

SINTESIS HIJAU DAN KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL TiO₂ MENGGUNAKAN EKSTRAK DAUN KETAPANG (*TERMINALIA CATAPPA*) DAN AKTIVITAS FOTOKATALITIKNYA DALAM DEGRADASI METILEN BIRU

Erlinda Amelia^{1*}, Dina Kartika Maharani²

^{1,2} Universitas Negeri Surabaya, Gedung C5-C6 Kampus Ketintang, Ketintang, Surabaya, 60231 Indonesia
*E-mail: erlinda.20022@mhs.unesa.ac.id¹, dinakartika@unesa.ac.id²

Riwayat Article

Received: 7 September 2024; Received in Revision: 17 September 2024; Accepted: 28 September 2024

Abstract

TiO₂ nanoparticles were successfully synthesized using a green synthesis method using ketapang leaf extract as a reducing agent and stabilizing agent. The aim of this research is to make TiO₂ nanoparticles using ketapang leaf extract with varying extract volumes of 10 mL; 20 mL; 30 mL; and 40 mL, as well as to determine the characteristics of TiO₂ nanoparticles through characterization tests using FT-IR and XRD. This research uses the sol-gel green synthesis method to synthesize TiO₂ nanoparticles with ketapang leaf extract as a reducing agent and stabilizing agent. The results of the TiO₂ nanoparticle characterization test explain the size of TiO₂ crystals with variations in 10 mL ketapang leaf extract; 20 mL; 30 mL; and 40 mL, respectively are 8.5 nm; 6.8 nm; 6.3 nm; and 5.8 nm. The photocatalytic activity of 40 mL volume of TiO₂ from Ketapang leaf extract towards the degradation of methylene blue produced an optimum TiO₂ nanoparticle mass of 30 mg which successfully degraded up to 75.99%. The optimum contact time was 80 minutes which succeeded in degrading 75.99%. The optimum methylene blue concentration was 5 ppm which was successfully degraded up to 77.33%.

Keywords: *Green Synthesis, Photocatalytic, TiO Nanoparticles, Ketapang Leaf*

Abstrak

Metode sintesis hijau telah berhasil menghasilkan nanopartikel TiO₂ dengan bantuan ekstrak daun ketapang untuk agen penstabil dan pereduksi. Tujuan dari penelitian ini adalah membuat nanopartikel TiO₂ menggunakan ekstrak daun ketapang dengan variasi volume ekstrak 10 mL; 20 mL; 30 mL; dan 40 mL, serta untuk mengetahui karakteristik nanopartikel TiO₂ melalui uji karakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD. Penelitian ini menggunakan metode sintesis hijau sol-gel untuk mesintesis nanopartikel TiO₂ dengan ekstrak daun ketapang sebagai agen pereduksi dan agen penstabil. Hasil uji karakterisasi nanopartikel TiO₂ menjelaskan ukuran kristal TiO₂ dengan variasi ekstrak daun ketapang 10 mL; 20 mL; 30 mL; dan 40 mL, secara berturut-turut adalah 8,5 nm; 6,8 nm; 6,3 nm; dan 5,8 nm. Aktivitas fotokatalitik TiO₂ ekstrak daun ketapang volume 40 mL terhadap degradasi metilen biru menghasilkan massa nanopartikel TiO₂ optimum yaitu 30 mg yang berhasil mendegradasi hingga 75,99%. Waktu kontak optimum yaitu 80 menit yang berhasil mendegradasi sebanyak 75,99%. Konsentrasi metilen biru optimum 5 ppm yang berhasil terdegradasi hingga 77,33%.

Keywords: Daun Ketapang, Fotokatalitik, Nanopartikel TiO₂, Sintesis Hijau

1. Introduction

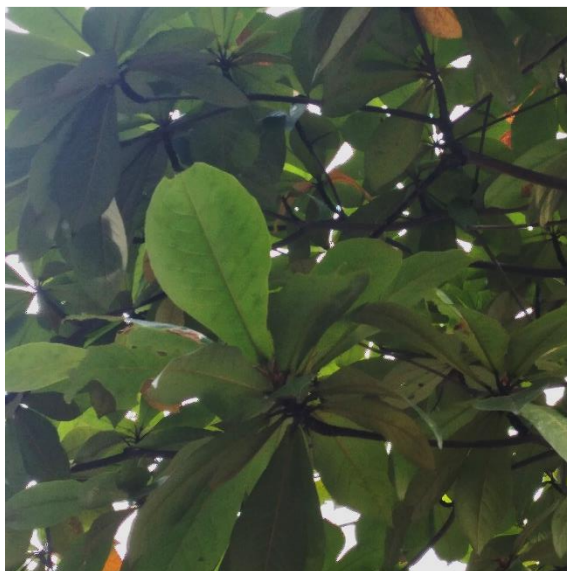
Nanopartikel adalah sebutan untuk partikel dengan ukuran kurang dari 100 nanometer. Nanopartikel dapat diperoleh dari proses sintesis secara kimia atau fisika. Proses sintesis nanopartikel secara kimia berlangsung dengan adanya reaksi kimia oleh bahan awal atau yang disebut prekursor dengan bahan-bahan sintesis lain hingga menghasilkan material yang berukuran nanometer. Secara fisika, proses sintesis terjadi tanpa reaksi kimia, itu terdiri dari pemecahan bahan besar menjadi bahan yang memiliki ukuran nanometer, atau bahan sangat kecil yang bergabung menjadi bahan berukuran nanometer (Rosalin & Yasser, 2017). Kedua metode sintesis tersebut dalam prosesnya memiliki kelemahan yaitu memerlukan suhu yang tinggi, bahan-bahan yang mahal atau beracun yang dapat membahayakan lingkungan (Sari et al., 2017).

Sintesis hijau nanopartikel adalah proses kimia yang dapat mengurangi penggunaan bahan kimia yang berbahaya bagi lingkungan. Kimia hijau atau *green chemistry* berfokus menghasilkan produk tanpa menghasilkan produk sampingan yang bahaya ketika proses reaksi kimia berlangsung (Safaat & Wulandari, 2021). Sintesis hijau adalah metode sintesis yang terjangkau dalam segi biaya dan tidak berbahaya karena

pada peoses sintesinya menggunakan seperti mikroorganisme, material biomolekul, ekstrak tanaman yang digunakan sebagai zat penstabil sehingga dapat membantu meminimalisir terbentuknya limbah berbahaya serta mengontrol ukurannya.

Nanopartikel TiO_2 merupakan partikel titanium dioksida yang berukuran kecil dan dalam skala nano. Material ini memiliki peran dalam berbagai bidang seperti bidang teknologi, kesehatan, dan lingkungan. TiO_2 mempunyai tiga fase kristal diantaranya: rutil (tetragonal), anatase (tetragonal), dan brookite (ortorombik). Sifatnya tidak beracun, stabil, tidak berbahaya, dan murah, TiO_2 anatase adalah material nanopartikel yang bagus. Berdasarkan ukuran, rutil mempunyai ukuran kristal > 35 nm, brookite antara 11 dan 35 nm, dan anatase lebih stabil kurang dari 11 nm (Okto & Munasir, 2023). Pembuatan nanopartikel TiO_2 , beberapa prekursor yang dapat digunakan yaitu TTIP (titanium-isopropoxide), $\text{Ti}(\text{O}i\text{Bu})_4$ (*titanium butoxide*), TiCl_4 (*titanium tetrachloride*) TTIP sering digunakan dalam proses sintesis nanopartikel karena TTIP mudah mengalami hidrolisis dalam kondisi asam atau basa, dimana proses hidrolisis ini merupakan langkah penting dalam pembentukan nanopartikel TiO_2 , memungkinkan kontrol yang baik terhadap ukuran dan morfologi nanopartikel. TTIP juga dapat dilarutkan dalam pelarut organik, sehingga memudahkan proses sintesis dan memastikan distribusi yang merata dari prekursor. TiO_2 dapat disintesis dengan beberapa metode, antara lain seperti metode sol-gel, teknik sputtering, kalsinasi suhu tinggi pada atmosfer yang mengandung nitrogen, dan metode hidrotermal (Okto & Munasir, 2023).

Terpenoid, polifenol, gula, alkaloid, asam fenolik, dan protein adalah beberapa senyawa yang dapat digunakan untuk membuat nanopartikel (Rosalin & Yasser, 2017). Beberapa ekstrak alami yang telah dimanfaatkan untuk membuat nanopartikel dalam penelitian sebelumnya, termasuk ekstrak kedelai, getah karaya, ekstrak kulit kayu, ekstrak daun juwet (Sethy et al., 2020), ekstrak kulit lemon (Nabi et al., 2021), dan ekstrak bunga (Safaat & Wulandari, 2021). Tanaman memiliki berbagai senyawa fitokimia yang umum digunakan dan murah untuk sintesis bahan nano. Senyawa fitokimia juga memiliki peran yang penting dalam aktivitas fotokatalis, membantu dalam reaksi oksidasi dan mempersingkat waktu fotokatalis pada zat warna organik. *Terminalia catappa* yang sering dikenal sebagai ketapang, merupakan tanaman yang dapat digunakan sebagai bioreduktor dalam sintesis hijau. Flavonoid, alkaloid, saponin, dan fenolik merupakan beberapa zat metabolit sekunder yang ditemukan dalam daun ketapang. Kandungan flavanoid ekstrak daun ketapang termasuk bahan aktif yang dapat berperan ketika proses reduksi Titanium Isopropoksida menjadi nanopartikel TiO_2 (Rosalin & Yasser, 2017).

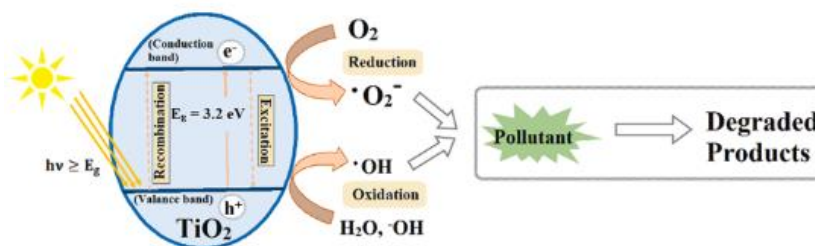


Gambar 1. *Terminalia catappa*

Flavonoid pada yang terkandung dalam daun ketapang (Salimi et al., 2022) dapat berperan sebagai *capping* pada proses pembentukan nanopartikel TiO_2 agar tidak terjadi penggumpalan, sehingga ukuran nanopartikel stabil (Vijayakumar et al., 2018). *Capping agent* merupakan molekul pengikat yang digunakan untuk menghasilkan nanopartikel yang sangat kecil. Sifat amfifilik agen penutup terdiri atas gugus kepala polar dan ekor hidrokarbon nonpolar. Mbenga (2023) pada penelitiannya menggunakan senyawa dari ekstrak *Tulbhagia violacea* untuk mesintesis nanopartikel TiO_2 dan dihasilkan fasa kristal anatase dan ukuran kristal yang kecil akibat dari penambahan ekstrak. Rosalin & Yasser (2017) menggunakan 10 mL ekstrak daun ketapang menghasilkan nanopartikel TiO_2 dengan ukuran kristal 8,5 nm. Muthuvel (2021) berhasil mesintesis nanopartikel TiO_2 dengan ukuran kristal sebesar 9,93 nm menggunakan 22 mL ekstrak.

Nanopartikel TiO₂ memiliki banyak manfaat, termasuk tidak toksik, stabil, non-korosif, tidak larut dalam air, serta ramah lingkungan, sehingga senyawa ini banyak digunakan dalam industri (Priatmoko & Wahyuni, 2021). Pada bidang pengolahan air, nanopartikel TiO₂ digunakan dalam sistem fotokatalitik untuk menguraikan kontaminan organik dalam air, termasuk penghilangan zat berbahaya dan bau (Rahman & Sulistyowati, 2023). Pada bidang kosmetik, nanopartikel TiO₂ digunakan dalam produk kosmetik sebagai bahan pelindung UV, karena kemampuannya untuk menyerap sinar UV (Taufikurohmah et al., 2018). Dalam bidang energi, nanopartikel TiO₂ digunakan dalam sel surya untuk meningkatkan efisiensi konversi energi matahari menjadi listrik (Mustaghfiri & Munasir, 2023). Dalam bidang industri, nanopartikel TiO₂ digunakan dalam cat untuk meningkatkan kecerahan, ketahanan terhadap sinar UV, dan perlindungan dari kerusakan lingkungan (Mita et al., 2024).

Dalam penelitian ini, nanopartikel TiO₂ digunakan sebagai katalis untuk mendegradasi limbah zat warna metilen biru. Katalis merupakan zat yang mempercepat reaksi kimia tanpa mengubahnya secara kimiawi. Selanjutnya, metilen biru adalah jenis zat pewarna sintetis yang memiliki intensitas warna yang tinggi serta dapat larut dalam air (Nabiilah et al., 2023). Metilen biru pekat dapat menyebabkan penyumbatan pada kemampuan air untuk menyerap sinar matahari, yang dapat berdampak negatif pada kemampuan ekosistem lingkungan. Metilen biru dapat menyebabkan mual, muntah, kecemasan, keringat berlebih, mata perih, serta disorientasi mental pada manusia. Metilen biru sering digunakan sebagai bahan baku pewarna kosmetik, kertas, sutra, dan wol. Penggunaan metilen biru secara berlebihan dapat mengakibatkan sejumlah efek samping, termasuk iritasi kulit, iritasi saluran pernapasan, sianosis jika terhirup, mual, muntah, dan ketidaknyamanan perut. Masalah yang ditimbulkan akibat dari penggunaan zat warna sintetis yang dapat menghasilkan limbah, perlu diatasi untuk meminimalisir dampak yang dihasilkan. Salah satu metode yang dapat meminimalisir dampak buruk dari penggunaan zat warna secara berlebihan dan dinilai cukup efektif adalah metode degradasi fotokatalitik zat warna (Tatipikalawan et al., 2023). Degradasi zat warna metilen biru memanfaatkan nanopartikel TiO₂ sebagai katalis untuk mempercepat proses degradasi.



Gambar 2. Mekanisme Fotokatalis TiO₂ (Nabi et al., 2021)

Ketika cahaya berenergi lebih tinggi diarahkan ke nanopartikel TiO₂ yang bertindak sebagai katalis, elektron dalam pita valensi menjadi tereksitasi dan bergerak menuju pita konduksi dan akan meninggalkan hole pada pita valensi. Oksidan kuat yang dikenal sebagai OH radikal (OH^\cdot) dibuat pada permukaan katalis oleh Hole (h^+) dengan H_2O dan OH^- . Dalam katalis, elektron dan O_2 akan bergabung untuk menciptakan radikal superoksida, yang memiliki sifat pereduksi. Pewarna biru metilen diserang oleh oksidator, agen pereduksi, dan bahan kimia lainnya, yang mengakibatkan produksi CO_2 , H_2O , dan asam lemah tertentu. Dalam katalis, elektron dan O_2 akan bergabung untuk menciptakan radikal superoksida yang bersifat reduktor. Radikal ialah atom, molekul, atau ion yang memiliki 1 atau lebih elektron valensi yang tak berpasangan. Warna metilen biru diserang oleh oksidator, agen pereduksi, dan bahan kimia lainnya, yang mengakibatkan produksi CO_2 dan H_2O , dan asam lemah tertentu.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis hijau nanopartikel TiO₂ menggunakan ekstrak daun ketapang dengan variasi volume, dan menganalisis karakteristiknya dengan menggunakan instrumen *X-ray Diffraction* (XRD) serta instrumen *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR). Juga dilakukan uji aktivitas fotokatalitiknya dalam degradasi metilen biru.

2. Methodology

2.1 Alat

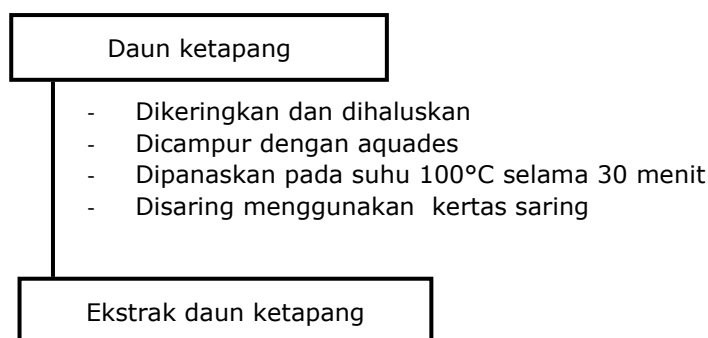
Penelitian ini menggunakan beberapa alat, diantaranya: pipet, gelas kimia, gelas ukur, *hot plate stirrer*, pengaduk magnet, spatula, kaca aroji, neraca analitik, pengaduk, neraca analitis, oven listrik, blender, pisau, tanur, *Whatman Filter Paper No. 1*, FT-IR, dan XRD.

2.2 Bahan

Penelitian ini menggunakan beberapa bahan, diantaranya: daun ketapang, aquades, Titanium tetraisopropoksida (TTIP).

2.3 Persiapan ekstrak daun ketapang

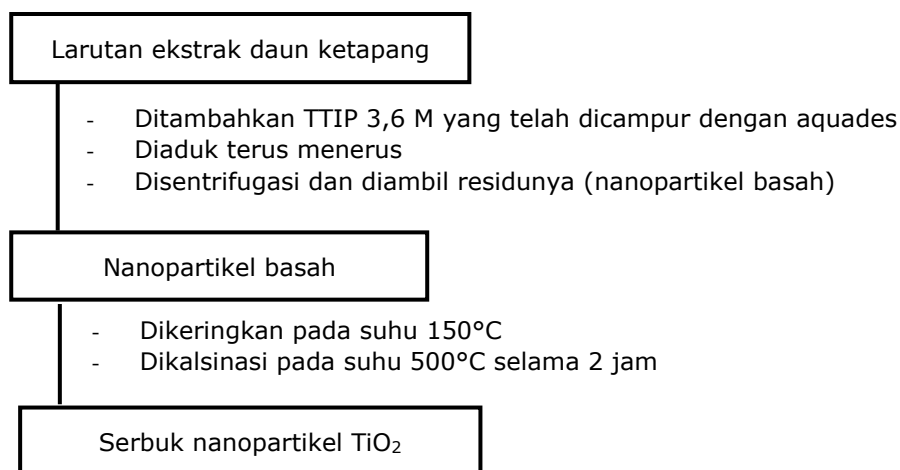
Daun ketapang dicuci dengan air bersih, kemudian dikeringkan. Setelah itu di *blender* hingga halus. Serbuk daun ketapang selanjutnya disimpan dalam wadah yang tertutup. Sebanyak 100 g serbuk daun ketapang dimasukkan kedalam gelas kimia dan ditambahkan air suling sebanyak 1000 mL. Larutan dipanaskan menggunakan suhu 100°C dalam waktu 30 menit. Ekstrak lalu disaring dengan kertas saring dan hasilnya ditampung dalam gelas kimia yang disimpan dalam lemari pendingin.



Gambar 3. Persiapan Ekstrak Daun Ketapang

2.4 Sintesis hijau nanopartikel TiO₂

Prekursor TTIP dimasukkan dalam 100 mL aquades kemudian ditambahkan larutan ekstrak daun ketapang sebanyak ekstrak 40 mL dan diaduk terus menerus. Larutan kemudian disentrifugasi pada kekuatan 4300 rpm selama 30 menit hingga diperoleh bubuk nanopartikel TiO₂ basah. Nanopartikel basah dikeringkan pada suhu 150°C hingga kering dan kalsinasi menggunakan tanur di suhu 500°C ± 2 jam. Kemudian diperolehlah serbuk nanopartikel TiO₂.



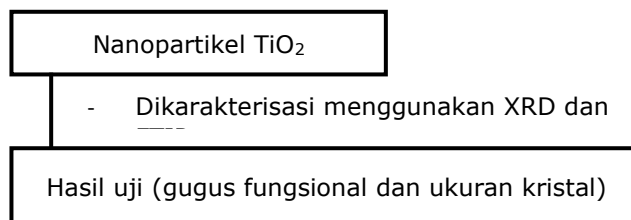
Gambar 4. Sintesis Hijau Nanopartikel TiO₂

2.5 Karakterisasi hasil sintesis hijau nanopartikel TiO₂

Fasa, struktur, dan data kristalografi sampel diidentifikasi melalui karakterisasi XRD. Setelah dihaluskan menjadi serbuk yang sangat halus, sampel diletakkan pada holder sampel dan disinari-X. Ukuran kristal, nanopartikel dapat dihitung menggunakan perhitungan simulasi komputer secara langsung dari pola difraksi X-Ray atau dari Full Width of Half Maximum (FWHM) dari puncak difraksi menggunakan persamaan Debye-Scherrer's.

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Untuk mengidentifikasi gugus fungsional dari sampel nanopartikel TiO₂ yang telah disintesis, karakterisasi menggunakan instrumen FT-IR juga dilakukan. Serbuk hasil kalsinasi di campurkan dengan beberapa mg KBr untuk dibuat pellet dan digunakan untuk analisis FT-IR. Pellet dianalisis dengan FT-IR dari rentang panjang gelombang 4000-500 cm⁻¹.

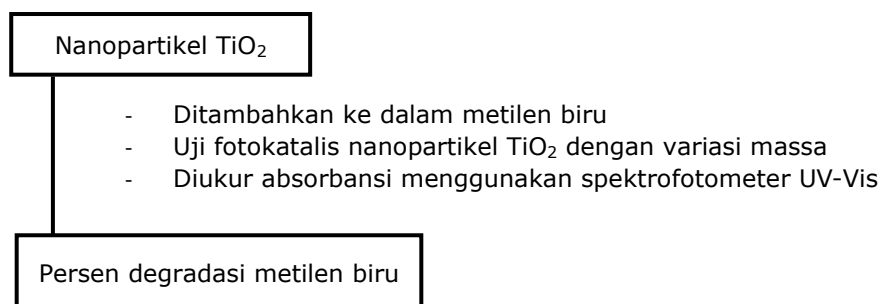


Gambar 5. Karakterisasi Hasil Sintesis Hijau Nanopartikel TiO₂

2.6 Uji Fotokatalitik Nanopartikel TiO₂ untuk Degradasi Metilen Biru

2.6.1 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Massa

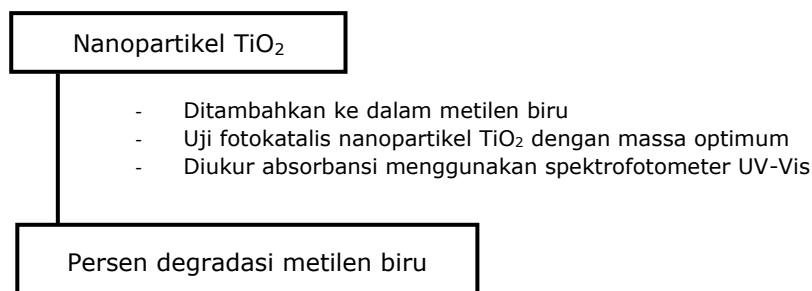
Uji aktivitas fotodegradasi dengan variasi massa TiO₂ dilakukan dengan cara metilen biru 10 ppm dimasukkan kedalam masing-masing gelas kimia sebanyak 20 mL, kemudian ditambahkan serbuk nanopartikel TiO₂ dengan variasi massa 10, 15, 20, 25 mg. Lama pemaparannya menggunakan lama pemaparan 80 menit, dengan *magnetic stirer*. Selanjutnya larutan dianalisis dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis yang bertujuan untuk menganalisis pengaruh masing-masing sampel terhadap metilen biru.



Gambar 6. Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Massa

2.6.2 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Waktu

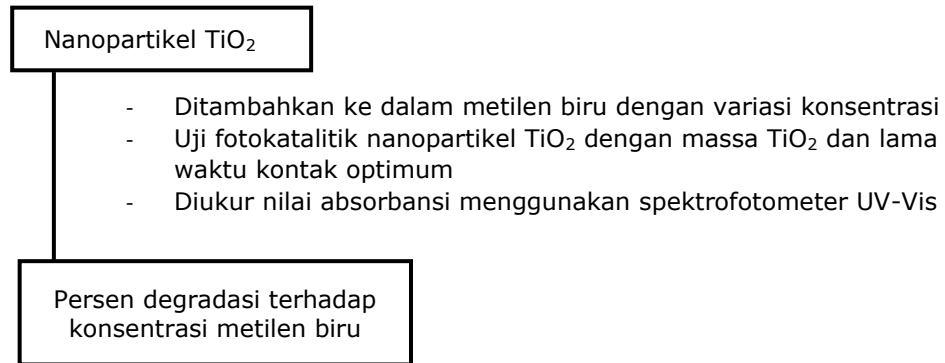
Uji aktivitas fotodegradasi menggunakan variasi lama waktu kontak dilakukan dengan cara metilen biru 10 ppm dimasukkan kedalam masing-masing gelas kimia sebanyak 20 mL, kemudian ditambahkan serbuk nanopartikel TiO₂ sesuai dengan massa optimum (menit). Lama pemaparannya divariasikan pada masing-masing massa adsorben dengan waktu 20, 40, 60, 80 menit, dan 100 menit menggunakan *magnetic stirer*. Selanjutnya larutan dianalisis dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis yang bertujuan untuk menganalisis pengaruh masing-masing sampel terhadap metilen biru.



Gambar 7. Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Waktu

2.6.3 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

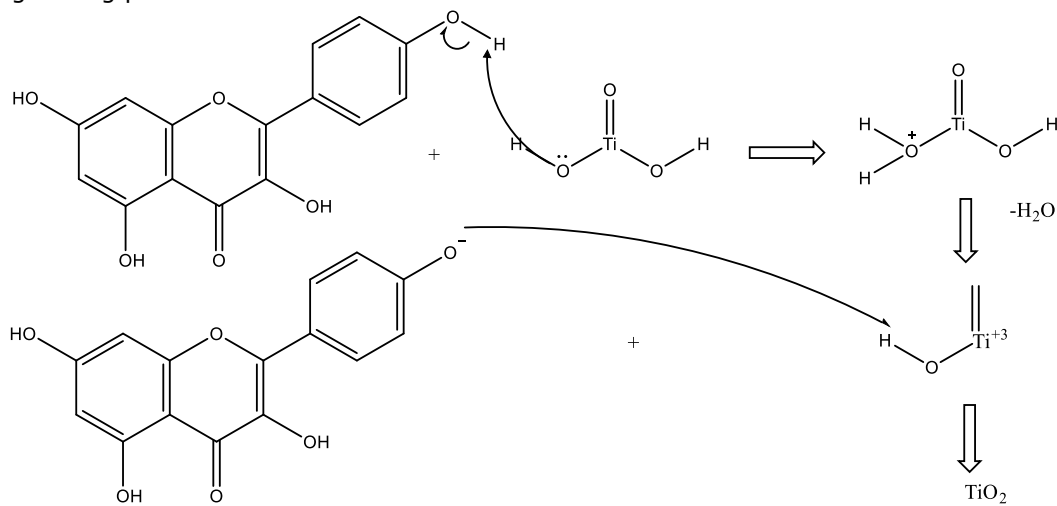
Uji aktivitas fotodegradasi dengan variasi konsentrasi metilen biru dilakukan dengan cara metilen biru 5, 10, 15, 20 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing gelas kimia sebanyak 20 mL, kemudian ditambahkan serbuk nanopartikel TiO_2 dengan massa optimum (mg). Lama pemaparannya menggunakan lama pemaparan optimum (menit), dengan *magnetic stirrer*. Selanjutnya larutan dianalisis dengan instrumen spektrofotometer UV-Vis yang bertujuan untuk menganalisis pengaruh masing-masing sampel terhadap metilen biru.



Gambar 8. Aplikasi Nanopartikel TiO_2 dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

3. Result and Discussion

Telah dilakukan sintesis hijau nanopartikel dengan menggunakan bantuan ekstrak daun ketapang sebagai agen pereduksi. Flavonoid, fenolik, alkaloid, dan saponin adalah beberapa senyawa metabolit sekunder yang dimiliki oleh daun ketapang. Flavonoid yang terkandung dalam ekstrak daun ketapang dapat berperan dalam proses reduksi dengan prekursor Titanium Isopropoksida menjadi nanopartikel TiO_2 (Rosalin & Yasser, 2017). Pada penelitian nanopartikel TiO_2 diperoleh dari proses sintesis hijau dengan metode sol-gel. Sol-gel adalah proses sintesis kimia yang dilakukan untuk menghasilkan material dari larutan (sol) yang mengandung prekursor.

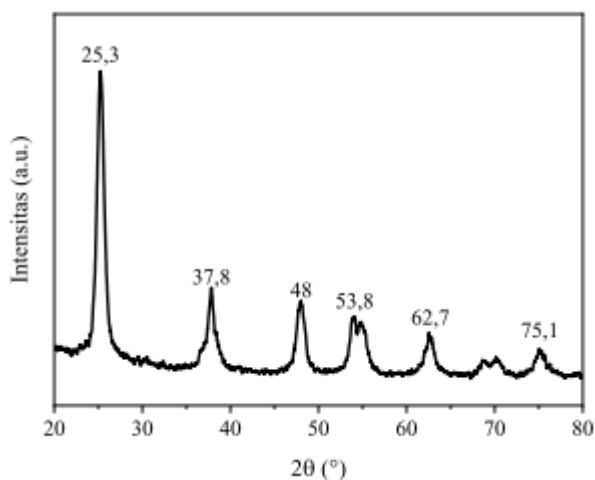


Gambar 9. Reaksi Pembentukan Nanopartikel TiO_2

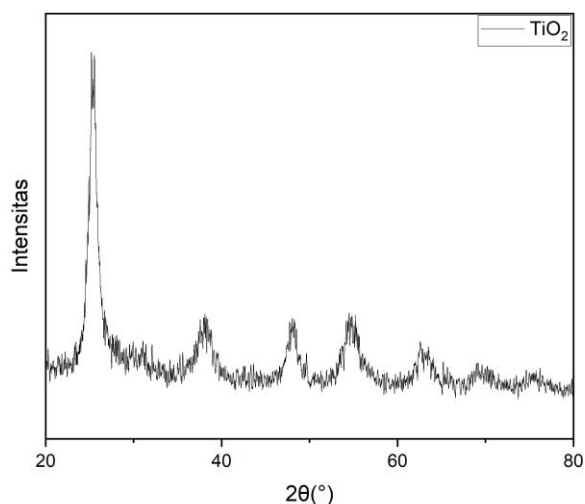
Flavonoid yang terkandung dalam ekstrak daun ketapang akan membantu proses reduksi Ti^{4+} menjadi Ti^{3+} yang berukuran nanopartikel. Proses reduksi adalah proses untuk melepaskan oksigen dari suatu zat atau unsur, atau proses penangkapan elektron oleh suatu zat atau senyawa. Ti^{4+} yang telah menjadi Ti^{3+} akan memungkinkan atom Ti untuk saling berinteraksi satu sama lain dan membentuk suatu senyawa yang berukuran nano (Rosalin & Yasser, 2017).

3.1 Hasil karakterisasi

Telah dilakukan uji karakteristik sampel nanopartikel TiO₂ menggunakan XRD yang bertujuan untuk mengetahui ukuran dan fase kristal. Untuk mengetahui fase dari sampel, maka data XRD yang diperoleh dicocokkan dengan data XRD pada penelitian sebelumnya (Hikmah et al., 2023).



Gambar 10. Hasil Karakterisasi Nanopartikel TiO₂ Menggunakan XRD Penelitian Sebelumnya (Hikmah et al., 2023)

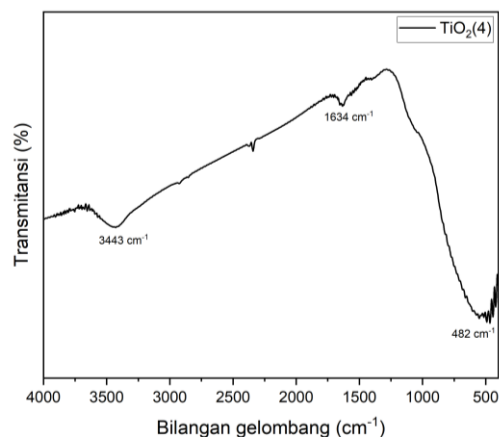


Gambar 11. Difraksi XRD Sintesis Nanopartikel TiO₂ Dengan 40 mL Volume Ekstrak Daun Ketapang

Pada keempat sampel TiO₂ ekstrak daun ketapang menunjukkan adanya puncak yang tajam. Setelah dicocokkan, data XRD sampel menyerupai atau mirip dengan data pada penelitian sebelumnya yang menghasilkan fasa anatase.

Berdasarkan data analisis menggunakan XRD, sampel menunjukkan puncak difraksi pada 2θ yaitu 25,37,48,54,62,69,75. Sudut 2θ merupakan sudut antara sinar-X yang dipancarkan dari sumber dan sinar-X yang terdeteksi setelah bereaksi dengan kristal. Data XRD juga digunakan dalam penentuan ukuran kristal. Hasil perhitungan didapatkan ukuran rata-rata kristal keempat sampel TiO₂ dengan variasi ekstrak daun ketapang dan 5,8 nm.

Karakterisasi FTIR pada sampel nanopartikel TiO₂ dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dari nanopartikel TiO₂ yang telah disintesis.



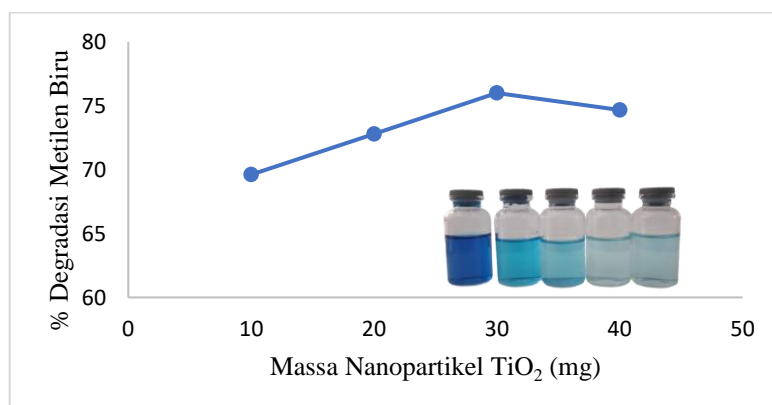
Gambar 12. Spektrum FT-IR Sintesis Nanopartikel TiO₂ Dengan Variasi Volume Ekstrak Daun Ketapang

Data spektrum TiO₂ menunjukkan bahwa daerah serapan atom Ti-O memiliki bilangan gelombang 482 cm⁻¹ yang merupakan daerah serapan atom Ti-O. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya yang mendapatkan bilangan gelombang 400-850 cm⁻¹ untuk daerah serapan Ti-O (Istiqomah et al., 2019). Telah didapat juga serapan bilangan gelombang 1634 cm⁻¹ yang mengindikasikan keberadaan ikatan Ti-OH (Hikmah et al., 2023). Didapat pula serapan pada bilangan gelombang 3443 cm⁻¹ yang merupakan daerah serapan gugus fungsi O-H (Istiqomah et al., 2019). Hal ini disebabkan oleh molekul air yang teradsorpsi sebagai hasil dari penggunaan akuades selama proses sintesis titanium dioksida.

3.2 Uji Fotokatalitik Nanopartikel TiO₂ untuk Degradasi Metilen Biru

3.2.1 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Massa

Pengujian ini menggunakan variasi waktu massa nanopartikel TiO₂ sebanyak 10 mg, 20 mg, 30 mg, dan 40 mg. Larutan metilen biru 10 ppm sebanyak 20 mL ditambahkan variasi massa nanopartikel TiO₂, kemudian diaduk menggunakan *stirrer* selama 80 menit. Setelah diaduk selanjutnya disaring dengan kertas saring agar larutan metilen biru terpisah dari partikel TiO₂ yang telah digunakan sebagai katalis.

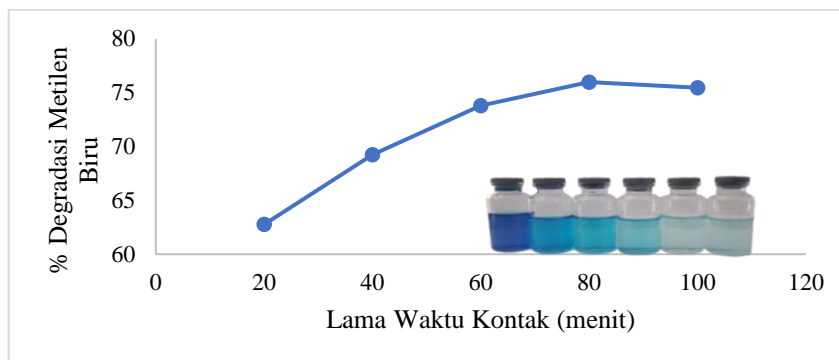


Gambar 13. Kurva Persen Degradasi Metilen Biru Variasi Massa TiO₂

Hasil pengujian menunjukkan nilai persen degradasi menggunakan variasi massa katalis 10 mg, 20 mg, 30 mg, dan 40 mg secara berturut-turut yaitu 69,60% ; 72,78% ; 75,99% ; dan 74,66%. Persen degradasi terendah dihasilkan oleh variasi waktu massa katalis 10 mg yaitu 69,60%, sedangkan persen degradasi tertinggi dihasilkan oleh variasi massa katalis 30 mg yaitu 75,99%. Menurut temuan penelitian, proporsi degradasi meningkat seiring bertambahnya massa katalis. Hal ini disebabkan semakin banyak massa katalis, maka semakin banyak energi foton yang diserap katalis sehingga semakin banyak radikal hidroksil yang terbentuk dan bereaksi dengan metilen biru. Persen degradasi metilen biru menurun pada variasi massa katalis 40 mg karena katalis telah mencapai titik jenuh. Jika massa katalis yang digunakan terlalu banyak dan melewati titik jenuh, maka persen degradasi menurun.

3.2.2 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Waktu Kontak

Pengujian ini dimulai dengan penimbangan nanopartikel TiO₂ 30 mg untuk masing-masing variasi. Pengujian ini menggunakan variasi waktu kontak larutan metilen biru dengan nanopartikel TiO₂ selama 20, 40, 60, 80, dan 100 menit. Larutan metilen biru 10 ppm sebanyak 20 mL ditambahkan 30 mg nanopartikel TiO₂, kemudian di aduk menggunakan stirrer selama 20, 40, 60, 80, dan 100 menit sebagai variasi lama waktu kontak.

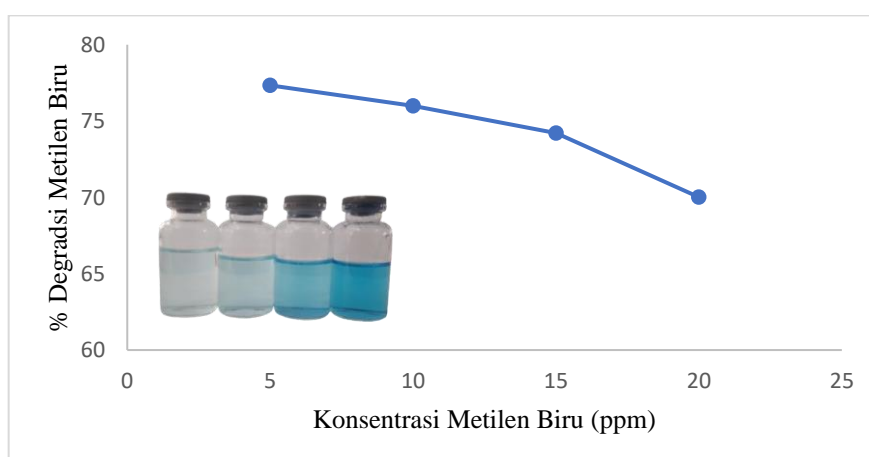


Gambar 14. Kurva Persen Degradasi Metilen Biru Variasi Lama Waktu Kontak

Hasil pengujian menunjukkan nilai persen degradasi pada waktu 20, 40, 60, 80 dan 100 menit secara berturut-turut adalah 62,76% ; 69,23% ; 73,81% ; dan 75,99% ; dan 75,46%. Persen degradasi terendah dihasilkan oleh variasi waktu 20 menit yaitu 62,76%, sedangkan persen degradasi tertinggi dihasilkan oleh variasi waktu 80 menit yaitu 75,99%. Berdasarkan hasil yang didapat pada penelitian ini semakin lama waktu kontak metilen biru dengan nanopartikel TiO₂ maka semakin tinggi persen degradasinya. Semakin lama waktu kontak TiO₂ dengan polutan maka persen degradasi yang dihasilkan semakin baik atau semakin tinggi, karena semakin banyak menghasilkan radikal hidroksil untuk mendegradasi metilen biru. Namun pada menit ke-100 persen degradasi menurun menjadi 75,46%, hal ini dapat terjadi karena katalis telah jenuh dalam mendegradasi zat warna sehingga penambahan waktu kontak tidak akan meningkatkan laju degradasi atau dapat menurunkan persen degradasinya.

3.2.3 Aplikasi Nanopartikel TiO₂ dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

Pengujian ini menggunakan variasi larutan metilen biru yaitu 5 ppm, 10 ppm, 15 ppm, dan 20 ppm. Larutan metilen biru dengan konsentrasi sesuai variasi sebanyak 20 mL ditambahkan 30 mg TiO₂ sebagai massa optimum pada percobaan sebelumnya.



Gambar 15. Kurva Persen Degradasi dengan Variasi Konsentrasi Metilen Biru

Hasil pengujian menunjukkan nilai persen degradasi menggunakan variasi konsentrasi metilen biru secara berturut-turut adalah 77,33% ; 75,99% ; 74,20% ; dan 70,01%. Persen degradasi terendah dihasilkan oleh variasi konsentrasi 20 ppm yaitu 70,01%, sedangkan persen degradasi tertinggi dihasilkan oleh variasi konsentrasi 5 ppm yaitu 77,33%. Berdasarkan hasil yang didapat pada penelitian ini semakin banyak

konsentrasi metilen biru maka semakin rendah persen degradasinya. Hal ini disebabkan oleh fakta bahwa semakin banyak molekul zat warna yang ada dalam sampel, semakin kompetitif pula katalis untuk menyerap molekul zat warna, yang memperlambat proses degradasi (Setiawan, 2023).

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian diatas, kesimpulan yang dapat diambil adalah sebagai berikut:

1. Metode sintesis hijau telah berhasil menghasilkan nanopartikel TiO₂ dengan bantuan ekstrak daun ketapang untuk agen penstabil dan pereduksi.
2. Berdasarkan data analisis menggunakan XRD, sampel menunjukkan puncak difraksi pada 2θ yaitu 25,37,48,54,62,69,75. Fasa kristal sampel TiO₂ yang berhasil disintesis adalah fase anatase.
3. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR, data spektrum TiO₂ menunjukkan adanya gugus fungsional Ti-O, Ti-OH, dan OH yang terdapat pada sampel nanopartikel TiO₂ hasil sintesis dengan bantuan ekstrak daun ketapang.
4. Aktivitas fotokatalitik TiO₂ ekstrak daun ketapang volume 40 mL terhadap degradasi metilen biru menghasilkan Massa nanopartikel TiO₂ optimum yaitu 30 mg yang berhasil mendegradasi hingga 75,99%. Waktu kontak optimum yaitu 80 menit yang berhasil mendegradasi sebanyak 75,99%. Konsentrasi metilen biru optimum yang berhasil terdegradasi hingga 77,33%.

References

- Hikmah, M., Arintonang, A. B., & Wahyuni, N. (2023). Sintesis Fotokatalis TiO₂ untuk Degradasi Zat Warna Sintetis Metilen Biru dengan Bantuan Sinar Tampak. *Jurnal Teknologi Lingkungan Lahan Basah*, 11(3), 878–887. <https://doi.org/10.26418/jtllb.v11i3.70903>
- Istiqomah, Rohmawati, L., Setyarsih, W., Hefdea, A., & Wulancahayani, E. (2019). Analisa Gugus Fungsi Titanium Dioksida Nanotube dari Hasil Ekstraksi Pasir Mineral Tulungagung. *Seminar Nasional Kimia Dan Pembelajarannya*, 3398, 202–207.
- Mbenga, Y., Adeyemi, J. O., Mthiyane, D. M. N., Singh, M., & Onwudiwe, D. C. (2023). Green synthesis, antioxidant and anticancer activities of TiO₂ nanoparticles using aqueous extract of *Tulbhagia violacea*. *Results in Chemistry*, 6(March), 101007. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2023.101007>
- Mita, F., Jumarni, A., Wati, R., Patimah, A., & Rahman, D. Y. (2024). *Perkembangan Penerapan Nanoteknologi di Bidang Pelapisan (Coating) Development of Applied Nanotechnology in Coating*. 5(2), 1–29.
- Mustaghfiri, M. A., & Munasir. (2023). *Green synthesis of TiO₂ nanoparticles : dye-sensitized solar cells (DSSC) Applications : a review*. 12, 10–29.
- Nabi, G., Majid, A., Riaz, A., Alharbi, T., Arshad Kamran, M., & Al-Habardi, M. (2021). Green synthesis of spherical TiO₂ nanoparticles using Citrus Limetta extract: Excellent photocatalytic water decontamination agent for RhB dye. In *Inorganic Chemistry Communications* (Vol. 129). <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2021.108618>
- Nabiilah, C. P. R., Yudoyono, G., & Indarto, B. (2023). Peningkatan Degradasi Larutan Metilen Biru Menggunakan Lapisan TiO₂ pada Reaktor "Calma" melalui Bentuk Penataan Substrat. *Jurnal Sains Dan Seni ITS*, 11(5). <https://doi.org/10.12962/j23373520.v11i5.108836>
- Okto, S. H. S., & Munasir. (2023). Review: Green Synthesis Nanopartikel TiO₂ Sebagai Material Fotokatalis. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*, 12, 82–91.
- Priatmoko, S., & Wahyuni, S. (2021). Fotokatalis Ni-N-TiO₂ untuk Degradasi Metilen Biru. *Inovasi Sains Dan Kesehatan*, 5, 120–165.
- Rahman, D. Y., & Sulistyowati, R. (2023). *Aplikasi fotokatalis TiO₂ dan Alternatifnya untuk Degradasi Pewarna Sintetis dalam Limbah Cair*. 1(2), 89–105.
- Rosalin, & Yasser, M. (2017). *Pemanfaatan Daun Ketapang (Terminalia catappa) Sebagai Bioreduktor Sintesis Nanopartikel TiO₂ dan Analisis Sifat Antimikroba*. 97–100.
- Safaat, M., & Wulandari, D. A. (2021). Toksisitas Nanopartikel Terhadap Biota Dan Lingkungan Laut. *Jurnal Kelautan Nasional*, 16(1), 1–14. <https://doi.org/10.15578/jkn.v16i1.9051>
- Salimi, Y. K., Kamarudin, J., Ischak, N. I., & Bialangi, N. (2022). *Aktivitas Antioksidan Senyawa Metabolit Sekunder Ekstrak Metanol Daun Ketapang (Terminalia catappa L .)*. 4(2), 12–21.
- Sethy, N. K., Arif, Z., Mishra, P. K., & Kumar, P. (2020). Green synthesis of TiO₂ Nanoparticles from *Syzygium cumini* Extract For Photo-Catalytic Removal of Lead (Pb) in Explosive Industrial Wastewater. *Green Processing and Synthesis*, 9(1), 171–181. <https://doi.org/10.1515/gps-2020-0018>
- Setiawan, A. P. (2023). *Penentuan Massa Katalis, Lama Penyinaran dan Konsentrasi Zat Warna Optimum dalam Fotodegradasi Methyl Violet menggunakan Fotokatalis TiO₂/Zeolit*.

- Tatipikalawan, G. A., Wuntu, M.Si., A. D., Kamu, V. S., & Wuntu, N. L. (2023). Fotodegradasi Metilen Biru, Kongo Merah, dan Kristal Ungu Menggunakan Komposit Hidroksiapatit-Zeolit A Termodifikasi Ag. *Chemistry Progress*, 16(1), 60–64. <https://doi.org/10.35799/cp.16.1.2023.47542>
- Taufikurohmah, T., Rusmini, Tjahjani, S., Sanjaya, G. M., Baktir, A., & Syahrani, A. (2018). *Uji Aktifitas Tabir Surya Nano-Titanium Oksida Untuk Mendukung Formula Penuaan Akibat Sinar Matahari*. 2, 19–24.