

# STUDI VARIASI BERAT KATALIS WO<sub>3</sub>-SBE DALAM PROSES SONOKATALITIK METHYLENE BLUE

## STUDY OF WEIGHT VARIATION OF WO<sub>3</sub>-SBE CATALYST IN SONOCATALYTIC PROCESS OF METHYLENE BLUE

Wilsoma, Noor Hindryawati\*, RR Dirgarini Julia Nurlianti Subagyono

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman

Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua, Samarinda, 75123, Indonesia

\*E-mail: ienwati@yahoo.com

Received: 11 June 2019, Accepted: 15 August 2019

### ABSTRACT

Degradations of methylene blue by sonocatalytic method using Spent Bleaching Earth (SBE) impregnated with WO<sub>3</sub> have carried out. The stages of this study included SBE preparation, activation with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, modification of WO<sub>3</sub> with SBE through wet impregnation processes and sonocatalytic testing. WO<sub>3</sub>-SBE was characterized using XRD. XRD diffraction patterns of WO<sub>3</sub>-SBE showed the appearance of WO<sub>3</sub> peak at 28.855°; 34.813° 2θ. The degradation percentage of methylene blue (catalyst weight of 0.15 gram, methylene blue concentration 100 ppm and contact time 15 minutes) was 99.12%.

**Keywords:** *Spent Bleaching Earth, WO<sub>3</sub>, Impregnation, Methylene Blue, Sonocatalytic*

### PENDAHULUAN

Dalam kehidupan sehari-hari masyarakat sering dikeluhkan dengan berbagai persoalan, salah satunya pencemaran air sungai akibat dari limbah industri pewarna tekstil. Zat warna sintetik merupakan zat warna yang sering dipakai dalam industri batik, kertas, peralatan kantor dan kosmetik. Dengan perkembangan sektor industri saat ini menyebabkan peningkatan penggunaan zat warna yang dapat mencemari lingkungan. Salah satu zat warna yang sering digunakan dalam industri ini adalah *methylene blue* [1]. *Methylene blue* (MB) merupakan zat warna dasar yang sangat penting dan relatif murah dibandingkan dengan pewarna lainnya [2].

Beberapa teknologi alternatif yang digunakan untuk mengolah limbah yang mengandung zat pewarna misalnya dengan teknik koagulasi, flokulasi dan absorpsi. Penghilangan warna dengan proses koagulasi, flokulasi, absorpsi hanya memindahkan zat warna dari fase cair kedalam fase padat, bukan menguraikan senyawa-senyawa kompleks pembentukan warna. Partikel-partikel warna yang menggumpal bersama bahan perlu diproses lebih lanjut sehingga akan menimbulkan pencemaran lanjutan atau limbah baru [3]. Alternatif lain yang

dapat dikembangkan yaitu metode sonokatalitik untuk mendegradasi zat warna.

Salah satu metode yang lebih efektif untuk mendegradasi zat warna yaitu *Advance Oxidation Processes* (AOPs) [4]. Teknologi AOPs adalah metode oksidasi fasa larutan yang terutama didasari oleh pembentukan dan penggunaan radikal hidroksil (OH<sup>•</sup>) sebagai hasil samping yang dapat mengakibatkan kehancuran dari senyawa pencemar [5].

Metode Sonokatalitik adalah salah satu metode AOPs yang ramah lingkungan karena menghasilkan CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Biasanya metode ini bekerja untuk mendegradasi zat warna organik dalam media air dengan menggunakan getaran ultrasonik dengan bantuan katalis (semikonduktor). Metode ini berasal dari gelembung efek kavitasi yang dihasilkan oleh cairan dibawah radiasi ultrasonik. Hal ini dapat menyerap energi suara dan runtuh untuk melepaskan energi dalam waktu yang sangat singkat, suhu dan tekanan yang tinggi. Katalis yang sering digunakan adalah TiO<sub>2</sub>, ZnO, CdS, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan WO<sub>3</sub>. TiO<sub>2</sub> telah banyak diteliti untuk degradasi polutan berbahaya namun hanya aktif dibawah radiasi ultraviolet. Berbeda dengan Tungsten trioksida (WO<sub>3</sub>) merupakan bahan semikonduktor yang dapat mempercepat proses degradasi dibawah radiasi

*Visible*.  $WO_3$  memiliki celah pita yang kecil yaitu 2,7-2,8 eV [6]. Katalis semikonduktor tersebut tahan lama dan dapat digunakan secara berulang dengan cara diimbangkan. Salah satu pengemban yang digunakan yaitu *Spent Bleaching Earth* (SBE). Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan di atas, maka dilakukan penelitian tentang impregnasi  $WO_3$  pada *Spent Bleaching Earth* (SBE) sebagai sonokatalitik untuk degradasi *methylene blue*.

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *furnace*, *ultrasonik cleaner* (DELTA D68H), neraca analitik, alat-alay gelas, seperangkat alay refluks, instrumen Spektrofotometer UV-Vis dan instrumen *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

### **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Spent Bleaching Earth* (SBE) yang berasal dari PT. Perkebunan Nusantara Indonesia, Long ikis, Paser,  $H_2SO_4$ , pH universal, *methylene blue*,  $NH_4OH$ , akuades dan *tungsten trioksida* ( $WO_3$ ).

### **Prosedur Penelitian**

#### **Aktivasi *spent bleaching earth* (SBE)**

*Spent bleaching earth* dicampurkan dengan larutan  $H_2SO_4$  1 N dengan perbandingan 1:10 (b/v) lalu dihomogenkan. Wadah campuran ditutup rapat. Campuran lalu diberi perlakuan iradiasi gelombang ultrasonik pada suhu optimum iradiasi yakni suhu 50-60°C dan digunakan waktu aktivasi 60 menit. Setelah itu sampel disaring dan SBE yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga pH netral. Kemudian SBE dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam dan diayak dengan ukuran 140 mesh [7].

#### **Impregnasi $WO_3$ pada SBE**

SBE ditimbang sebanyak 50 gram dan dicampurkan ke dalam 20 gram  $WO_3$ , kemudian ditambahkan 400 mL larutan  $NH_4OH$  7 M. Campuran direfluks selama 5 jam pada suhu 60-70 oC. Setelah itu sampel disaring dan  $WO_3$ -SBE yang diperoleh dicuci dengan aquades hingga pH netral. Lalu dimasukkan dalam oven selama 3 jam dengan suhu 110°C. Setelah kering  $WO_3$ -SBE digerus kemudian diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 140 mesh. Selanjutnya padatan dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam [8].

#### **Uji sonokatalitik pada *methylene blue* $WO_3$ -SBE**

Uji sonokatalitik dilakukan dengan menggunakan variasi berat katalis  $WO_3$ -SBE. 0,05; 0,10; 0,15; 0,20 dan 0,25 gram.  $WO_3$ -SBE dimasukkan ke dalam 50 mL *methylene blue* 100 ppm. Lalu dimasukkan ke dalam ultrasonik cleaner pada suhu 27-36°C selama 15 menit. Kemudian disaring. Lalu diambil filtratnya 1 mL dan diencerkan menjadi 25 mL. Selanjutnya diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Lalu dihitung persen degradasinya.

#### **Uji variasi jenis material**

Untuk mengetahui unjuk kerja  $WO_3$ -SBE maka dilakukan perbandingan jenis material dengan menggunakan kondisi optimum sebelumnya dengan variasi material  $WO_3$ , SBE dan  $WO_3$ -SBE.

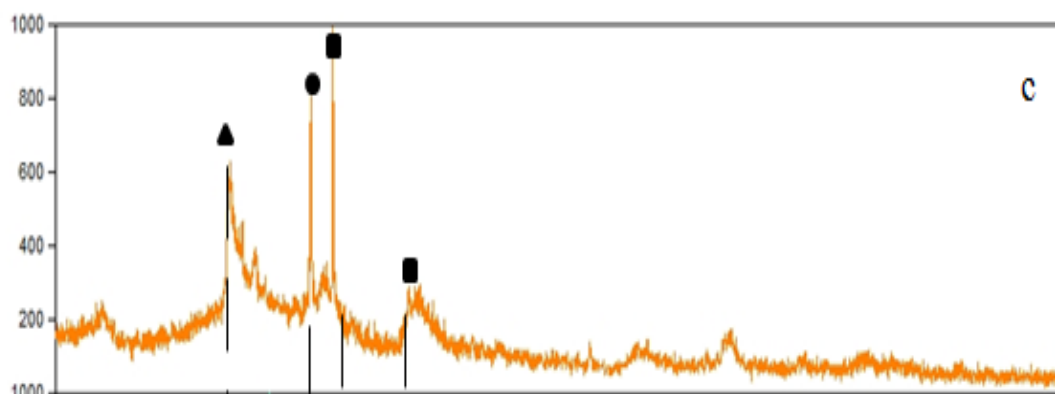
## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Aktivasi, Impregnasi $WO_3$ pada SBE dan Karakterisasi**

SBE diaktivasi dengan menggunakan  $H_2SO_4$  1 N yang berfungsi sebagai aktivator yang dapat memperbesar luas permukaan dengan cara menukarkan kation  $Na^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  dan lain-lain yang terdapat di *interlayer* menjadi ion  $H^+$ .  $H_2SO_4$  1 N merupakan konsentrasi optimum, jika digunakan konsentrasi diatas 1 N dapat merusak struktur *montmorillonite*. Hal ini disebabkan karena  $Al^{3+}$  dapat larut dengan  $H_2SO_4$ . Sedangkan jika digunakan di bawah 1 N proses aktivasinya lebih lama [9].

Kemudian dilakukan impregnasi basa dengan memanfaatkan  $NH_4OH$  sebagai pelarut yang dapat melarutkan  $WO_3$  karena modifikasi materialnya lebih singkat, biayanya relatif murah dan keberhasilan modifikasinya lebih besar. Mula-mula  $WO_3$ -SBE direfluks yang dibantu dengan pemanasan dan pengadukan yang konstan pada suhu optimum yaitu 60-70°C. Lalu  $WO_3$ -SBE yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga pH 7 untuk menyamakan situs asam dan situs basa menjadi setimbang. Selanjutnya dilakukan kalsinasi untuk merapatkan distribusi partikel sehingga tidak mudah lepas, menghilangkan sisa zat pengotor dan mengubah logam menjadi oksidanya.

Lalu dilakukan karakterisasi  $WO_3$ -SBE dengan menggunakan XRD untuk mengetahui adanya puncak difraksi  $WO_3$  pada SBE yang telah di impregnasi. Hasil analisa XRD untuk  $WO_3$ -SBE dapat dilihat pada gambar 1.



**Gambar 1.** Hasil XRD WO<sub>3</sub>-SBE

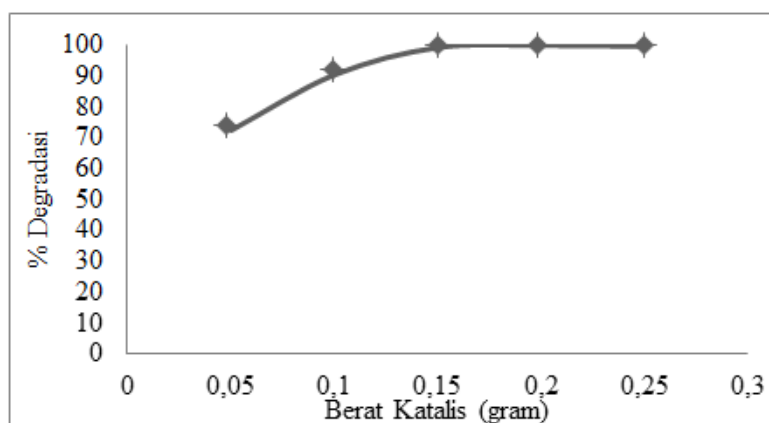
(Keterangan : Puncak difraksi WO<sub>3</sub> = ■ ; SiO<sub>2</sub> = ▲ ; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = ●)

Dari data XRD pada gambar 1 (a) diperoleh pola difraksi dengan puncak SiO<sub>2</sub>  $2\theta = 21,460^\circ$  dan puncak Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada  $2\theta = 6,559^\circ$ ;  $35,164^\circ$ ;  $62,131^\circ$ . Berdasarkan penelitian sebelumnya terdapat kesamaan pola difraksi yang menunjukkan pada mineral tersebut adalah monmorillonite.

### Uji sonokatalitik pada methylene blue menggunakan WO<sub>3</sub>-SBE

*Variasi berat katalis WO<sub>3</sub>-SBE terhadap degradasi methylene blue*

Pada penelitian ini dilakukan variasi berat katalis yang bertujuan untuk mengetahui berat optimum yang dibutuhkan WO<sub>3</sub>-SBE dalam mendegradasi *methylene blue*. Berikut ini grafik hubungan berat katalis dengan persen degradasi *methylene blue* (gambar 2).



**Gambar 2.** Variasi berat katalis terhadap persen degradasi *methylene blue* 100 ppm

Berdasarkan hasil grafik tersebut dengan berat katalis 0,05 gram diperoleh persen degradasi sebesar 72,31%. Kemudian 0,10 gram diperoleh persen degradasi sebesar 90,31%. Lalu persen degradasi mengalami peningkatan pada berat ke 0,15 gram menjadi 99,12% yang menandakan pada berat katalis tersebut merupakan berat optimum WO<sub>3</sub>-SBE bekerja dalam mendegradasi *methylene blue*. Pada berat katalis 0,20 gram sebesar 99,83% dan 0,25 gram 99,50% yang menandakan persen degradasi berjalan secara konstan. Semakin banyak

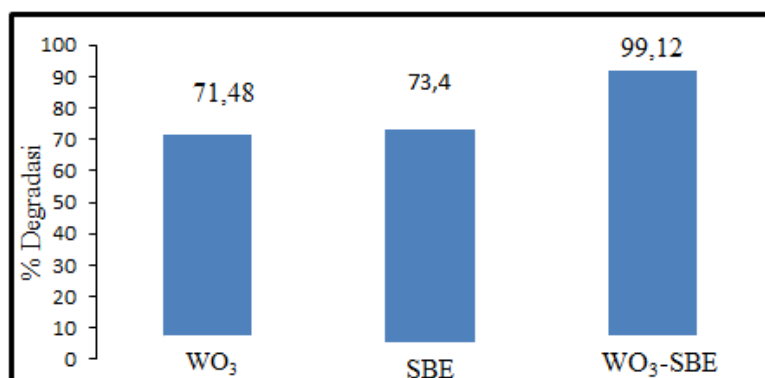
katalis yang digunakan, maka kemampuan WO<sub>3</sub>-SBE dalam mendegradasi semakin besar sehingga radikal OH yang terbentuk semakin semakin besar. Banyaknya radikal OH yang dihasilkan maka semakin banyak pula *methylene blue* yang terdegradasi.

### *Variasi jenis material*

Pada penelitian ini dilakukan variasi jenis material yang bertujuan untuk mengetahui proses yang terjadi adsorpsi atau degradasi terhadap WO<sub>3</sub>,

SBE. Berikut ini grafik hubungan variasi jenis material dengan persen degradasi *methylene blue*

(gambar 3).



**Gambar 3.** Variasi jenis material terhadap persen degradasi *methylene blue*

Pada grafik tersebut digunakan berat optimum 0,15 gram, waktu kontak 15 menit dan konsentrasi *methylene blue* 100 ppm. Pada WO<sub>3</sub> persen degradasi sebesar 71,48% hal ini diduga terjadinya proses degradasi. SBE persen degradasi sebesar 73,45% hal ini dikarenakan terjadinya proses adsorpsi. Lalu WO<sub>3</sub>-SBE 99,12% hal ini disebabkan karena adanya dua proses yaitu adsorpsi dan degradasi.<sup>9</sup>Pertama proses adsorpsi pada SBE kemudian proses degradasi pada WO<sub>3</sub>. SBE yang memiliki luas permukaan besar menyebabkan situs adsorpsi aktif akan semakin besar sehingga *methylene blue* terjerap di permukaan secara simultan dan terdegradasi dengan WO<sub>3</sub>. Lalu *methylene blue* yang telah terdegradasi menyebabkan situs adsorpsi aktif kembali mengalami kekosongan. Lalu terjadi proses adsorpsi dan degradasi secara terus menerus. Hal ini dimungkinkan efek sinergisnya lebih besar. Jika laju adsorpsi semakin besar maka, laju degradasi akan semakin besar.

#### KESIMPULAN

Pada hasil SEM bentuk morfologi permukaan SBE sesudah aktivasi terdapat rongga-rongga dan Setelah diimpregnasi rongga-rongga telah tertutup. Hasil XRD menunjukkan adanya WO<sub>3</sub> dalam SBE. Persen degradasi *methylene blue* dengan berat katalis WO<sub>3</sub>-SBE optimum 0,15 gram, konsentrasi 100 ppm dan waktu kontak 15 menit diperoleh persen degradasi sebesar yaitu 99,12%. Persen degradasi WO<sub>3</sub> 71,48%; SBE 73,45% dan WO<sub>3</sub>-SBE 99,12%.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas

Mulawarman, Samarinda. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) di Universitas Diponegoro.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Andari, N. D. dan Wardhani, S. 2014. Fotokatalisis TiO<sub>2</sub>-Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru. *Jurnal Chem. Prog. Vol. 7, No.1.*
- [2] Fitriani, D., Oktiarni, D. dan Lusiana. 2015. Pemanfaatan Kulit Pisang Sebagai Adsorben Zat Warna Methylene Blue. *Jurnal Gradien. Vol. 11, No. 2, Hal. 1091–95.*
- [3] Widiyandari, H. dan Burhanudin, S. 2012. Degradasi Pewarna Methylene blue (MB) Menggunakan Fotokatalisis WO<sub>3</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Dengan Perbantuan Cahaya Matahari. *Jurnal Sains Dan Matematika. Vol. 20, No. 2, Hal. 26-9.*
- [4] Kumar, M. S., Sonawane, S. H. and Aniruddha, B. 2017. Degradasi of methylene Blue Dye in Aqueous Solution Using Hydrodynamic Cavitation Based Hybrid Advanced Oxidation Processes. *Jurnal Chemical Engineering and Processing.*
- [5] Cahiskan, Y., Yatmaz, H. C. and Bektas, N. 2017. Photocatalytic Oxidation of High Concentrated Dye Solutions Enhanced by Hydrodynamic Cavitation in a Pilot Reactor. *Journal Process Safety and Environment Protection.*
- [6] Zhang, X. Hao, C., Ma, C., Shea, Z., Gun, J. Sun, R. 2019. Study on Sonocatalytic Degradation of Rhodamin B in Aqueous Solution. *Ultrasonics Sonochemistry.*

- [7] Helbianurramadan, M., Hindryawati, N. dan Julia N. S, R. R. D. 2017. Aktivasi Deoiled Spent Bleaching Earth (SBE) Dengan Menggunakan Metode Ultrasonik Untuk Mengadsorpsi Ion Logam  $Pb^{2+}$ . *Jurnal Atomik. Vol. 02, No. 2, Hal. 241-47.*
- [8] Rayendra, A .F., Wardhani, S. dan Tjahjanto, R. T. 2014. Pengaruh Komposisi  $TiO_2$  Bentonit Biru. *Jurnal Ilmu Kimia. Vol. 2, No. 2, Hal. 555-61.*
- [9] Widyastuti, L. 2007. Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel Dengan Menggunakan Katalis KOH. Skripsi. FMIPA Negeri Semarang.