



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VI
"Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen Dalam Pembelajaran
Berbasis Pendekatan Saintifik"
Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 21 Juni 2014



**MAKALAH
PENDAMPING**

**KIMIA ANORGANIK
DAN KIMIA FISIKA**

ISBN : 979363174-0

**PEMBUATAN MATERIAL FOTOKATALITIK TiO₂
TERMODIFIKASI KARBON MENGGUNAKAN LIMBAH BATU
BATERAI UNTUK DEGRADASI ZAT WARNA**

Isya Fitri Andhika¹, Patiha² dan Teguh Endah Saraswati^{2,*}

¹*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas
Sebelas Maret, Surakarta, Indonesia*

* Keperluan korespondensi, tel/fax : 0271-663375, email: teguh@mipa.uns.ac.id

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan fabrikasi nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon sebagai material fotokatalitik dengan metode *arc-discharge* (metode pijar api) dalam medium cair. Tujuan dari modifikasi TiO₂ dengan karbon untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO₂ anatase dalam mendegradasi larutan zat warna. Metode *arc-discharge* dilakukan dengan menggunakan elektroda grafit berasal dari batu baterai *dry cell* bekas dan medium cair suspensi TiO₂ dalam etanol 50%. Proses fabrikasi dilakukan dengan mengalirkan tegangan sebesar 20-40 V (10-50 A). Selanjutnya, partikel yang terbentuk pada permukaan medium cair dikumpulkan dan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil karakterisasi XRD nanokomposit yang terbentuk menunjukkan terjadinya modifikasi antara TiO₂ anatase dan karbon dari grafit. Aktivitas fotokatalitik nanokomposit hasil fabrikasi lebih lanjut dipelajari dalam proses degradasi zat warna terhadap larutan metilen biru dengan iradiasi lampu merkuri. Uji fotokatalitik terhadap metilen biru masing-masing dilakukan untuk TiO₂ termodifikasi dan TiO₂ anatase awal. Efektifitas degradasi metilen biru ditunjukkan dengan penurunan nilai absorbansi pada panjang gelombang maksimal (= 664 nm) menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil uji menunjukkan adanya penurunan nilai absorbansi pada variasi waktu 15, 30, 45 dan 60 menit. Pada waktu kontak 60 menit diperoleh efisiensi penurunan konsentrasi larutan metilen biru berkisar ~17% dan ~50%, berturut-turut untuk TiO₂ anatase awal dan TiO₂ termodifikasi. Hal ini mengindikasikan bahwa modifikasi TiO₂ dengan karbon menggunakan metode *arc-discharge* dalam medium suspensi TiO₂ berhasil meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya.

Kata Kunci: *TiO₂, karbon, nanokomposit, fotokatalitik, metilen biru*

PENDAHULUAN

Zat warna banyak digunakan pada proses pencelupan dan pencapan industri tekstil. Limbah cair dari kedua proses ini merupakan salah satu sumber pencemaran air yang cukup tinggi jika tidak dilakukan pengolahan limbah. Teknologi pengolahan limbah cair baik secara biologi, kimia, fisika, maupun kombinasi antara ketiga proses tersebut dapat digunakan untuk mengolah limbah cair industri tekstil [1].

Bahan nanokristalin yang berdimensi 1 sampai 100 nanometer telah menarik perhatian para ilmuwan di berbagai bidang karena sifat-sifat kimia, fisik, dan mekaniknya. Salah satunya yaitu bahan Titanium dioksida yang sebagian besar digunakan untuk aplikasi teknik fotokatalitik dalam pengolahan limbah [2]. Dimana senyawa ini memiliki sifat semikonduktor, stabil, dan ramah lingkungan. Salah satu penerapan teknologi fotokatalisis TiO_2 yang banyak berkembang adalah usaha untuk meminimalkan zat organik berbahaya disebabkan oleh pencemaran limbah industri maupun limbah rumah tangga.

Untuk mengoptimalkan kinerja TiO_2 , digunakan media pendukung salah satunya adalah karbon [3]. Modifikasi TiO_2 dengan material karbon ini dilakukan dengan metode *arc-discharge* yakni salah satu contoh metode *top down* dalam nanoteknologi. Metode ini menggunakan elektroda grafit dalam aliran arus dan tegangan tinggi [4] dan [5] dalam media cair. Elektroda karbon yang diperlukan dalam metode ini didapat dari elektroda grafit yang memanfaatkan limbah batu baterai *dry cell*. Pengelolaan batu baterai bekas di

Indonesia belum mendapat perhatian khusus. Batu baterai yang dibuang ke tempat sampah, tanpa disadari akan mengancam lingkungan dan kesehatan [6].

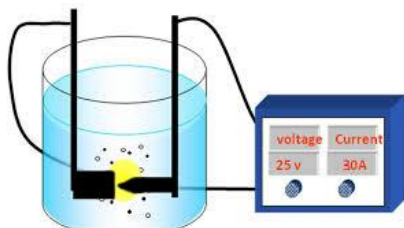
Dalam penelitian ini, modifikasi TiO_2 dengan karbon bertujuan untuk meningkatkan efektifitas fotokatalitik dalam proses degradasi limbah zat warna. material yang terbentuk dikarakterisasi dengan XRD dilanjutkan dengan uji efektifitas fotokatalitik terhadap larutan metilen biru.

METODE PENELITIAN

1. Tahap Fabrikasi

Pada tahap fabrikasi, bahan-bahan yang digunakan yakni grafit sebagai elektroda yang diambil dari batu baterai *dry cell* bekas dan 0,1 g TiO_2 anatase yang tersuspensi dalam etanol 50% dalam 250 mL sebagai medium cair dalam *arc-discharge* [4]. Dua buah elektroda grafit diset dalam suspensi TiO_2 tersebut dengan jarak yang dekat. Katoda dibuat tumpul dan anoda dibuat runcing untuk memudahkan terjadinya pijar api saat tegangan listrik dialirkan. Beker medium cair suspensi TiO_2 dalam *arc-discharge* direndam dalam beker berisi air yang berfungsi sebagai sistem pendingin. Voltase yang digunakan sebesar 20-40 V dengan arus sebesar 10-50 A. Hasil nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon didapatkan pada endapan melayang di permukaan medium cair yang selanjutnya dilakukan uji karakterisasi dan uji

fotokatalitik. Skematik percobaan dapat dilihat dalam Gambar 1.



Gambar 1. Skema dari *setup* percobaan metode *arc-discharge*.

2. Tahap Karakterisasi

Pada tahap karakterisasi, analisa fisika nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) Bruker D8 Advance untuk mengetahui data kristanilitas dan ukuran kristalnya.

3. Tahap Fotokatalitik

Pada tahap uji fotokatalitik, limbah zat warna yang digunakan adalah larutan metilen biru karena sifatnya yang toksik dan biasanya terkandung dalam limbah cair [2]. Uji fotokatalitik ini dilakukan dengan menggunakan metode *batch*.

Nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon 0,01 g dicampurkan dengan 5 mL larutan metilen biru 3 ppm kemudian masing masing dimasukkan ke dalam reaktor *blackbox* yang disinari lampu merkuri di dalamnya dengan variasi waktu 15, 30, 45, dan 60 menit yang selanjutnya dilakukan *scanning* menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum metilen biru sebesar 664 nm untuk mengetahui penurunan absorbansi sehingga mampu dihitung nilai %Eff.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Tahap Fabrikasi

Serangkaian alat *arc-discharge* siap digunakan dimana jarak anoda dan katoda yang sangat dekat namun tidak menempel yang direndam pada suspensi TiO_2 dalam etanol 50% sebagai medium cair. Saat dialirkan tegangan tinggi dari anoda ke katoda terjadi loncatan pijar api antar dua elektroda tersebut, dimana grafit sebagai elektroda terevaporasi dan berinteraksi dengan TiO_2 yang terkandung dalam medium cair (suspensi). Interaksi tersebut menghasilkan nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon seiring dengan menurunnya suhu oleh lingkungan. Lingkungan disini berupa medium cair yang digunakan serta lingkungan sekitar.



(a) (b)

Gambar 2. Hasil TiO_2 termodifikasi karbon tampak dari atas permukaan (a) dan tampak dasar media cair (b).

Hasil menunjukkan terdapat padatan yang mengapung di permukaan dan mengendap di dasar medium cair, yang diamati pada Gambar 2. Padatan yang mengapung merupakan padatan yang memiliki energi permukaan tinggi sehingga ukurannya lebih kecil maka padatan yang mengapung itu yang memiliki struktur berukuran nano. Padatan dipisahkan dan dikeringkan sehingga didapatkan massa kering untuk nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon sebesar 0,028 g

(Gambar 3.) yang selanjutnya dilakukan uji karakterisasi.

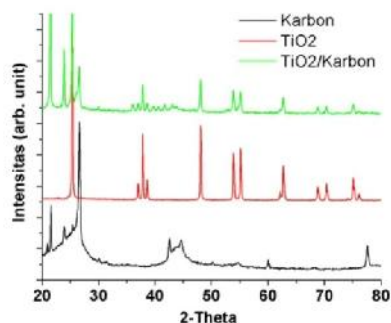


Gambar 3. Padatan TiO₂ termodifikasi karbon hasil fabrikasi.

2. Tahap Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui data kristalinitas perubahan dari modifikasi yang terjadi serta ukuran kristal tersebut. Nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Pada tahap ini, digunakan tabung anod Cu dengan panjang gelombang 1,54 . Hasil karakterisasi ini didapat spektra 2 terhadap intensitas yang nantinya puncak-puncak dengan intensitas tinggi merupakan kristalin yang terbentuk sehingga dapat dibandingkan harga 2 dari difraktogram *Joint Commite Powder Diffraction Standart* (JCPDS) melalui puncak-puncak dengan *hkl* yang dominan. Perbandingan difraktogram dari karbon, TiO₂, dan TiO₂ termodifikasi karbon ditunjukkan dalam Gambar 4. Hasil difraktogram dari nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon menunjukkan intensitas tertinggi ditemukan pada 2 sebesar 25,32° yang merupakan ciri utama dari TiO₂ (JCPDS No. 86-1157) diikuti beberapa puncak berasal dari karbon pada kisaran 20-25°. Puncak dengan intensitas lebih kecil juga ditemukan pada 26,62° yang merupakan ciri utama dari C grafit (JCPDS

No.25-0284). Selain itu, ditemukan pula puncak baru pada 2 sebesar 36,02° yang diduga berasal dari karbida titanium (TiC) (JCPDS No.72-2496). Beberapa hasil puncak-puncak tersebut inilah yang menandai keberhasilan terbentuknya material komposit TiO₂ termodifikasi karbon.



Gambar 4. Difraktogram hasil karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD).

Hasil karakterisasi XRD juga menunjukkan ukuran kristal yang terbentuk berkisar antara 40-50 nm, dapat dihitung dengan persamaan *Scherer* sebagai berikut.

$$L = \frac{k \cdot \lambda}{B \cdot \cos}$$

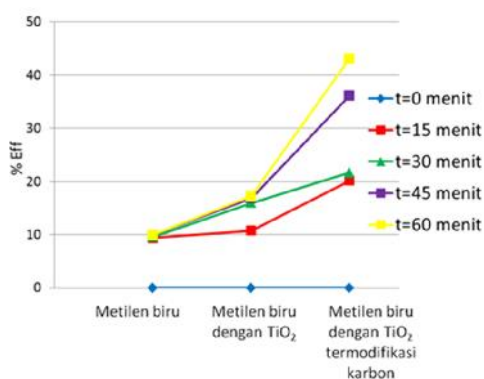
Dimana L merupakan ukuran kristal, k merupakan konstanta yang digunakan sebesar 0,9. Sedangkan adalah panjang gelombang logam yang digunakan untuk uji XRD dan B merupakan *Full Width Half Maximum* (FWHM).

3. Tahap Fotokatalitik

Pada tahap uji fotokatalitik, larutan zat warna metilen biru dilakukan dengan metode *batch* dimana sampel uji yang digunakan metilen biru, metilen biru dengan TiO₂, dan metilen biru dengan TiO₂ termodifikasi karbon hasil fabrikasi *arc-*

discharge. Hasil perolehan prosentase efisiensi penurunan konsentrasi metilen biru pada setiap variasi rentang waktu ditunjukkan dalam Gambar 5. Penurunan absorbansi ditunjukkan pada *scanning* spektrofotometer UV-Vis saat waktu kontak 60 menit terlihat menurun paling tajam dan didapatkan prosentase efisiensi penurunan konsentrasi metilen biru (%Eff) dari TiO₂ termodifikasi karbon sebesar 47,95% dengan perhitungan sebagai berikut.

$$\%Eff = \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{awal}} 100\%$$



Gambar 5. Grafik %Eff terhadap sampel uji dalam tahap fotokatalitik.

Uji aktifitas fotodegradasi metilen biru ini juga dilakukan terhadap TiO₂ dalam rentang waktu kontak yang sama. Hasil prosentase efisiensi penurunan konsentrasi metilen biru menggunakan TiO₂ hanya sebesar 17,25%. Hal ini menunjukkan bahwa modifikasi TiO₂ dengan material karbon dengan metode *arc-discharge* dalam medium cair seperti yang dipaparkan dalam penelitian ini berhasil meningkatkan hampir tiga kali lipat aktifitas fotokatalitik TiO₂ awal. Penurunan konsentrasi metilen biru sebelum dan sudah proses uji fotokatalitik secara visual teramati secara signifikan ditunjukkan dalam Gambar 6.



Gambar 6. Gambar hasil penyinaran dengan lampu merkuri pada metilen biru (*kiri*) dan metilen biru dengan TiO₂ termodifikasi karbon (*kanan*) ketika waktu kontak 60 menit.

KESIMPULAN

Modifikasi TiO₂ dan karbon telah berhasil dilakukan dengan metode *arc discharge* dalam media cair. Hasil XRD nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon menunjukkan adanya beberapa puncak TiO₂ dan karbon serta kristalin TiC yang menandai keberhasilan teknik modifikasi material yang telah dilakukan. Aktifitas fotokatalitik TiO₂ termodifikasi karbon meningkat hampir tiga kali lipat dibanding dengan aktifitas fotokatalitik TiO₂ awal. Hal ini ditunjukkan dari meningkatnya %Eff dari 17,25% menjadi 47,95% dalam studi fotodegradasi yang dilakukan terhadap larutan zat warna metilen biru.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi

(DITLITABMAS DITJEN DIKTI) yang telah memberikan dana penelitian ini melalui Program Kreativitas Mahasiswa-Penelitian (PKM-P) tahun anggaran 2014 dan semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Bhattacharya SK, Wang S., Angara RV., Kawai T dan Bishop F.D., 1990. *Fate and Effect of Azo Dye on an Anaerobic-aerobic System, 44th Purdue Industrial Waste Conference Proceedings*, Lewis Publishers Inc., Chelsea, Michigan, 295-297.
- [2] Lee, Hoon, Jeong, dan Yang, Seok, Yeong. 2004." *Effect of HCl Concentration and Reaction Time on the Change in the Crystalline State of TiO₂ Prepared from Aqueous TiCl₄ Solution by Precipitation.*" Journal of the European Ceramic Society.
- [3] Subramani, A.K., Byrappa, K., Anada, S., Ray, K.M.L., Ranganathaiah, C., and Yoshimura, M., 2007, *Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine Dye Using TiO₂ Impregnated Activated Carbon*, Bull.Mater.Sci, vol. 31, Indian Academy of Sciences, p 37-41.
- [4] Ando, Y., Zhao, X., Sugai, T., Kumar, M., 2004. *Growing Carbon Nanotubes*, *Materials Today*, 7(10), 22-29.
- [5] Saraswati, T.E., Ogino, A., Nagatsu, M., 2011. *Surface Modification of Graphite Encapsulated Iron Nanoparticles by Plasma Processing*, *Diam. Relat. Mater.* 20, 359-363.
- [6] Wawaruntu- Osman, Osmaliana. 1996. *Sikap dan Perilaku Masyarakat terhadap Baterai Kering Bekas*. Tesis. Depok: Pascasarjana Universitas Indonesia.
- [7] Riapanitra, A., Setyaningtyas, T., dan Riyani, K. 2006. *Penentuan Waktu Kontak dan pH Optimum Penyerapan Metilen Biru Menggunakan Abu Sekam Padi*. Kimia. MIPA Unsoed Purwokerto.