

Sintesis, Karakterisasi dan Aplikasi Fotokatalis TiO_2 Doping Layered Double Hydroxides (LDH) pada Degradasi Zat Warna Methylene Blue

Hasmalina Nasution^{1*}, Retno Hidayati¹

¹ Program Studi Kimia, Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam & Kesehatan,
Universitas Muhammadiyah Riau

Jl Tuanku Tambusai Kota Pekanbaru, 28292 Riau

*Corresponding Email: hasmalinanst@umri.ac.id

Abstrak

Peningkatan aktivitas industri tekstil menghasilkan limbah cair yang mengandung zat warna sintetis seperti metilen biru (MB), yang bersifat toksik, persisten, dan sulit terdegradasi secara alami. Sintesis katalis dilakukan menggunakan metode kopresipitasi dengan rasio molar $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ sebesar 3, dilanjutkan kalsinasi pada suhu 300 °C. Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) menunjukkan keberadaan fase anatase TiO_2 serta puncak khas LDH yang menandakan keberhasilan modifikasi. Analisis BET menunjukkan luas permukaan sebesar 15,027 m^2/g dengan karakter pori hierarkis (mesopori–makropori). Uji fotodegradasi dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi MB (10 dan 20 ppm), dosis katalis (0,025 g, 0,05 g, dan 0,10 g), pH (4, 7, 10), waktu reaksi (60, 90, dan 120 menit), serta keberadaan sinar UV. Hasil menunjukkan bahwa kondisi optimum dicapai pada konsentrasi 10 ppm, dosis katalis 0,10 g, pH 10, dan waktu reaksi 120 menit di bawah penyinaran UV. Pada kondisi tersebut, katalis TiO_2/MgAl menghasilkan efisiensi degradasi tertinggi sebesar 95%, diikuti oleh $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$ sebesar 90% dan TiO_2/ZnAl sebesar 86%. Peningkatan kinerja pada pH basa dikaitkan dengan pembentukan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang lebih reaktif, sehingga mempercepat pemecahan senyawa MB. Berdasarkan hasil karakterisasi dan uji kinerja, TiO_2 –LDH efektif menurunkan parameter pencemar limbah metilen biru (MB) dan berpotensi sebagai alternatif teknologi pengolahan limbah cair berbasis fotokatalitik.

Kata kunci: fotokatalis, TiO_2 , layered double hydroxide, metilen biru, degradasi

Abstract

The rapid growth of the textile industry has led to the increasing generation of wastewater containing synthetic dyes such as methylene blue (MB), which are toxic, persistent, and resistant to natural degradation. In this study, TiO_2 –layered double hydroxide (TiO_2 –LDH) photocatalysts were synthesized using the coprecipitation method with an $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ molar ratio of 3, followed by calcination at 300 °C. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the presence of the anatase TiO_2 phase and characteristic LDH diffraction peaks, indicating the successful formation of the TiO_2 –LDH composite. Brunauer–Emmett–Teller (BET) analysis revealed a specific surface area of 15.027 $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ with a hierarchical mesoporous–macroporous structure. The photocatalytic degradation performance was evaluated by varying the MB concentration (10 and 20 ppm), catalyst dosage (0.025, 0.05, and 0.10 g), solution pH (4, 7, and 10), reaction time (60, 90, and 120 min), and UV irradiation. The optimum degradation conditions were achieved at an MB concentration of 10 ppm, catalyst dosage of 0.10 g, pH 10, and a reaction time of 120 min under UV irradiation. Under these conditions, the TiO_2/MgAl photocatalyst exhibited the highest degradation efficiency of 95%, followed by $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$ (90%) and TiO_2/ZnAl (86%). The enhanced photocatalytic activity under alkaline conditions was attributed to the increased generation of highly reactive hydroxyl radicals ($\bullet\text{OH}$), which accelerated the degradation of MB molecules. Based on the characterization results and photocatalytic performance, the TiO_2 –LDH composites demonstrated excellent potential for the removal of methylene blue from aqueous solutions and represent a promising alternative photocatalytic material for wastewater treatment applications.

Keywords: photocatalysis; TiO_2 ; layered double hydroxide (LDH); methylene blue; photocatalytic degradation.

1. PENDAHULUAN

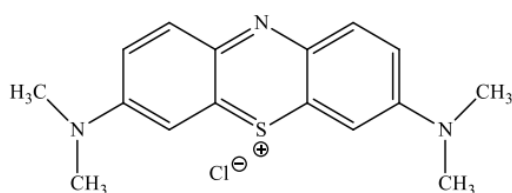
Peningkatan industrialisasi dan pertumbuhan populasi di hampir seluruh dunia memicu permasalahan pencemaran air serta

kelangkaan sumber air bersih. Kondisi ini berdampak pada menurunnya kualitas air yang pada akhirnya menyebabkan keterbatasan ketersediaan air layak konsumsi. Industri tekstil

merupakan sektor utama dalam pemakaian zat pewarna untuk serat, sehingga penurunan kadar warna pada limbah tekstil menjadi isu lingkungan yang signifikan. Hal ini diperkuat dengan adanya regulasi di banyak negara yang mewajibkan pengurangan warna pada air limbah industri (Wati *et al.*, 2021).

Zat pewarna yang digunakan dalam industri tekstil umumnya berasal dari zat warna sintetis, salah satunya adalah metilen biru. Metilen biru termasuk senyawa kompleks aromatik heterosiklik bermuatan kation yang memiliki struktur cincin benzena, sehingga sulit terurai di lingkungan dan berpotensi membahayakan kesehatan. Namun, 95% dari penggunaannya dibuang sebagai limbah yang dapat merusak ekosistem lingkungan (Burhanudin *et al.*, 2025).

Dalam ekosistem perairan, zat pewarna ini mampu menghalangi penetrasi cahaya, menurunkan laju fotosintesis, serta menghambat pertumbuhan organisme akuatik (Afandy & sawali, 2025). Struktur kimia metilen biru sebagai salah satu zat warna kationik yang banyak digunakan dalam industri tekstil disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Metilen Biru

Salah satu metode penanganan limbah zat pewarna adalah pemanfaatan material fotokatalis. Material ini memiliki kemampuan untuk menguraikan senyawa organik maupun polutan yang terdapat dalam air limbah industri. Suatu material fotokatalis mampu mempercepat laju reaksi oksidasi maupun reduksi melalui reaksi fotokimia. Material fotokatalis yang sering digunakan yaitu material semikonduktor oksida logam. Contoh material semikonduktor oksida logam antara lain TiO₂, CuO, ZnO, dan Fe₂O₃. Pada penelitian kali ini, ZnO mendapat perhatian yang besar karena peranannya sebagai fotokatalis sehingga dapat diaplikasikan pada proses fotodegradasi zat warna (Burhanudin *et al.*, 2025).

Penelitian (Berede *et al.*, 2024) menunjukkan bahwa material katalis berbasis *layered double hydroxide* (LDH) CuO/MgAl

dengan rasio molar 1:2 mampu mencapai efisiensi degradasi metilen biru (MB) hingga 99,20%, mengindikasikan performa fotokatalitik yang sangat tinggi. Selanjutnya, menurut penelitian (Du *et al.*, 2023), katalis g-C₃N₄-ZnAl LDH menunjukkan hasil degradasi *tetracycline hydrochloride*, yaitu 95%.

Berdasarkan kajian literatur, penelitian mengenai komposit TiO₂-LDH umumnya masih berfokus pada penggunaan satu jenis LDH sebagai material pendukung TiO₂, sedangkan kajian komparatif mengenai pengaruh variasi komposisi logam penyusun LDH (MgAl, ZnAl, dan MgZnAl) terhadap karakteristik struktur dan aktivitas fotokatalitik masih sangat terbatas. Oleh karena itu, penelitian ini mengembangkan komposit TiO₂/MgAl, TiO₂/ZnAl, dan TiO₂/MgZnAl melalui metode kopresipitasi serta mengevaluasi hubungan antara komposisi logam LDH, karakteristik material, dan efisiensi degradasi metilen biru. Kebaruan penelitian ini terletak pada penyajian hubungan komposisi LDH terhadap sifat struktur dan kinerja fotokatalitik TiO₂, sehingga diperoleh komposisi LDH yang paling efektif sebagai pendukung TiO₂ untuk degradasi zat warna.

2. METODOLOGI

2.1 Alat Dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *furnace* (Bio-Base), oven (Memert), *sentrifus*, neraca analitik (Shimadzu ATX224R), *hotplate stirrer* (DLAB MS H280-Pro), alat gelas, pH meter (OHAUS AB33PH-F), *X-Ray diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX 6510 LA), *Spektrofotometer UV-Vis* (Shimadzu, Uv-1900), dan *Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis DRS SPECORD 210 PLUS).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Magnesium Nitrate Hexahydrate (Mg(NO₃)₂·6H₂O), Aluminium Nitrat Nonahydrat (Al(NO₃)₃·9H₂O), Zinc Nitrate Hexahydrate (Zn(NO₃)₂·6H₂O), Sodium Hidroksida (NaOH), Titanium Oksida P25 (TiO₂), Asam Sulfat (H₂SO₄), Kalium dikormat (K₂Cr₂O₇), Perak Sulfat (Ag₂SO₄), Merkuri Sulfat (HgSO₄), Kalium Hidrogen Phtalat (KHP), Natrium Bikarbonat (NaHCO₃), Aquadest, Metilen Biru (MB), kertas saring, larutan Buffer pH 4,7 dan 10.

2.2 Prosedur Kerja

2.2.1 Sintesis Katalis *Layered Double Hydroxides* (LDH)

Prosedur untuk menyiapkan hidroksida ganda berlapis Zn/Al LDH. Larutan 50 mL yang mengandung $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada konsentrasi 0,75 M dengan larutan 50 mL yang mengandung $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ pada konsentrasi 0,25 M. Campuran yang dihasilkan kemudian dilakukan stirrer selama 2 jam. Untuk mencapai tingkat pH 10, NaOH ditambahkan ke dalam campuran. Campuran tersebut selanjutnya distirrer selama 10 jam pada suhu 80°C. Setelah penyaringan dan pembilasan dengan air suling, dikeringkan dengan oven pada suhu 110 °C, dan selanjutnya, berat LDH diukur. Lakukan untuk katalis MgAl LDH dan MgZnAl LDH (Yuliasari, Amri, *et al.*, 2022).

2.2.2 Sintesis TiO_2 -LDH

Larutan TiO_2 didispersikan dalam campuran dengan rasio LDH murni: TiO_2 sebesar 1:4 berat, kemudian distirrer selama 3 jam. Campuran ini kemudian ditambahkan dengan 150 mL NaOH 0,37 M dan diaduk selama 10 jam pada suhu 70°C. Campuran tersebut dicuci dengan air suling dan disaring. dikeringkan dengan oven pada suhu 110 °C. Kemudian filtrat dikalsinasi pada suhu 300 °C dalam tungku selama 7 jam (Berede *et al.*, 2024).

2.3 Degradasi Limbah MB

2.3.1 Pembuatan Kurva Standar MB

Proses pembuatan kurva standar larutan metilen Biru dapat dilakukan dengan cara membuat larutan standar metilen biru dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5 ppm. Masing-masing larutan standar metilen biru tersebut kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm. Tahap selanjutnya yaitu membuat kurva standar metilen biru dengan memplot konsentrasi vs absorbansi.

2.3.2 Pengaruh pH Katalis TiO_2 -LDH

Diambil 100 mL larutan limbah cair MB dengan konsentrasi 10 ppm menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker 250 mL diukur pH awal, lalu diatur pH larutan menjadi pH 4, 7 dan 10 untuk menentukan kondisi pH optimum, ditambahkan katalis dengan berat 0,1 g. Kemudian diaduk menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu ruang selama 60 menit. Kemudian *sentrifugasi* selama 20 menit dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan katalis. Selanjutnya, dilakukan pengujian dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.3.3 Pengaruh Massa Katalis TiO_2 -LDH

Diambil 100 mL larutan limbah cair MB pada konsentrasi 10 ppm menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass 250 mL, diukur pH awal, kemudian ditambahkan katalis dengan 3 variasi, yaitu 0,025 g, 0,05 g, dan 0,1 g. Kemudian diaduk menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu ruang selama 60 menit. Selanjutnya, disentrifugasi selama 20 menit dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan katalis. Lakukan pengujian dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.3.4 Pengaruh waktu kontak TiO_2 -LDH

Diambil 100 mL larutan limbah cair MB menggunakan pipet volume. Kemudian dimasukkan ke dalam beaker 250 mL lalu diatur pH (kondisi optimum dan ditambahkan katalis (kondisi optimum). Kemudian diaduk menggunakan *hotplate stirrer* pada suhu ruang selama 60, 90 dan 120 menit dan sentrifuge 20 menit dengan kecepatan 2000 rpm untuk memisahkan katalis. Selanjutnya, dilakukan pengujian dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 664 nm.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Sintesis TiO_2 -LDH

Layered double hydroxides (LDHs) lebih umum disintesis melalui metode kopresipitasi. Proses sintesis ini memperhatikan susunan komposisi unsur logam, interkalasi anion, dan rasio karbonat terhadap NaOH dan NaHCO_3 sebagai pereaksi pengendap. Penelitian ini menggunakan rasio mol $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ sebesar 3 dan rasio mol NaOH/ Na_2CO_3 sebesar 2. LDH murni mengandung berbagai rasio logam valensi 2^+ (M^{2+}) terhadap valensi 3^+ (M^{3+}).

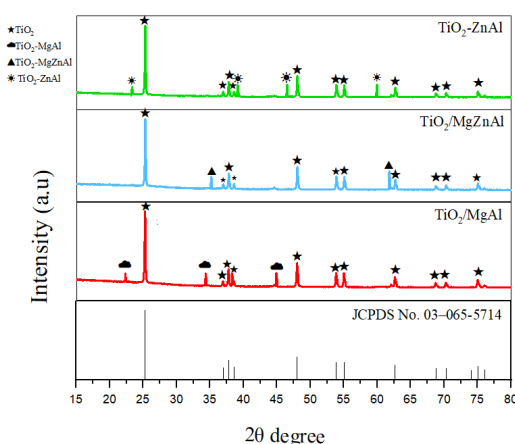
Hasil persentase rendemen pada penelitian ini didapatkan pada sintesis katalis, yakni TiO_2/MgAl LDH sebanyak 87%, TiO_2/ZnAl LDH sebanyak 83%, dan $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$ sebanyak 67%. Perbedaan hasil rendemen pada sintesis berbagai jenis katalis TiO_2 -LDH, yaitu TiO_2/MgAl LDH sebesar 87%, TiO_2/ZnAl LDH sebesar 83%, dan $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$ LDH sebesar 67%, disebabkan oleh perbedaan sifat kimia dan kestabilan struktur dari masing-masing logam yang digunakan. Ion Mg^{2+} memiliki kecenderungan membentuk struktur LDH yang lebih stabil karena ukuran ioniknya yang sesuai dan afinitas tinggi terhadap Al^{3+} dalam kondisi alkali, sehingga menghasilkan rendemen yang lebih tinggi (Pavlovic *et al.*, 2016). Pada TiO_2/ZnAl LDH, meskipun Zn^{2+} mampu membentuk struktur LDH, kestabilannya sedikit

lebih rendah dibandingkan dengan Mg²⁺, yang dapat menyebabkan terbentuknya fase non-LDH atau kehilangan material selama proses sintesis, sehingga rendemennya menurun.

Rendemen terendah ditemukan pada TiO₂/MgZnAl LDH, yang melibatkan tiga jenis ion logam (Mg²⁺, Zn²⁺, dan Al³⁺). Kombinasi ini dapat mengganggu keteraturan kristal dan mengurangi efisiensi kopresipitasi akibat kompetisi antar ion dalam membentuk struktur lapis ganda yang stabil. Selain itu, kemungkinan terbentuknya fase amorf atau tidak larut secara sempurna juga meningkat, sehingga menyebabkan kehilangan material selama tahap filtrasi dan pencucian. Oleh karena itu, kestabilan kimia dan kesesuaian rasio molar logam sangat memengaruhi rendemen akhir dalam sintesis katalis berbasis TiO₂-LDH (Yuliasari, Wijaya, *et al.*, 2022).

3.2 Karakterisasi Katalis menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk menentukan struktur, tingkat kristalinitas, dan tingkat kemurnian. Analisis ini dilakukan dengan difraksi sinar X. Pola difraktogram hasil karakterisasi XRD dari komposit TiO₂-LDH yang meliputi TiO₂/MgAl, TiO₂/ZnAl, dan TiO₂/MgZnAl disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2 Hasil Uji Katali XRD

Pola difraktogram dari TiO₂-LDH ditunjukkan pada Gambar 2. Hasil difraktogram TiO₂ menunjukkan munculnya puncak-puncak tertinggi pada difraksi 2θ, yaitu 25,3° (bidang kristal 101), 37,8° (004), 48,0° (200), 53,9° (105), 55,1° (211), 62,7° (220), 68,7° (204), dan 70,2° (112) yang menunjukkan puncak khas TiO₂ anatase tetragonal berdasarkan (JCPDS Card 01-071-1167).

Hasil difraktogram LDH muncul dipuncak difraksi 2θ sebesar 22,37°, 34,33° untuk sampel Mg/Al, serta 23,25°, 39,11°, 46,53° dan 59,93° untuk sampel Zn/Al dan puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ untuk MgZnAl sebesar 61,8° dan 35,1° mengonfirmasi terbentuknya struktur LDH pada komposit TiO₂-LDH.

Menurut [Click or tap here to enter text.](#) 11,52°, 23,25°, 34,45°, 39,11°, 46,53°, 59,93°, dan 61,67°. Puncak-puncak ini sesuai dengan bidang kristalografi (003), (006), (009), (015), (018), (110), dan (113) dari LDH mirip hidrotalsit (JCPDS no. 38-0486). Puncak difraksi MgAl LDH muncul pada 2θ = 11,23° (003), 22,37° (006), 34,33° (012), 38,34° (015), dan 44,9° (018) (JCPDS 38-0487). Puncak difraksi pada 10-11° (003) dan 60-62° (110) (113) merupakan puncak khas untuk bahan berbasis LDH, di mana puncak ini masing-masing menunjukkan bahwa bahan tersebut memiliki jarak antar lapisan dan kation logam tersebar merata (Rohmatullaili *et al.*, 2024).

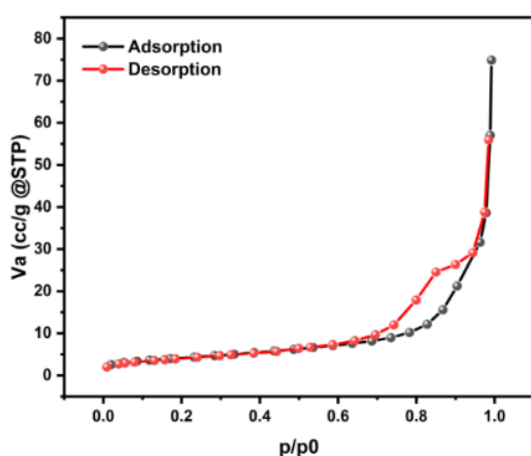
Pola difraksi XRD menunjukkan bahwa puncak utama anatase TiO₂ tetap berada pada posisi yang sama setelah dikombinasikan dengan LDH, sehingga tidak terjadi pergeseran puncak (peak shift) yang signifikan. Namun, munculnya puncak karakteristik LDH disertai perubahan intensitas dan tumpang tindih (overlapping) beberapa puncak difraksi mengindikasikan adanya interaksi antarmuka (interface interaction) antara TiO₂ dan LDH. Interaksi ini menunjukkan keberhasilan pembentukan komposit TiO₂-LDH tanpa mengubah struktur kristal anatase TiO₂, yang berpotensi meningkatkan pemisahan pasangan elektron-hole sehingga aktivitas fotokatalitik menjadi lebih baik.

Keberadaan puncak anatase TiO₂ yang masih teridentifikasi setelah proses modifikasi menunjukkan bahwa struktur kristal TiO₂ tetap terjaga dan tidak mengalami transformasi menjadi fase rutil selama proses sintesis maupun kalsinasi pada suhu 300 °C. Munculnya puncak khas LDH secara bersamaan mengindikasikan bahwa material TiO₂ berhasil terdispersi pada lapisan LDH tanpa merusak struktur dasar kedua material. Interaksi antara TiO₂ dan LDH diperkirakan membentuk heterojunction yang mampu meningkatkan pemisahan pasangan elektron-hole (e⁻/h⁺), sehingga mengurangi laju rekombinasi muatan. Kondisi ini menjadi faktor penting yang berkontribusi terhadap meningkatnya aktivitas

fotokatalitik pada proses degradasi metilen biru dibandingkan TiO₂ murni.

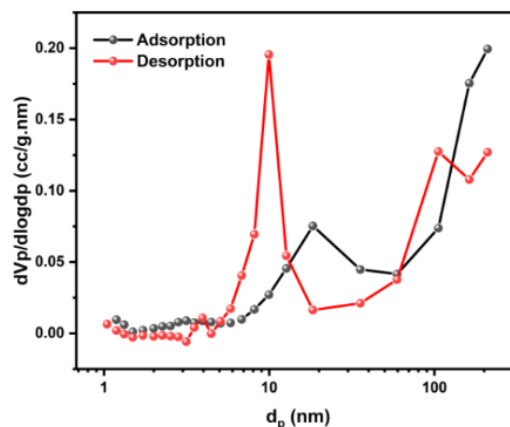
3.3. Karakterisasi Katalis menggunakan Brunauer Emmet Teller (BET)

Analisis BET digunakan untuk mengkarakterisasi luas permukaan, distribusi pori, dan desorpsi suatu material. Prinsip dasar alat ini menggunakan mekanisme adsorpsi gas (nitrogen, argon, dan helium) pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu konstan, biasanya suhu didih dari gas tersebut (Feng *et al.*, 2024). Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen hasil karakterisasi BET untuk menentukan luas permukaan dan karakteristik pori katalis disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3 Kurva Isotherm N₂

Gambar 3 di atas menunjukkan bahwa sampel memiliki jenis isotermik tipe IV menurut klasifikasi IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry). Ukuran pori dari sampel telah diukur dengan *BJH pore distribution*. Sampel memiliki luas permukaan spesifik 15,027 m²/g, volume pori adsorpsi 0,1145 cm³/g, volume pori desorpsi 0,1161 cm³/g, rata-rata jari-jari pori adsorpsi 13,0205 nm dan desorpsi 11,5045 nm (Thommes *et al.*, 2015).



Gambar 4 Pore Distribution

Distribusi ukuran pori (*pore size distribution*) katalis TiO₂-MgAl hasil analisis BET disajikan pada Gambar 4 menunjukkan bahwa katalis TiO₂-MgAl memiliki distribusi ukuran pori yang didominasi oleh mesopori dengan puncak utama sekitar ~10 nm. Puncak yang lebih tajam pada kurva desorpsi menandakan adanya karakter pori bertipe ink-bottle. Selain itu, terlihat kontribusi pori berukuran lebih besar yang mengindikasikan keberadaan makropori. Kombinasi mesopori dan makropori ini menunjukkan bahwa katalis memiliki porositas hierarkis yang mendukung peningkatan luas permukaan aktif serta mempermudah difusi reaktan, sehingga berpotensi meningkatkan kinerja katalitik (Xu *et al.*, 2023; Ghasemzadeh *et al.*, 2025).

Struktur mesopori dengan diameter sekitar 10–13 nm memberikan jalur difusi yang lebih mudah bagi molekul metilen biru menuju situs aktif katalis. Selain itu, keberadaan porositas hierarkis mesopori-makropori mendukung perpindahan massa sehingga meningkatkan peluang interaksi antara polutan dan radikal hidroksil selama proses fotodegradasi. Struktur pori hierarkis yang didominasi mesopori menunjukkan bahwa katalis memiliki jalur difusi yang baik bagi molekul metilen biru menuju situs aktif. Kondisi ini mendukung proses adsorpsi dan mempercepat kontak antara polutan dengan radikal hidroksil, sehingga meningkatkan efisiensi fotodegradasi.

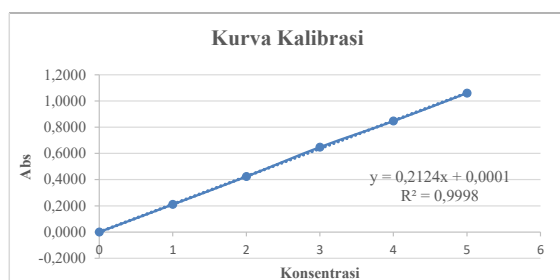
3.4 Aplikasi Katalis Untuk Degradasi Limbah Metilen Biru

3.4.1 Pembuatan Larutan Standar Kurva Metilen Biru

Dalam analisis kurva kalibrasi, linearitas dalam spektrofotometri UV-Vis

merujuk pada hubungan linear antara absorbansi suatu sampel dengan konsentrasinya. Uji linearitas ini penting untuk memastikan bahwa metode analisis kuantitatif menggunakan spektrofotometri UV-Vis dapat memberikan hasil yang akurat dan terpercaya. Linearitas umumnya dinilai dengan grafik yang menunjukkan hubungan antara absorbansi dan konsentrasi, dan diukur dengan koefisien korelasi (r).

Koefisien korelasi (r) menunjukkan arah dan kekuatan hubungan linier antara dua variabel, misalnya antara konsentrasi dan absorbansi. Sementara R^2 menunjukkan seberapa baik data mengikuti garis lurus (regresi). Semakin dekat ke angka 1, berarti semakin akurat garis lurus/garis regresi. Secara umum, nilai R^2 yang dianggap baik pada kurva kalibrasi adalah $\geq 0,995$. Semakin dekat nilai R^2 dengan 1,00, semakin baik model kalibrasi tersebut dalam menggambarkan data (Dzurriatul Maghfiroh *et al.*, 2022). Kurva kalibrasi larutan standar metilen biru yang digunakan sebagai dasar penentuan konsentrasi sampel disajikan pada Gambar 5.



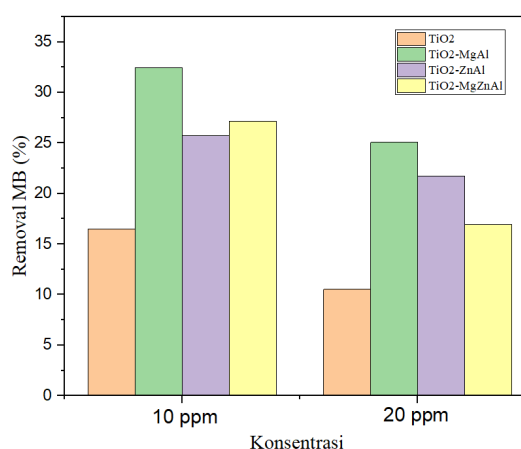
Gambar 5 Kurva Kalibrasi Metilen Biru (MB)

Menunjukkan kurva kalibrasi larutan standar MB. Dapat dilihat bahwa kurva kalibrasi larutan standar MB tersebut mempunyai garis singgung yang linier. Bentuk kurva yang didapatkan mengikuti hukum Lambert-Beer, yaitu dengan meningkatnya konsentrasi maka absorbansi yang dihasilkan semakin tinggi. Dari persamaan garis pada kurva tersebut, didapatkan regresi linier hubungan antara absorbansi dan konsentrasi larutan standar MB adalah $y = 0,2124x + 0,0001$, di mana y adalah nilai absorbansi dan x adalah kadar MB. Hasil ini menunjukkan bahwa kandungan MB dalam konsentrasi absorbansi berkorelasi positif dan korelasinya erat ($R^2 = 0,9998$). Nilai koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9998 berarti kurva pada gambar mempunyai keakuratan dalam menentukan konsentrasi sebesar 99,98%. Nilai

koefisien determinasi menunjukkan kelayakan penggunaan grafik dalam pengujian.

3.4.2 Pengaruh Variasi Konsentrasi Metilen Blue

Variasi konsentrasi pada metilen biru yang digunakan di antaranya 20 ppm dan 10 ppm. Dilakukan uji pada beberapa konsentrasi untuk melihat kemampuan katalis dalam mendegradasi MB pada konsentrasi tersebut. Hasil pengaruh variasi konsentrasi metilen biru terhadap efisiensi fotodegradasi menggunakan katalis TiO_2 -LDH disajikan pada Gambar 6. Didapatkan kondisi optimum pada konsentrasi 10 ppm. Semakin besar konsentrasi larutan MB yang digunakan maka % degradasi semakin menurun.



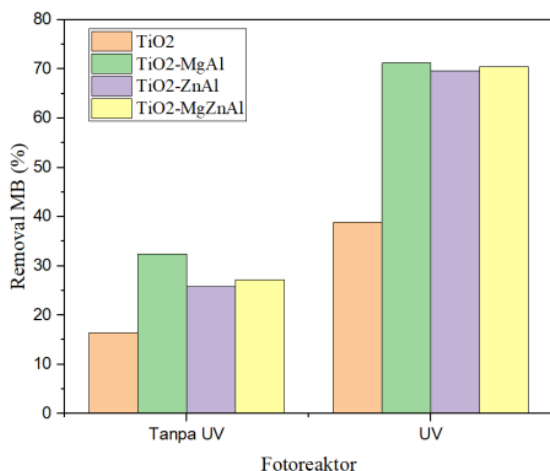
Gambar 6 Pengaruh Variasi Konsentrasi

Pada penelitian (Wahyu *et al.*, 2014) variasi konsentrasi MB yang menunjukkan semakin besar konsentrasi metilen biru maka laju degradasi semakin rendah. Peningkatan konsentrasi awal metilen biru menyebabkan panjang jalur foton yang menyinari larutan dan sampai pada katalis akan menurun, sehingga menurunkan laju degradasi. Laju degradasi berhubungan dengan pembentukan OH radikal ($\bullet\text{OH}$) yang merupakan spesies paling penting dalam proses degradasi. Penurunan efisiensi degradasi pada konsentrasi 20 ppm menunjukkan bahwa jumlah molekul metilen biru telah melebihi kapasitas situs aktif katalis. Akibatnya, penetrasi sinar UV ke permukaan katalis berkurang sehingga pembentukan radikal hidroksil menjadi kurang optimal.

3.4.3 Pengaruh Variasi Fotoreaktor

Pengaruh fotodegradasi pada kondisi optimal menunjukkan bahwa pada saat penambahan sinar UV dengan dosis 0,1 gram dan waktu 60 menit, degradasinya lebih tinggi, mencapai 70%, sedangkan pada kondisi tanpa

sinar UV didapatkan sebesar 30%. Perbandingan efisiensi fotodegradasi metilen biru pada kondisi dengan dan tanpa penyinaran UV disajikan pada Gambar 7.

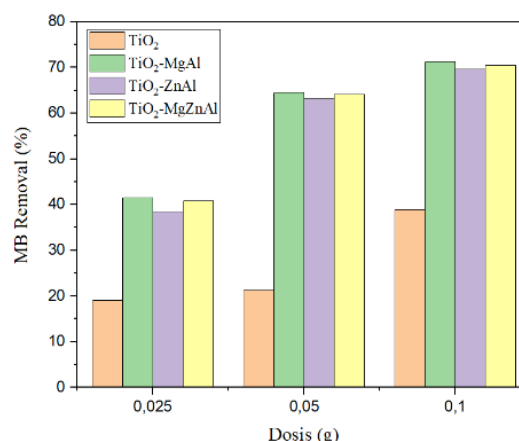


Gambar 7 Pengaruh Variasi Fotoreaktor

Dari gambar 7 terlihat pada kondisi tanpa UV diperoleh nilai degradasi rendah karena tidak ada sumber sinar, akibatnya energi foton untuk menghasilkan radikal $\bullet\text{OH}$ lemah, oleh karena itu, metilen biru hanya teradsorpsi pada permukaan katalis dan degradasinya menjadi tidak optimal. Pada kondisi penyinaran diperoleh sinar UV yang memberikan hasil degradasi yang lebih tinggi. Hal ini terjadi ketika partikel semikonduktor berada dalam cairan dan disinari oleh sinar UV, baik yang berasal dari lampu UV maupun cahaya matahari, menghasilkan pasangan elektron dan *hole*. Munculnya *hole* yang bisa berinteraksi dengan pelarut air membentuk radikal sehingga akan memecah senyawa-senyawa yang ada di larutan metilen biru (Islammiyati *et al.*, 2022).

3.4.4 Pengaruh Variasi Dosis

Pada penelitian ini dilakukan variasi massa, yaitu 0,025 g, 0,05 g, dan 0,1 g. Dilakukannya variasi dosis bertujuan untuk melihat kondisi dosis optimum dan kemampuan katalis dalam mendegradasi dalam skala dosis kecil. Pada variasi dosis, digunakan metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm, lalu dilakukan degradasi selama 60 menit. Setelah degradasi, masing-masing larutan dipipetkan sebanyak 10 mL dalam labu ukur 50 mL dan diberi akuades hingga tanda batas. Kemudian disentrifugasi selama 20 menit dengan kecepatan 2000 rpm bertujuan memisahkan katalis yang terdapat dalam sampel agar tidak memengaruhi nilai adsorbansi. Nilai adsorbansi sampel diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV pada panjang gelombang optimum 664 nm.



Gambar 8 Pengaruh Variasi Dosis

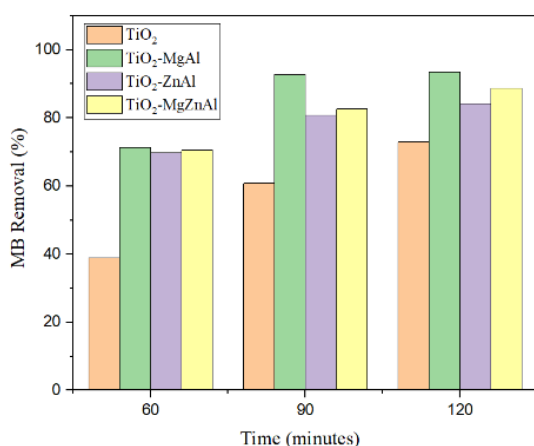
Pengaruh variasi dosis katalis TiO₂-LDH terhadap efisiensi degradasi metilen biru disajikan pada Gambar 8, Terlihat bahwa peningkatan dosis katalis berpengaruh terhadap persentase degradasi metilen biru (MB). Semakin besar dosis katalis yang digunakan, semakin tinggi efisiensi degradasi yang diperoleh karena jumlah situs aktif pada permukaan katalis meningkat, sehingga pembentukan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) menjadi lebih banyak dan proses oksidasi metilen biru berlangsung lebih efektif. Katalis TiO₂ murni menunjukkan aktivitas fotokatalitik paling rendah, sedangkan katalis yang dimodifikasi dengan LDH (TiO₂/MgAl, TiO₂/ZnAl, dan TiO₂/MgZnAl) memberikan aktivitas yang lebih tinggi. Pada dosis optimum 0,10 g, komposit TiO₂/MgAl menghasilkan efisiensi degradasi tertinggi dibandingkan komposit lainnya, menunjukkan bahwa modifikasi TiO₂ dengan LDH mampu meningkatkan jumlah situs aktif dan memperbaiki kinerja fotokatalitik.

3.4.5 Pengaruh Variasi Waktu

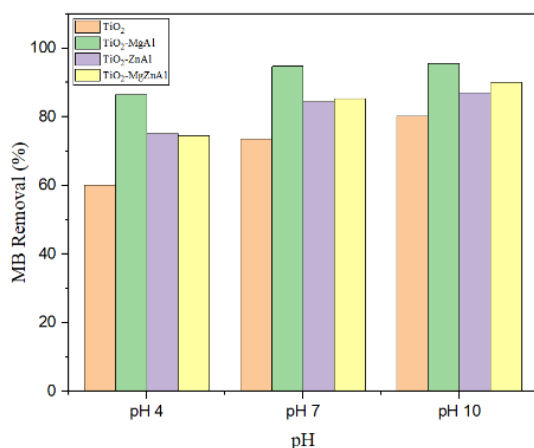
Pengaruh waktu katalis dilakukan untuk melihat waktu yang dibutuhkan katalis untuk mencapai kondisi optimum. Variasi waktu yang digunakan dalam penelitian adalah 60, 90 dan 120 menit. Semua katalis dikontakkan dengan metilen biru konsentrasi 10 ppm, dosis 0,1 g. Hasil degradasi variasi waktu dengan kondisi pH optimum dapat dilihat pada gambar. Pada kondisi basa, konsentrasi ion OH⁻ lebih tinggi sehingga *hole* (h^+) yang terbentuk pada permukaan TiO₂ lebih mudah bereaksi menghasilkan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$). Radikal hidroksil tersebut berperan sebagai spesies oksidatif utama dalam mendegradasi metilen biru.

Pengaruh variasi waktu reaksi terhadap efisiensi fotodegradasi metilen biru

menggunakan katalis TiO_2 -LDH disajikan pada Gambar 9. Terlihat bahwa semakin lama waktu penyinaran UV, aktivitas fotodegradasi semakin meningkat. Semakin lama waktu penyinaran oleh sinar UV maka akan semakin banyak elektron yang tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga makin banyak *hole* h^+ yang terbentuk (Patiung, 2014). Semakin lama waktu penyinaran, semakin banyak pasangan elektron-hole yang terbentuk pada permukaan TiO_2 , sehingga jumlah spesies oksidatif aktif meningkat. Akibatnya, molekul metilen biru terdegradasi secara lebih sempurna.



Gambar 9 Pengaruh Variasi Waktu



Gambar 10 Pengaruh Variasi pH

3.4.6 Pengaruh Variasi pH

Pada penelitian ini dilakukan variasi pH yaitu pH 4, 7 dan 10. Dilakukannya variasi pH bertujuan untuk melihat kondisi pH optimum dan kemampuan katalis dalam mendegradasi pada pH asam atau basa. Pengaturan pH dengan menambahkan HCl 0,1 M atau NaOH 0,1 M. Pada variasi pH, digunakan larutan metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm, lalu dilakukan degradasi selama 120 menit. Setelah degradasi, masing-masing larutan dipipetkan sebanyak 10 mL dalam labu ukur 50 mL dan diberi akuades

hingga tanda batas pada labu ukur tersebut. Kemudian disentrifugasi selama 20 menit dengan kecepatan 2000 rpm dengan tujuan untuk memisahkan katalis yang terdapat di dalam sampel, lalu diukur nilai absorbansi menggunakan alat spektrofotometer UV pada panjang gelombang optimum 664 nm.

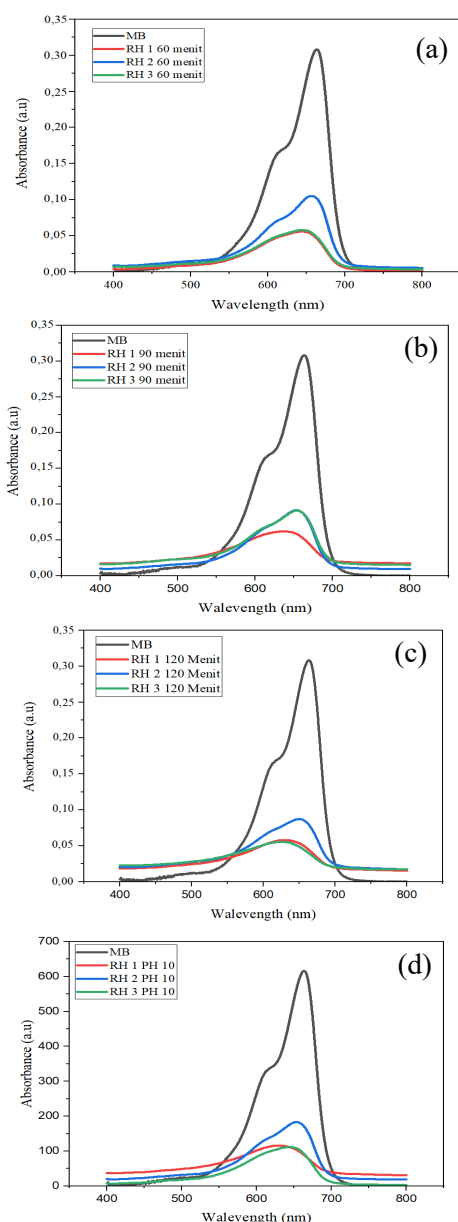
Pengaruh variasi pH larutan terhadap efisiensi degradasi metilen biru oleh katalis TiO_2 -LDH disajikan pada Gambar 10 menunjukkan bahwa variasi pH berpengaruh nyata terhadap efektivitas degradasi metilen biru (MB) oleh berbagai jenis katalis. Pada pH 4, efisiensi degradasi masih rendah, di mana TiO_2 hanya mampu menghilangkan sekitar 61% zat warna MB. Namun, pada pH 7 dan pH 10, degradasi meningkat menjadi 74% dan 81%, berturut-turut. Katalis $\text{TiO}_2\text{-MgAl}$ menunjukkan hasil tertinggi pada semua pH, dengan degradasi mencapai 88% (pH 4), 94% (pH 7), dan 95% (pH 10). Katalis $\text{TiO}_2\text{-ZnAl}$ menghasilkan degradasi sebesar 74% pada pH 4, lalu meningkat menjadi 86% pada pH 10.

Sementara $\text{TiO}_2\text{-MgZnAl}$ mengalami peningkatan dari 75% (pH 4) menjadi 90% (pH 10). Hal ini menunjukkan bahwa kondisi basa mendukung proses pembentukan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang sangat reaktif dalam memecah senyawa MB. Efisiensi degradasi tertinggi pada pH 10 menunjukkan bahwa kondisi basa mempercepat pembentukan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) dari ion OH^- . Selain itu, permukaan katalis cenderung bermuatan negatif sehingga meningkatkan interaksi elektrostatik dengan metilen biru yang bersifat kationik. Akibatnya, proses adsorpsi dan fotodegradasi berlangsung lebih efektif.

3.4.7 Uji Kualitatif Limbah MB

Uji kualitatif metilen biru (MB) dilakukan untuk melihat perubahan spektrum absorbansi sebagai indikator keberhasilan proses fotodegradasi. Spektrum UV-Vis hasil uji kualitatif fotodegradasi metilen biru pada berbagai waktu reaksi dan kondisi optimum ditunjukkan pada Gambar 11 bahwa larutan MB memiliki puncak serapan tertinggi pada panjang gelombang sekitar 664 nm. Pada grafik (a), setelah perlakuan selama 60 menit, terjadi penurunan intensitas absorbansi terhadap MB oleh ketiga jenis katalis (RH1, RH2, RH3), yang menandakan terjadinya awal degradasi. Seiring bertambahnya waktu reaksi, seperti pada grafik (b) selama 90 menit dan (c) selama 120 menit, intensitas absorbansi semakin menurun. Hal ini

menunjukkan bahwa semakin lama waktu reaksi, semakin besar pula jumlah MB yang terdegradasi.



Gambar 11 Uji Panjang Gelombang (a) Waktu 60 Menit, (b) Waktu 90 Menit, (c) Waktu 120 Menit, (d) pH 10; Waktu 120 menit

Grafik (d) menunjukkan fotodegradasi selama 120 menit pada kondisi pH 10, di mana terlihat penurunan absorbansi yang lebih signifikan dibanding kondisi netral. Dari seluruh grafik, terlihat bahwa katalis RH1 ($\text{TiO}_2\text{-MgAl}$) menunjukkan penurunan absorbansi paling signifikan, yang berarti memiliki kemampuan fotokatalitik paling baik dibandingkan RH2 dan RH3. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa peningkatan waktu reaksi dan kondisi pH

basa sangat berpengaruh dalam meningkatkan efisiensi degradasi MB serta efektivitas kerja katalis.

Secara keseluruhan, hasil penelitian menunjukkan bahwa modifikasi TiO_2 dengan LDH berhasil meningkatkan aktivitas fotokatalitik dibandingkan TiO_2 murni. Peningkatan ini tidak hanya dipengaruhi oleh karakteristik struktur kristal yang tetap stabil, tetapi juga oleh terbentuknya interaksi antarmuka $\text{TiO}_2\text{-LDH}$ yang mendukung pemisahan pasangan elektron-hole, serta struktur pori yang mempermudah difusi reaktan menuju situs aktif. Hal tersebut dibuktikan dengan tingginya efisiensi degradasi metilen biru, terutama pada katalis TiO_2/MgAl yang mencapai 95% pada kondisi optimum.

4. KESIMPULAN

Material fotokatalis berbasis $\text{TiO}_2\text{-LDH}$ (TiO_2/MgAl , TiO_2/ZnAl , dan $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$) telah berhasil disintesis melalui metode kopresipitasi dengan rendemen tertinggi diperoleh pada TiO_2/MgAl sebesar 87%, yang dikaitkan dengan kestabilan struktur LDH akibat kesesuaian radius ionik dan afinitas kation Mg^{2+} terhadap Al^{3+} . Karakterisasi XRD mengonfirmasi keberadaan fase anatase TiO_2 serta puncak khas LDH, menunjukkan keberhasilan integrasi komponen pada struktur komposit. Hasil uji fotodegradasi limbah metilen biru mengindikasikan bahwa kondisi optimum dicapai pada konsentrasi 10 ppm, dosis katalis 0,10 g, waktu reaksi 120 menit, dan pH 10 di bawah penyinaran UV. Pada kondisi tersebut, TiO_2/MgAl menunjukkan efisiensi degradasi tertinggi sebesar 95%, diikuti oleh $\text{TiO}_2/\text{MgZnAl}$ dan TiO_2/ZnAl .

Efektivitas degradasi yang tinggi dikaitkan dengan peningkatan pembentukan radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) pada kondisi basa dan penyinaran UV, yang berperan dominan dalam oksidasi senyawa organik. Dengan demikian, modifikasi TiO_2 menggunakan LDH terbukti meningkatkan kinerja fotokatalitik secara signifikan dan berpotensi diaplikasikan dalam pengolahan limbah zat warna sintetis. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa variasi komposisi logam penyusun LDH berpengaruh terhadap karakteristik material dan aktivitas fotokatalitik komposit $\text{TiO}_2\text{-LDH}$, sehingga dapat menjadi dasar dalam pengembangan material fotokatalis yang lebih efektif untuk pengolahan limbah zat warna.

DAFTAR PUSTAKA

- Afandy, M. A., & Sawali, Fikrah Dian Indrawati. (2025). Uji Performa Kombinasi Zeolit Teraktivasi Dan Arang Aktif Pada Proses Adsorpsi Metilen Biru: Pendekatan Eksperimen Dan Pemodelan. *Jurnal Teknologi Kimia Mineral*, 1(4), 52–62.
- Berede, H. T., Andoshe, D. M., Gultom, N. S., Kuo, D. H., Chen, X., Abdullah, H., Wondimu, T. H., Wu, Y. Nan, & Zelekew, O. A. (2024). Photocatalytic Activity Of The Biogenic Mediated Green Synthesized CuO Nanoparticles Confined Into MgAl Ldh Matrix. *Scientific Reports*, 14(1), 1–13. <https://doi.org/10.1038/S41598-024-52547-W>
- Burhanudin, B., Setyaningtyas, T., Riyani Jurusan Kimia, K., Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, F., Jenderal Soedirman, U., & Tengah, J. (2025). Penggunaan Komposit Zno/Perlite Untuk Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru. *Jurnal Sains Dan Edukasi Sains*, 8(2), 150–158. <https://doi.org/10.24246/Juses.V8i2p150-158>
- Du, C., Xu, J., Ding, G., He, D., Zhang, H., Qiu, W., Li, C., & Liao, G. (2023). *Recent Advances In Ldh / G-C 3 N 4 Heterojunction Photocatalysts For Organic Pollutant Removal*.
- Dzurriatul Maghfiroh, Eva Monica, D., & Muhammad Hilmi Afthoni. (2022). Pengembangan Dan Validasi Metode Spektrofotometri Uv Vis Metode Derivatif Untuk Analisis Kafein Dalam Suplemen. *Sainsbertek Jurnal Ilmiah Sains & Teknologi*, 2(2).
- Feng, K., Liu, G., Zhang, Z., Liu, H., Lv, R., Wang, X., Chang, P., Lin, J., & Barakos, G. (2024). Fractal Strategy For Improving Characterization Of N₂ Adsorption–Desorption In Mesopores. *Fractal And Fractional*, 8(11). <https://doi.org/10.3390/Fractalfract8110617>
- Islammiyati, A., Azwar, A., & Asri, A. (2022). Studi Pengaruh Penyinaran Lampu Ultraviolet Pada Kinerja Fotodegradasi Metilen Biru Berfotokatalis Tio₂. *Prisma Fisika*, 10(3), 430–435.
- Mohadi, R., Ahmad, N., Wibiyani, S., Zahara, Z. A., Fitri, E. S., Mardiyanto, Royani, I., & Lesbani, A. (2023). Synthesis Of Zn/Al-Zno Composite Using Zn/Al-Layered Double Hydroxide For Oxidative Desulfurization Of 4-Methyldibenzothiophene. *Science And Technology Indonesia*, 8(4), 701–709. <https://doi.org/10.26554/Sti.2023.8.4.701-709>
- Patiung, Grace. (2014). *Penggunaan Karbon Aktif Cangkang Pala-Tio₂ Untuk Fotodegradasi Zat Warna Metanil Yellow* (Vol. 3, Issue 2).
- Pavlovic, M., Huber, R., Adok-Sipiczki, M., Nardin, C., & Szilagyi, I. (2016). Ion Specific Effects On The Stability Of Layered Double Hydroxide Colloids. *Soft Matter*, 12(17), 4024–4033. <https://doi.org/10.1039/C5sm03023d>
- Rohmatullaili, Ahmad, N., Savira, D., Erwiana, D., Zultriana, Mohadi, R., & Lesbani, A. (2024). A Series Of MgAl Layer Double Hydroxide-Based Materials Intercalated With Clitoria Ternatea Flower Extract As Photocatalysts In The Ciprofloxacin Degradation. *Chemical Physics Impact*, 8(October 2023), 100587. <https://doi.org/10.1016/J.Chphi.2024.100587>
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A. V., Olivier, J. P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., & Sing, K. S. W. (2015). Physisorption Of Gases, With Special Reference To The Evaluation Of Surface Area And Pore Size Distribution (Iupac Technical Report). *Pure And Applied Chemistry*, 87(9–10), 1051–1069. <https://doi.org/10.1515/Pac-2014-1117>
- Wahyu, E., Dini, P., & Wardhani, D. S. (N.D.). *Degradasi Metilen Biru Menggunakan Fotokatalis Zno-Zeolit*.
- Wati, A. M., Mahatmanti, F. W., Jumaeri, J., & Prasetya, A. T. (2021). Adsorpsi Metilen Biru Oleh Abu Layang Batu Bara Yang Teraktivasi Menggunakan Proses Hidrotermal Dengan Bantuan Gelombang Mikro. *Alchemy Jurnal Penelitian Kimia*, 18(1), 58. <https://doi.org/10.20961/Alchemy.18.1.50935.58-69>
- Yuliasari, N., Amri, Mohadi, R., Elfita, & Lesbani, A. (2022). Improvement Of Congo Red Photodegradation Performance Through Zn/Al-Tio₂ And Zn/Al-Zno

Preparation. *Science And Technology Indonesia*, 7(4), 449–454.
<https://doi.org/10.26554/Sti.2022.7.4.449-454>

Yuliasari, N., Wijaya, A., Amri, Mohadi, R., Elfita, & Lesbani, A. (2022). Application Of M^{2+} (Magnesium, Zinc)/Alumina-Metal Oxide Composites As Photocatalysts For The Degradation Of Cationic Dyes. *Ecological Engineering And Environmental Technology*, 23(4), 125–135.
<https://doi.org/10.12912/27197050/150374>