyst after being photolysed for 180 minutes and after adding 0,02 g  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$ ,  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  catalyst. The additional concentration in a row are 99,55 %; 99,77 %; 100 %; 100 %. The solution of Rhodamin B 2 mg/L was degraded 99,33% without catalyst after being ozonolysis for 25 minutes and after adding 0,02 g of  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$ ,  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  catalysts with the additional concentration in a row are 99,77 %, 99,77 %, 99,77 %, 100 %. So the degradation of Rhodamin B using ozonolysis method was faster than photocatalytic with catalysts and without catalyst.

**Keywords:** *Rhodamin B, Photocatalytic, Ozonolysis,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$ ,  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ .*

### PENDAHULUAN

Rhodamin B merupakan zat warna bersifat racun, apabila masuk ke dalam tubuh dapat menyebabkan berbagai penyakit seperti kerusakan ginjal, kanker, dan gangguan hati. Keberadaan rhodamin B dalam limbah cair yang berasal dari sisa proses industri perlu penanganan lebih lanjut agar tidak masuk ke dalam badan perairan yang dimanfaatkan masyarakat. Tanpa pengolahan limbah, akan berpotensi menjadi penyebab pencemaran air yang berarti menurunkan

kualitas air yang dikonsumsi oleh makhluk hidup<sup>[1,2,3,6,7]</sup>.

Beberapa penelitian sebelumnya, degradasi rhodamin B dilakukan secara sonolisis dan ozonolisis dengan penambahan katalis  $\text{TiO}_2$ -anatase. Pada penelitian tersebut dihasilkan persen degradasi sebesar 99,51 % setelah diozonolisis selama 10 menit dengan penambahan 0,1000g  $\text{TiO}_2$ -anatase. Rhodamin B terdegradasi 93,49 % setelah difotolisis 120 menit dengan penambahan  $\text{TiO}_2$ -anatase. Metoda fotolisis dengan

penambahan katalis  $\text{TiO}_2\text{-SnO}_2$ , rhodamin B dapat didegradasi sebesar 80,22 %<sup>[3-5]</sup>.

Nanopartikel  $\text{MFe}_2\text{O}_4$  (M = Logam transisi) dapat digunakan sebagai partikel yang dapat meningkatkan efek fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  karena mempunyai band gap yang lebih sempit dibandingkan  $\text{TiO}_2$ . Penambahan  $\text{M-Fe}_2\text{O}_4$  ke dalam  $\text{TiO}_2$  dengan perbandingan tertentu akan meningkatkan fotorespon dan aktifitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  pada daerah sinar tampak sehingga dapat digunakan sebagai katalis untuk senyawa-senyawa organik dalam air dengan adanya sinar UV dan sinar tampak.

Juga memiliki sifat magnet dengan adanya tambahan sifat magnetik tersebut material dapat dipisahkan dan didaur ulang untuk penggunaan selanjutnya. Hal ini bisa terjadi karena sifat magnet yang dimiliki dapat membantu proses pemisahan oleh material tersebut dengan menggunakan magnet.

Sejauh ini belum ada yang membedakan penggunaan katalis  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ , dan  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  untuk proses fotokatalisis dan ozonolisis, maka penelitian ini dibutuhkan untuk mengetahui bagaimana keefektifan dari katalis tersebut jika digunakan dalam mendegradasi rhodamin B dengan metoda fotolisis dan ozonolisis.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Bahan kimia, Peralatan dan Instrumentasi

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Rhodamin B bubuk,  $\text{TiO}_2$ -Anatase (Ishihara Sangyo, Ltd. Japan), titanium isopropoksida 97%,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  98%, etanol, dan akuades.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah lampu merkuri (Germicidal CE G13 Base 8FC11004,  $\lambda = 365$  nm, 10 watt), Reaktor ozon (Sterilizaer ozone maker Hanaco), Spektrofotometer UV-Vis (S.1000 Secomam, Sarcelles, Perancis), sentrifus dengan kecepatan 6000 rpm (Profuge Model PRF 6Kp, Korea), timbangan analitik, (AA-200, Denver Instrument Company), pengaduk,

oven, *hot plate stirrer*, furnace, dan alat-alat gelas. Karakterisasi sampel menggunakan XRD (Philip X'Pert Powder Type PW4030/60).

### Prosedur Percobaan

#### Pembuatan dan pengukuran spektrum Serapan Rhodamin B

Sebanyak 0,1000 g Rhodamin B dilarutkan dalam 100 ml akuades untuk mendapatkan larutan induk Rhodamin B 1000 mg/L. Larutan induk Rhodamin B 1000 mg/L diencerkan menjadi 1, 2, 3, 4 mg/L dan pelarut diukur spektrum serapannya masing-masing dengan spektrofotometer UV-Vis. Pada panjang gelombang 450-650 nm.

#### Pembuatan nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ , $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ , $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$

Larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  0,05 M dibuat dengan menimbang 0,404 g Fe nitrat dan dilarutkan dalam 20 mL isopropanol. Larutan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,05 M dibuat dengan menimbang 0,130 g  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan dilarutkan dalam 10 mL isopropanol. Kemudian larutan Fe nitrat dan Ni nitrat dicampur dengan perbandingan mol  $\text{Fe}:\text{M}(\text{Ni,Cu, Mn}) = 2:1$ . Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur 65 °C dengan proses stirrer yang tetap selama 30 menit. Selanjutnya pH campuran dinaikkan menjadi 6,5 dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dalam alkohol 2M, dilanjutkan dengan penambahan 20 mL akuades dan distirer selama 45 menit. Setelah itu, ditambahkan larutan TIP dalam alkohol dengan perbandingan 1 : 2 untuk TIP : alkohol setetes demi setetes ke dalam campuran dan distirer lagi pada suhu 65 °C selama 90 menit. Campuran dipanaskan pada temperatur 120 °C selama 24 jam. Setelah dipanaskan didapat campuran logam berbentuk bongkahan-bongkahan lalu digerus sampai halus dan dikalsinasi pada temperatur 500 °C selama 3 jam (didapat dari penelitian sebelumnya). Cara yang sama juga digunakan untuk pembuatan  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ .

#### Pengaruh variasi waktu, variasi katalis terhadap degradasi Rhodamin B secara Fotolisis dan Ozonolisis

Larutan Rhodamin B 2 mg/L dimasukkan ke dalam enam buah petridish masing-masing sebanyak 20 mL, kemudian didegradasi secara fotolisis dengan variasi

waktu 30, 60, 90, 120, 150, 180 menit. Larutan yang telah didegradasi diukur serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Setelah itu dilakukan perhitungan persen degradasi. Perlakuan yang sama dilakukan untuk metoda ozonolisis dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20 dan 25 menit.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pembuatan Nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ pada kondisi optimum

Partikel  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  dibuat dengan metode kopresipitasi dan menggunakan kondisi optimum yang sudah didapatkan pada penelitian sebelumnya. Bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel adalah nikel nitrat berhidrat sebagai sumber nikel, besi nitrat berhidrat sebagai sumber besi dan isopropanol sebagai pelarut. Metode kopresipitasi digunakan pada proses pengendapan garam-garam nitrat yang akan menghasilkan endapan logam berupa  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Ni}(\text{OH})_2$ . Sedangkan metode hidrolisis digunakan pada pembentukan  $\text{TiO}_2$  dari prekursornya, yaitu Titanium Isopropoksida (TIP).

Pencampuran Fe nitrat dengan Ni nitrat dilakukan dengan perbandingan 2:1. Pencampuran ini dilakukan pada suhu  $65^\circ\text{C}$  sambil di aduk. Hal ini bertujuan untuk mempercepat reaksi pelepasan logam-logam dari nitratnya, selain itu juga bertujuan agar pelarut yaitu isopropanol tidak menguap saat pemanasan.

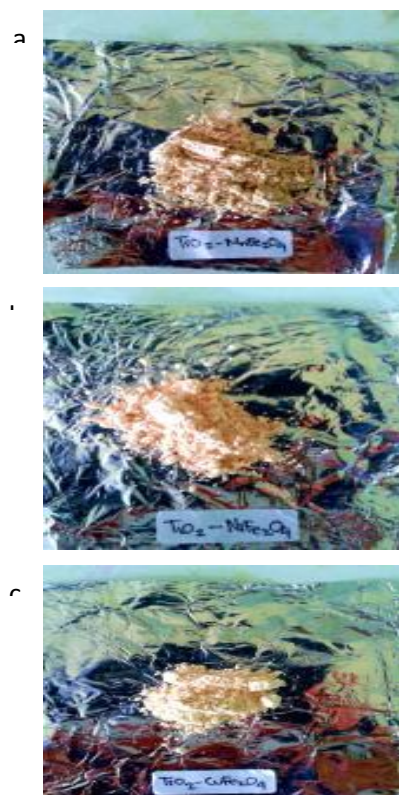
Pembentukan endapan dengan metoda kopresipitasi hidrolisis dalam penelitian ini dilakukan dengan penambahan  $\text{NH}_4\text{OH}$  2M hingga akhirnya didapatkan pH larutan menjadi 6,5. Pada saat pembuatan prekursor logam, TIP dilarutkan terlebih dahulu dengan alkohol, ini bertujuan untuk mencegah hidrolisis yang berlebihan dari  $\text{TiO}_2$ . Pada saat terbentuk gel dilakukan pengeringan sampel dengan oven pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk menguapkan air serta pengotor-pengotor lainnya. Kemudian sampel

dikalsinasi pada suhu  $500^\circ\text{C}$ . Suhu  $500^\circ\text{C}$  adalah suhu kalsinasi terbaik untuk pembentukan  $\text{TiO}_2$  dengan struktur anatase.

Gambar 1 memperlihatkan gambar katalis  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  yang dibuat dengan perbandingan 1:0,1 dan suhu kalsinasi  $500^\circ\text{C}$  merupakan kondisi optimum, partikel terlihat berwarna agak kekuningan dengan tingkat warna kekuningan yang berbeda dimana  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  agak gelap dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  dengan tingkat warna lebih terang dan bentuk serbuk halus.

### Pengukuran Spektrum Serapan Rhodamin B

Gambar 2 memperlihatkan spektrum serapan Rhodamin B dengan variasi konsentrasi 1, 2, 3 dan 4 mg/L dalam pelarut akuades, bertujuan untuk melihat nilai absorban yang baik dalam pengukuran dengan spektrofotometer. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer-UV/Vis Shimadzu 1601 pada panjang gelombang 400 – 800 nm.



**Gambar 1.** Nanopartikel Katalis yang terbentuk a)  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ , b)  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ , c)  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ .

Spektrum di atas memperlihatkan bahwa Rhodamin B memberikan serapan maksimum pada daerah panjang gelombang UV-Vis yaitu pada panjang gelombang 553,5 nm.

Kurva kalibrasi standar dapat digunakan untuk melihat kelinieran antara konsentrasi dengan absorban. Dari kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi,  $y = 0,2651x + 0,051$  dan nilai  $R^2 = 0,9977$ . Berdasarkan nilai  $R^2$  yang diperoleh terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi dengan absorban. Dalam pengerjaan selanjutnya digunakan larutan Rhodamin B 2 mg/L sebagai larutan yang akan didegradasi secara fotokatalisis dan ozonolisis, karena memberikan nilai serapan 0,450. Ini merupakan nilai serapan yang baik.

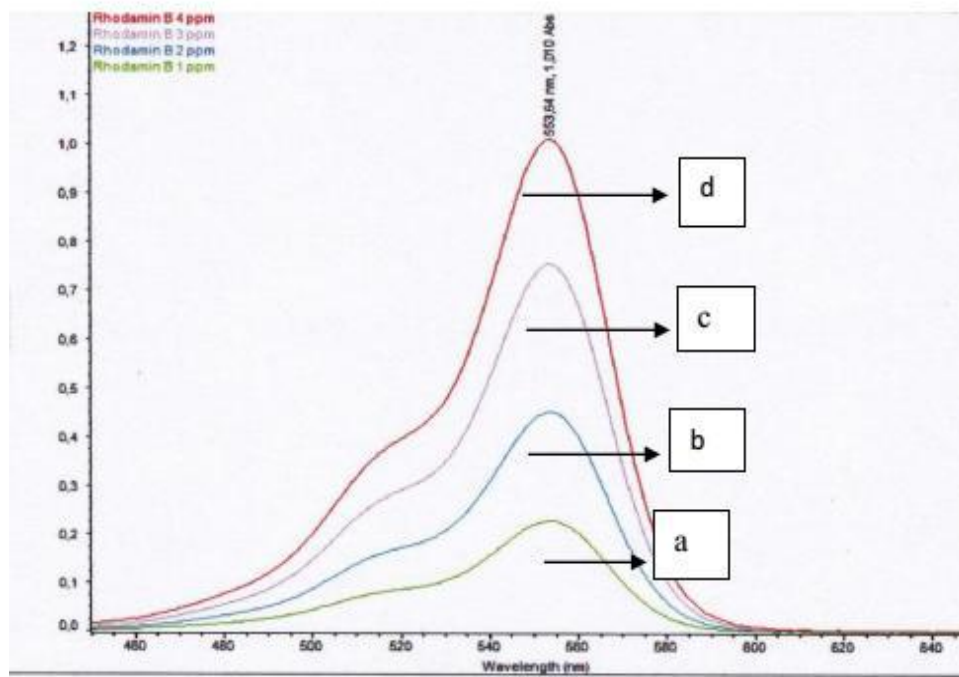
Berdasarkan nilai serapan dari Rhodamin B pada hasil pengukuran dengan spektrum UV-Vis dapat dihitung nilai absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) dari rhodamin B. Perhitungan dilakukan berdasarkan Hukum Lambert Beer, dan didapat nilai absorptivitas molar ( $\epsilon$ ) Rhodamin B adalah  $114423,861 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ . Nilai  $\epsilon$  ini menunjukkan kesensitifan

pendeteksian yang cukup tinggi. Perhitungan nilai absorptivitas dan tabel nilai serapan maksimum.

Nilai absorban berbanding lurus dengan konsentrasi Rhodamin B dimana kenaikan konsentrasi diikuti oleh kenaikan nilai absorban.

### Pengaruh Katalis Terhadap Degradasi Rhodamin B Secara Fotolisis dan Ozonolisis Tanpa Penambahan Katalis

Sinar UV yang diberikan pada larutan berair akan menyebabkan pembentukan dan pertumbuhan pada larutan. Proses kimia pada permukaan disebabkan oleh radikal hidroksil dan radikal hidrogen selama degradasi. Molekul zat terlarut pada permukaan akan diserang oleh radikal H dan radikal OH. Gambar 3 memperlihatkan hubungan perubahan persentase degradasi tanpa penambahan katalis pada Rhodamin B 2 mg/L. Pada proses ozonolisis, jarak pipa kapiler ke permukaan larutan berpengaruh terhadap degradasi senyawa organik. Semakin dekat jarak pipa kapiler ke larutan maka tekanan ozon untuk mendegradasi semakin kuat.



**Gambar 2.** Spektrum serapan Rhodamin B pada variasi konsentrasi (a) 1 mg/L, (b) 2 mg/L, (c) 3 mg/L dan (d) 4 mg/L.

Dari grafik dapat dilihat perubahan persentasi degradasi Rhodamin B 2 mg/L setelah difotokatalisis dan diozonolisis dengan variasi waktu diperoleh berupa grafik yang selalu naik dengan penambahan waktu dan penurunan absorban. Ozonolisis Rhodamin B secara langsung oleh ozon dan secara tidak langsung oleh radikal OH lebih singkat mendegradasi rhodamin B dibandingkan dengan fotokatalisis.

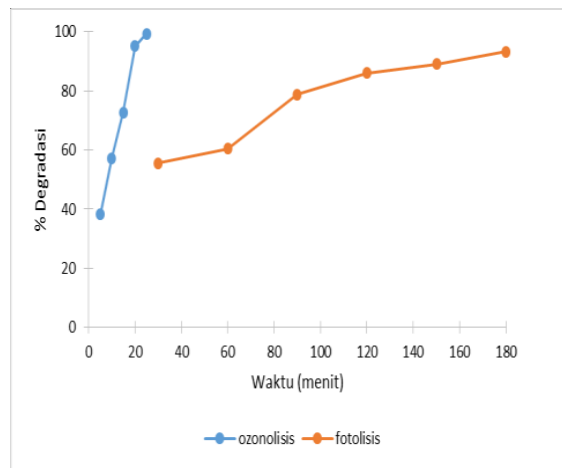
**Pengaruh Katalis Terhadap Degradasi Rhodamin B Secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatase**

Degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis dan ozonolisis dilakukan dengan interval waktu yang berbeda dan penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatase 0,02 g. Gambar 4 memperlihatkan hubungan perubahan persentasi degradasi terhadap penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatase.

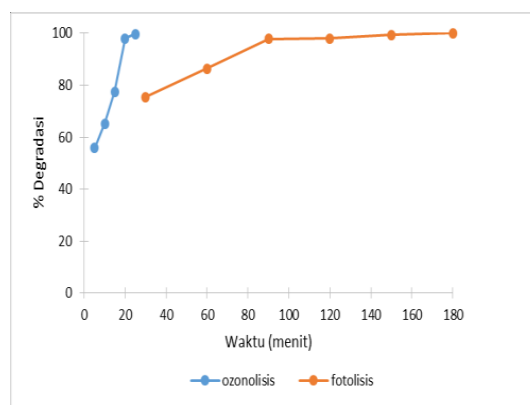
Gambar 4 dapat dilihat bahwa dengan penambahan katalis TiO<sub>2</sub>-Anatase 0,02 g semakin banyak rhodamin B terdegradasi dibanding tanpa penambahan katalis, karena semakin banyak radikal OH yang terbentuk untuk mendegradasi rhodamin B, begitupun dengan waktu yang semakin lama persentase degradasinya juga meningkat.

Ini menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub>-Anatase 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.

Diantara kedua metoda, ozonolisis relatif lebih cepat mendegradasi rhodamin B dibanding fotolisis hal ini dikarenakan ozonolisis memiliki tekanan yg lebih besar untuk mendegradasi dibandingkan dengan fotolisis.



**Gambar 3.** Pengaruh waktu fotolisis dan ozonolisis terhadap persentase degradasi Rhodamin B.



**Gambar 4.** Pengaruh waktu fotolisis dan ozonolisis terhadap persentase degradasi Rhodamin B dengan penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatase

### **Pengaruh Katalis Terhadap Degradasi Rhodamin B Secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan penambahan $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$**

Gambar 5 memperlihatkan bahwa dengan penambahan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  pada degradasi Rhodamin B terjadi peningkatan degradasi, baik secara fotokatalisis maupun ozonolisis dan menunjukkan aktifitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  lebih baik dari pada  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$ , karena energi celahnya besar, sedangkan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  memiliki energi celah lebih kecil, dimana jarak pita valensi ke pita konduksi kecil bahkan overlap, sehingga elektron dari pita valensi dapat tereksitasi ke pita konduksi lebih cepat dengan adanya energi panas atau cahaya yang mengakibatkan Rhodamin B lebih cepat dan meningkatkan persen degradasi.

Logam memiliki sifat magnetik, sehingga  $\text{TiO}_2$  dilapisi partikel magnet akan bisa didapatkan kembali setelah digunakan dalam mendegradasi.

$\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  memiliki ukuran kristal lebih besar dari  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  dan  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  yaitu sebesar 39,787 nm, dengan demikian  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  akan lebih menyebar di dalam rhodamin B di saat proses degradasi dibanding dengan ukuran kristal yang kecil lebih menumpuk sehingga  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  lebih banyak mendegradasi Rhodamin B. Penambahan katalis selama proses degradasi akan membantu memperbanyak radikal OH, jika katalis hanya menumpuk maka tidak akan banyak yang berinteraksi di dalam larutan yang nanti akan membantu dalam proses pendegradasian, dari grafik dapat dikatakan semakin banyak radikal OH yang dihasilkan semakin besar pula persen degradasi dari senyawa Rhodamin B.

### **Pengaruh Waktu Terhadap Degradasi Rhodamin B Secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan penambahan $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$**

Degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis dan ozonolisis dilakukan dengan interval waktu yang berbeda dan penambahan  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  0,02 g. Gambar 6 memperlihatkan hubungan perubahan persentase degradasi terhadap penambahan  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  0,02 g terhadap persentase degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis dan ozonolisis.

$\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  memiliki ukuran kristal lebih besar dari  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  yaitu sebesar 13,279 nm, dimana  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  akan lebih menyebar di dalam rhodamin B di saat proses degradasi dibanding dengan ukuran kristal lebih kecil hanya menumpuk dalam larutan Rhodamin B sehingga  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  lebih banyak mendegradasi Rhodamin B.  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  lebih unggul dibandingkan  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  karena  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  merupakan oksida logam, oksida Logam memiliki sifat magnetik, sehingga  $\text{TiO}_2$  dilapisi partikel magnet akan bisa didapatkan kembali setelah digunakan dalam mendegradasi dengan menggunakan logam.

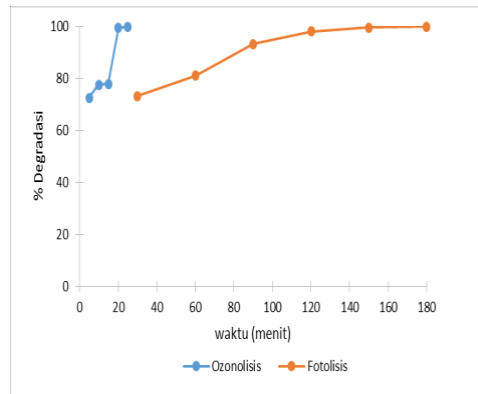
### **Pengaruh Waktu Terhadap Degradasi Rhodamin B Secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan penambahan $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$**

Gambar 7 merupakan grafik hubungan antara penambahan katalis  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  0,02 g terhadap persentase degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis dan ozonolisis.

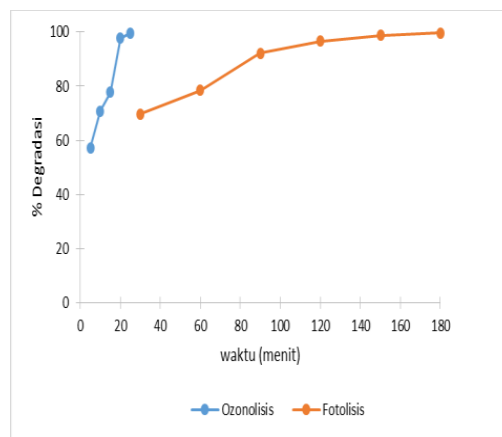
Memperlihatkan bahwa dengan penambahan  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  pada degradasi Rhodamin B terjadi peningkatan degradasi, baik secara fotokatalisis maupun ozonolisis dan menunjukkan aktifitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$  lebih baik dari pada  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$ , karena energi celahnya besar, sedangkan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  memiliki energi celah lebih kecil, dimana jarak pita valensi ke pita konduksi kecil bahkan overlap, sehingga elektron dari pita

valensi dapat tereksitasi ke pita konduksi lebih cepat dengan adanya energi panas atau cahaya yang mengakibatkan Rhodamin B lebih cepat dan meningkatkan persen degradasi. Logam memiliki sifat magnetik, sehingga  $TiO_2$

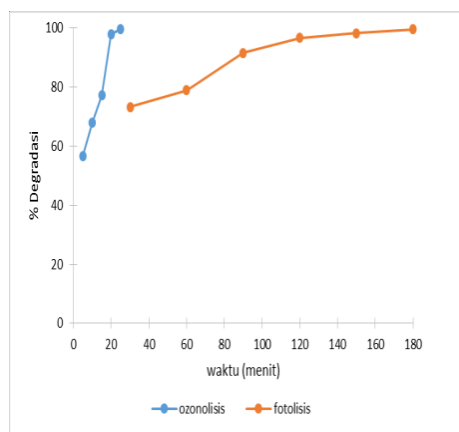
dilapisi partikel magnet akan bisa didapatkan kembali setelah digunakan dalam mendegradasi baik menggunakan bahan yang bersifat logam maupun dengan pemisahan biasa seperti disentrifus.



**Gambar 5.** Pengaruh waktu fotolisis dan ozonolisis terhadap persentase degradasi Rhodamin B dengan penambahan  $TiO_2-NiFe_2O_4$ .



**Gambar 6.** Pengaruh waktu fotolisis dan ozonolisis terhadap persentase degradasi Rhodamin B dengan penambahan  $TiO_2-CuFe_2O_4$



**Gambar 7.** Pengaruh waktu fotolisis dan ozonolisis terhadap persentase degradasi Rhodamin B dengan penambahan  $TiO_2-MnFe_2O_4$ .

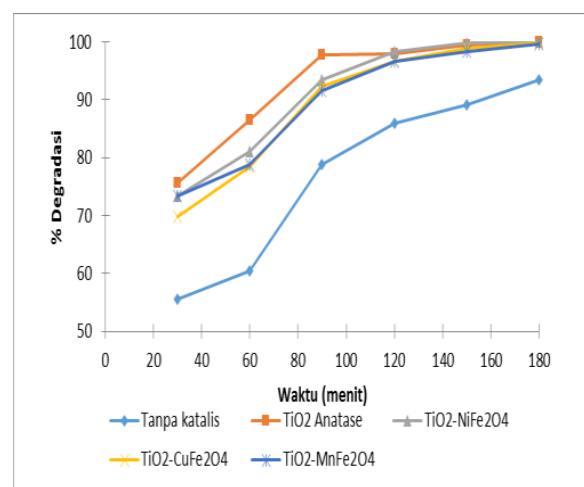
### Pengaruh Katalis pada Proses Fotolisis Terhadap persentasi degradasi Rhodamin B

Degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis dilakukan dengan variasi waktu yaitu 30, 60, 90, 120, 150, dan 180 menit. Semakin lama disinari maka persen degradasi Rhodamin B juga meningkat, karena semakin banyak radikal OH yang terbentuk untuk mendegradasi Rhodamin B.

Dapat di lihat pada gambar 8 hubungan perubahan persentasi degradasi terhadap Rhodamin B 2 mg/L tanpa penambahan dan ditambahkan katalis  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  sebanyak 0,02 g.

Pada waktu 180 menit secara berurutan tanpa penambahan katalis,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  yaitu 89,11 % ; 99,22 % ; 99,77 % ; 100 % dan 100 % setelah 180 difotolisis.

$\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ , dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  lebih unggul dari  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  karena  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ , dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  merupakan oksida logam bersifat magnet sehingga dapat diperoleh kembali setelah digunakan dalam mendegradasi dengan cara menariknya atau dengan pemisahan biasa seperti dengan cara mensentrifusnya.



**Gambar 8.** Grafik persentasi degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara fotolisis.

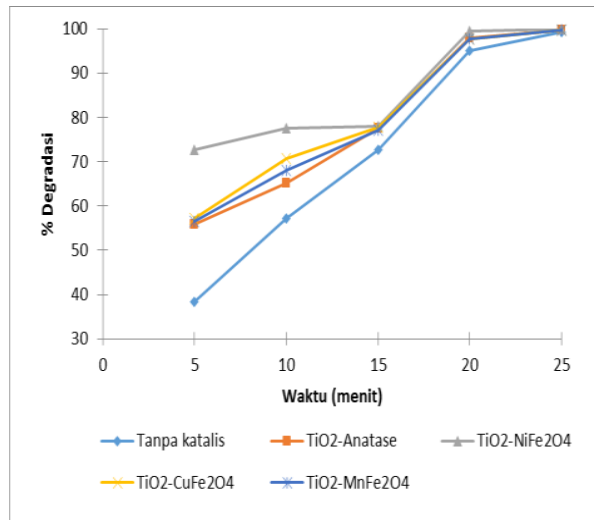
### Pengaruh Katalis pada Proses Ozonolisis degradasi Rhodamin B

Gambar 9 memperlihatkan hubungan persentasi degradasi Rhodamin B tanpa penambahan dan dengan penambahan katalis secara ozonolisis. Degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara ozonolisis dilakukan dengan variasi waktu 5, 10, 15, 20 dan 25 menit. Semakin lama waktu pengozonan maka persen degradasi Rhodamin B juga semakin meningkat. Memperlihatkan hubungan perubahan persentasi degradasi terhadap Rhodamin B 2 mg/L tanpa penambah dan ditambahkan katalis  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  sebanyak 0,02 g.

Pada proses ozonolisis, jarak pipa kapiler permukaan larutan berpengaruh terhadap degradasi senyawa organik. Semakin dekat jarak pipa kapiler ke larutan maka tekanan ozon untuk mendegradasi semakin kuat, dimana terjadi pemecahan ikatan antara C=C sehingga menghasilkan C=O.

Pada waktu 25 menit secara berurutan tanpa penambahan katalis,  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-Anatase}$  dan  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  yaitu 99,33 % ; 99,77 % ; 99,77 % ; 99,77 % dan 100 %.





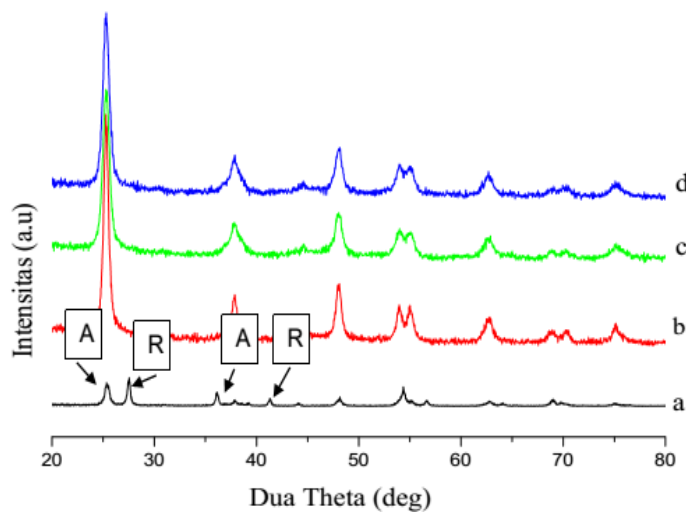
**Gambar 9.** Grafik persentasi degradasi Rhodamin B 2 mg/L secara ozonolisis.

**X-ray Diffraction (XRD)**

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui susunan atom dalam suatu material kristalin sehingga akan diketahui struktur, dan ukuran kristal.

Gambar 10 merupakan spektrum hasil pengukuran XRD dari sampel nanopartikel TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan suhu kalsinasi 500<sup>o</sup>C, perbandingan 1:0,1. Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui struktur serta ukuran kristal dari suatu material kristalin. Berdasarkan gambar 10, maka dapat ditentukan struktur kristal TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> serta katalis yang terbentuk dengan cara

membandingkan pola puncak standar masing-masing berdasarkan ICDS No 01-072-7058, dapat dilihat pada (lampiran 4). Diketahui 2θ spesifik untuk TiO<sub>2</sub>-Anatase adalah 25,294. TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan katalis yang diukur terhadap pola puncak TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>- NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> pada ICDS kristal. Puncak-puncak TiO<sub>2</sub>-Anatase yang terbentuk pada TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, TiO<sub>2</sub>-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan kemiripan dengan puncak-puncak TiO<sub>2</sub>- anatase pada ICDS tersebut, ini mengindikasikan bahwa TiO<sub>2</sub>-Anatase merupakan kristal yang memiliki struktur tetragonal.



**Gambar 10** Analisis XRD dari nanopartikel a. TiO<sub>2</sub>-Anatase, b. TiO<sub>2</sub>-NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dan c. TiO<sub>2</sub>-MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> , d. TiO<sub>2</sub>-CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> dengan suhu kalsinasi 500<sup>o</sup>C.

Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  dan  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  menunjukkan  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk adalah anatase, sementara hasil  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis  $T = 500^\circ\text{C}$  pada spektrum a menunjukkan  $\text{TiO}_2$  rutil pada  $2\theta = 27,516$  dan  $\text{TiO}_2$  anatase pada  $2\theta = 25,366$  jadi dapat dikatakan logam  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{CuFe}_2\text{O}_4$  menahan pertumbuhan rutil.

Ukuran kristal dapat diketahui dengan menggunakan metode Debye-Scherrer, dimana puncak yang tajam dengan lebar puncak yang sempit menandakan bahwa ukuran kristal besar, sedangkan puncak yang mengalami pelebaran menandakan ukuran kristal yang kecil berdasarkan perhitungan. Dengan cara memasukan data  $\theta$ ,  $\beta$ ,  $\lambda$  dan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) dari puncak dengan refleksi tertinggi yang didapatkan dari pengukuran XRD ke dalam persamaan Scherrer, maka didapatkan ukuran kristal dari  $\text{TiO}_2\text{-MnFe}_2\text{O}_4$ ,  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  dan  $\text{TiO}_2\text{-CuFe}_2\text{O}_4$  adalah 10,6207 nm, 39,787 nm dan 13,279 nm. Jadi dapat disimpulkan bahwa penambahan logam, pada dasarnya merubah sifat dari  $\text{TiO}_2$  yang dapat meningkatkan persen degradasi, dan ukuran kristal paling besar adalah  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$ .

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian, dari kedua metoda ozonolisis lebih efektif dalam mendegradasi senyawa Rhodamin B pada penambahan masing-masing katalis ataupun tanpa penambahan katalis. Degradasi zat warna Rhodamin B dilakukan dengan metoda fotokatalisis dan ozonolisis, diperoleh persen degradasi paling bagus 100 % dengan penambahan katalis 0,02 g  $\text{TiO}_2\text{-NiFe}_2\text{O}_4$  setelah difotokatalisis selama 180 menit dan 25 menit setelah diozonolisis.

## REFERENSI

1. Winarti, Andayani, Agustin, Sumartono : Aplikasi Radiasi Pengion Dalam Penguraian Limbah Industri. Radiolisis Larutan standar zat warna reaktif cibacron violet 2R, Majalah Batan, Vol XXXII No. 1/2 Januari/April 1999.
2. Safni, Fitrah Amelia, Oktanora Liansari, Hamzar Suyani, Yulizar Yusuf : Degradation of Rhodamin-B and Alizarin-S dyes by sonolysis dan fotolysis methods with  $\text{ZnO-H}_2\text{O}_2$  as catalyst. J. Ris. Kim 2009, 3(1). 76-82.
3. Safni, Titin Nofita Handa Putri, Hamzar Suyani : Degradation of Rhodamin B dyes by sonolysis and photolysis methods with addition of  $\text{TiO}_2\text{-anatase}$ . J. Sains. Tek. Far. 2008,13(1),38 – 42.
4. Syukri Arief, Safni, Putri Perdana Roza: Degradation of Rhodamin-B dyes by sonolysis method with addition of  $\text{TiO}_2$  synthesized by sol-gel process. J. Ris. Kim. 2007, 1(1), 64 – 69.
5. Safni, Maizatisna, Zulfarman, T. Sakai : Degradasi Zat Warna Naphtol Blue Black Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan  $\text{TiO}_2\text{-anatase}$ . J. Ris. Kim. 2007, 1 (1) : 43-48.
6. Safni, Umiati Loekman, Fitra Febrianti, Maizatisna : Degradation of Sudan I dyes by sonolysis and photolysis methods with addition of  $\text{TiO}_2\text{-anatase}$ . J. Ris. Kim. 2008, 1(2), 164 – 170.
7. Patrick Wilhelm, Dietmar Wilhelm : Photodegradation Of Rhodamine B in Aqueous Solution Via  $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$  Nano-Spheres, *Journal of Photochemistry and Photobiology*, Vol 185 pp. 2007, 19–25.