

PEMBUATAN FOTOKATALIS SENG OKSIDA TERMODIFIKASI SILIKA SEKAM PADI

DIANA RAKHMAWATY EDDY[‡], E. EVY ERNAWATI, ATIEK ROSTIKA NOVIYANTI, RUBIANTO A LUBIS,
ROEKMIATI TJOKRONEGORO

*Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik Departemen Kimia,
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Padjadjaran*

Abstrak. Sebagai semikonduktor, ZnO memiliki keuntungan menyerap sinar UV lebih besar dibandingkan semikonduktor lainnya, sehingga membuat ZnO mampu mendegradasi zat warna lebih banyak. Tetapi pada praktiknya ZnO cenderung mengalami aglomerasi sehingga hasil degradasinya lebih sedikit dibandingkan penggunaan semikonduktor lainnya. Untuk mengatasi aglomerasi dari ZnO, dilakukan penambahan SiO₂ pada ZnO. Penelitian ini bertujuan untuk membuat fotokatalis ZnO/SiO₂. Tahapan penelitian ini adalah pembuatan fotokatalis ZnO/SiO₂ di atas pelat kaca. Untuk mengetahui pengaruh penambahan SiO₂ pada ZnO dilakukan analisis menggunakan XRD dan SEM-EDS. Hasil XRD ZnO/SiO₂ menunjukkan puncak yang sama dengan hasil XRD ZnO data dari ICSD 157132 dengan strukturnya adalah hexagonal. Sehingga diketahui struktur ZnO tidak berubah setelah penambahan SiO₂ sedangkan hasil SEM-EDS menunjukkan adanya SiO₂ tersangga pada ZnO dengan komposisi 8%.

Kata kunci : fotokatalis, semikonduktor, zat warna, ZnO/SiO₂

Abstract. As a semiconductor, ZnO has greater ability to absorb UV rays compared to other semiconductors, thus it become more advantageous since it can degrade more dyes. However, in practice ZnO prone to agglomeration causing the degradation process is less than other semiconductors. To overcome the agglomeration of ZnO, addition of SiO₂ on ZnO can be performed. This research aims to create a ZnO/SiO₂ photocatalyst. The present study performed by manufacturing ZnO/SiO₂ photocatalyst on a glass plate. To determine the effect of SiO₂ on ZnO, the plate was then analyzed using XRD and SEM-EDS. The XRD results of ZnO/SiO₂ showed the same peaks as ZnO data from ICSD 157132 which indicate hexagonal structure. In conclusion addition of SiO₂ does not change the ZnO structure, while SEM-EDS results showed the presence of SiO₂ propped on ZnO with a composition of 8%.

Keywords : dye, photocatalysts, semiconductor, ZnO/SiO₂

1. Pendahuluan

Perkembangan industri tekstil saat ini mengalami kenaikan yang cukup pesat baik di Indonesia maupun di negara negara lainnya. Perkembangan ini memberikan banyak dampak positif pada bidang pakaian, dan juga menimbulkan dampak negatif melalui limbah yang dihasilkan, seperti limbah zat warna. Salah satu alternatif penghilangan zat warna dapat menggunakan suatu semikonduktor yang mempunyai aktivitas fotokatalis [1]. Penggunaan semikonduktor sebagai fotokatalis merupakan topik yang sangat menarik saat ini, karena kemampuannya untuk mendegradasi senyawa-senyawa di sekitarnya dengan menggunakan sinar ultraviolet [2].

Pada umumnya fotokatalis yang sering digunakan adalah TiO₂ karena sangat stabil dibandingkan fotokatalis lainnya. Namun, TiO₂ menyerap sinar UV lebih sedikit dibandingkan dengan ZnO sehingga ZnO lebih mampu mendegradasi zat warna lebih banyak. Tapi pada praktiknya ZnO mendegradasi zat warna lebih sedikit dibandingkan TiO₂ disebabkan ZnO yang cenderung

[‡] email : diana.rahmawati@unpad.ac.id

mengalami aglomerasi [3]. Untuk mengatasi sifat ZnO yang cenderung aglomerasi maka SiO₂ ditambahkan pada partikel ZnO. Apabila ZnO murni hanya mampu mendegradasi 40% zat warna dalam waktu 60 menit. Namun, setelah ditambahkan SiO₂ degradasinya meningkat secara signifikan lebih baik dibandingkan dengan degradasi menggunakan ZnO murni. Penambahan SiO₂ pada ZnO mencapai kemampuan degradasi optimal pada komposisi ZnO/SiO₂ 90/10 (w/w) dengan efisiensi degradasi 99% zat warna [4].

Tingkat efisiensi degradasi dan deklorolisis dipengaruhi oleh kestabilan lapisan ZnO dan morfologi lapisan ZnO. Percobaan dilakukan dengan membuat 3 g dari ZnO dan SiO₂ dengan perbandingan massa 95/5, 90/10, dan 85/15 (w/w). Dari hasil penelitian tersebut, fotokatalis ZnO/SiO₂ dapat mendegradasi biru metilena pada kemampuan optimal dengan komposisi 90/10 (w/w). Dari hasil penelitiannya menunjukkan hasil yang efisiensi dalam mendegradasi zat warna biru metilena dengan bahan pendukung fotokatalisnya menggunakan SiO₂ hasil sintesis. Dengan demikian, pada penelitian ini pembuatan fotokatalis ZnO yang ditambahkan dengan SiO₂ yang bersumber dari sekam padi untuk mengatasi sifat ZnO yang cenderung aglomerasi [4].

2. Eksperimen

Sebanyak 3 g padatan dari ZnO dan SiO₂ disiapkan dengan perbandingan massa yaitu 100/0, 95/5, 90/10, dan 85/15 (w/w). Campuran padatan tersebut ditambahkan dengan 100 mL air. Suspensi yang dihasilkan diaduk menggunakan magnetic stirrer 500 rpm selama 2 jam. Kemudian campuran diaduk menggunakan sonikator (Elma-Ultrasonic LC 30H) selama 90 menit. Suspensi ZnO/SiO₂ ditetaskan ke permukaan pelat kaca (1 x 3 cm) dengan menggunakan pipet tetes hingga memenuhi seluruh permukaan pelat kaca. Pelat kaca yang telah dilapisi ZnO/SiO₂, dikeringkan di dalam oven 40°C selama 12 jam. Setelah kering pelat kaca yang dilapisi ZnO/SiO₂ dikalsinasi 450°C selama 1 jam. Pelat kaca yang dilapisi ZnO/SiO₂ selanjutnya dicuci dengan air distilasi.

Lapisan yang terbentuk dikarakterisasi dengan Scanning Electron Microscope (SEM, JEOL) dan X-Ray Diffraction (XRD, Philips X'pert).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Pembuatan Fotokatalis ZnO/SiO₂

Fotokatalis ZnO/SiO₂ dibuat dari 3 g berat total ZnO dan SiO₂ [5]. Sementara perbandingan massa antara ZnO dan SiO₂ yaitu 95/5, 90/10, 85/15 (w/w) [4].

Pembuatan suspensi dengan mencampurkan padatan ZnO dan SiO₂ pada gelas kimia yang berisi larutan air. Pengujian dilakukan juga pada dua larutan yang berbeda yaitu air dan metanol. Dari hasil pengujian tersebut, kedua larutan menghasilkan jumlah penempelan ZnO yang sama pada pelat kaca. Oleh karena itu, penggunaan metanol maupun air efektif digunakan sebagai larutan. [5]. Agar ZnO dan SiO₂ terdispersi dalam larutan air secara sempurna, campuran tersebut diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 500 rpm selama 2 jam [4].

Penggunaan sonikator (Ultrasonic bath atau Starsonic 18 – 35 Italy) dengan frekuensi di bawah 30 kHz selama 90 menit agar terbentuk komposit ZnO/SiO₂ yang menyebar merata pada larutan air sehingga tidak terjadi aglomerasi. Sebelum proses pelapisan campuran pelat kaca dibersihkan terlebih dahulu menggunakan aseton untuk menghilangkan pengotor-pengotor pada pelat kaca yang dapat merusak penempelan ZnO/SiO₂ tersebut. Pelat kaca yang dilapisi campuran air-ZnO/SiO₂

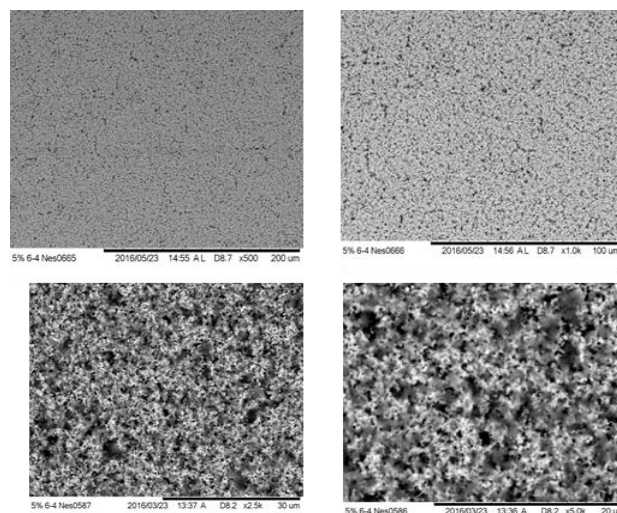
dikeringkan di dalam oven pada suhu 40°C selama 12 jam untuk menghilangkan air agar ZnO/SiO₂ menempel kuat pada pelat kaca.

Untuk memperkuat penempelan ZnO/SiO₂ pada pelat kaca digunakan suhu 450°C. Penempelan ZnO/SiO₂ pada pelat kaca dibutuhkan penempelan dengan permukaan rata sehingga perlu dibilas dengan air distilasi agar ZnO/SiO₂ untuk mengikis lapisan yang aglomerasi [4].

3.2 Hasil Karakterisasi

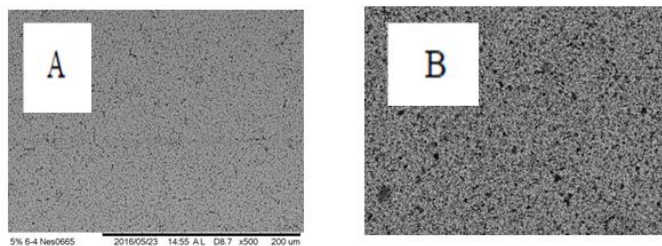
Analisis SEM-EDS dan XRD dilakukan untuk mengetahui keberhasilan proses pelapisan ZnO pada pelat kaca. Fotokatalis yang dianalisis adalah fotokatalis ZnO/SiO₂ variasi perbandingan massa 95 : 5.

Gambar 1 menunjukkan hasil analisis SEM dari fotokatalis ZnO/SiO₂ dengan pembesaran 500 kali, 1000 kali, 2500 kali, dan 5000 kali. Dilihat pada pembesaran 500 kali menunjukkan lapisan ZnO/SiO₂ menempel secara merata dengan porositas yang rendah. Namun porositas mulai terlihat dengan jelas pada lapisan ZnO/SiO₂ pada saat pembesaran di atas 1000 kali. Penempelan partikel-partikel tersebut berpengaruh terhadap laju efisiensi degradasi konsentrasi zat warna biru metilena karena menentukan jumlah radikal hidroksil yang dihasilkan oleh ZnO untuk mendegradasi zat.



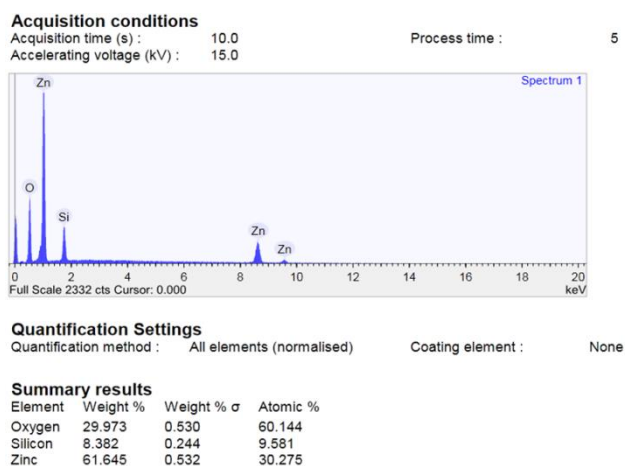
Gambar 1. Hasil Mikrograf ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w) (A) pembesaran 500 kali, (B) pembesaran 1000 kali,

Gambar 2 menunjukkan lapisan ZnO yang tidak dicampurkan dengan SiO₂ terlihat kurang menempel secara merata dan porositasnya lebih tinggi dibandingkan dengan lapisan ZnO/SiO₂. Hal ini dikarenakan penambahan SiO₂ pada partikel ZnO pada pembuatan fotokatalis sangat efektif dalam membantu penyebaran partikel ZnO pada penempelan pada pelat kaca sehingga dapat menurunkan porositas lapisan fotokatalis ZnO/SiO₂. Semakin rendah porositas maka semakin banyak ZnO yang menempel yang berfungsi sebagai penghasil radikal hidroksil. Dari perbandingan hasil karakterisasi fotokatalis ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w) dan ZnO murni membuktikan bahwa fotokatalis ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w) akan menghasilkan radikal hidroksil yang lebih banyak dibandingkan fotokatalis ZnO sehingga fotokatalis ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w) lebih efektif mendegradasi zat warna dibandingkan dengan fotokatalis ZnO.



Gambar 2. Hasil analisis menggunakan SEM (Perbesaran 500 kali). (A) ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w) dan (B) ZnO

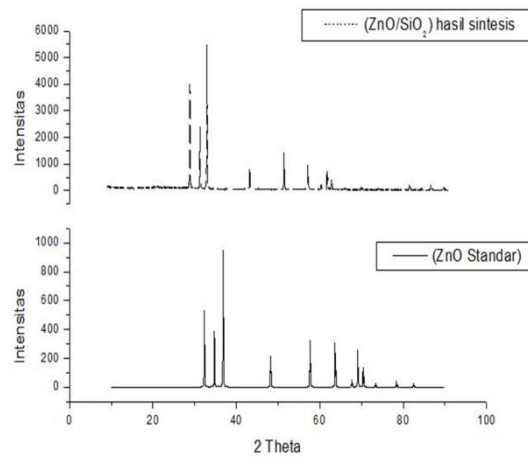
Gambar 3 merupakan hasil EDS untuk mengetahui komposisi ZnO dan SiO₂ pada campuran ZnO/SiO₂. Pada sintesis ZnO/SiO₂ dengan perbandingan massa ZnO dan SiO₂ yaitu 95% : 5% (w/w), komposisi Zn dan Si adalah 61,64% dan 8,38% berat. Namun, secara perhitungan diperoleh komposisi dari Zn dan Si adalah 76,23% dan 2,30% berat. Dari hasil menunjukkan komposisi Si lebih besar, sedangkan Zn lebih kecil dibandingkan hasil perhitungan secara teoretis. Hal ini disebabkan banyaknya ZnO yang terlepas pada saat pencucian dengan menggunakan air distilasi. Banyaknya ZnO yang terlepas pada lapisan disebabkan karena sifatnya yang mudah mengalami aglomerasi jika terlalu lama dibiarkan pada saat sonikasi. Semakin banyak ZnO yang lepas maka semakin banyak porositas yang dihasilkan pada lapisan tersebut (Gambar 2). Tingginya porositas pada lapisan tersebut membuat berkurangnya pembentukan radikal hidroksil oleh ZnO sehingga membuat laju degradasi lebih lambat. Dari analisis EDS (Gambar 3) membuktikan 8,38 % SiO₂ tersangga dalam partikel ZnO. Selain itu 1,22% berat tidak terdeteksi pada hasil analisis yang menunjukkan adanya pengotor pada lapisan tersebut.



Gambar 3. Hasil EDS fotokatalis ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w)

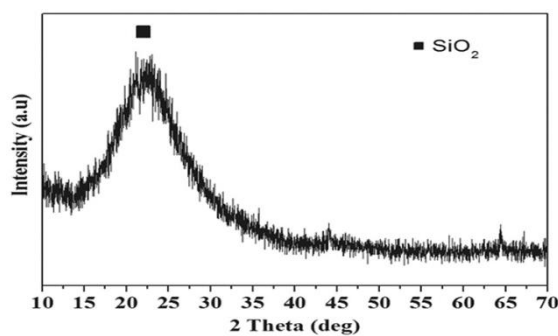
Gambar 4 merupakan hasil analisis menggunakan XRD untuk melihat pengaruh penambahan SiO₂ terhadap struktur ZnO. Pada fotokatalis ZnO/SiO₂ (Gambar 4) menunjukkan adanya puncak pada 32,33°, 34,67°, dan 36,85° dimana mengalami sedikit pergeseran dari keadaan ZnO standar. Hal ini disebabkan adanya pengaruh SiO₂ yang terikat pada ZnO. Dilihat dari intensitas yang dihasilkan ZnO/SiO₂ menunjukkan tidak adanya perbedaan puncak antara ZnO/SiO₂ dibandingkan

dengan ZnO (standar ICSD 157132) yang merupakan kristal heksagonal. Hal ini juga sesuai dengan penelitian Zhang et al. (2007) yang menjelaskan struktur ZnO lapisan tipis merupakan.



Gambar 4. Hasil XRD dari ZnO/SiO₂, dan standar ZnO (ICSD 157132)

Hal ini dapat diartikan bahwa penambahan SiO₂ tidak mengubah struktur kristal dari ZnO. Namun, penambahan SiO₂ berfungsi untuk meningkatkan pendistribusian ZnO menjadi lebih homogen pada pelat kaca sehingga tidak terjadi aglomerasi. Dari hasil XRD pada ZnO/SiO₂ dapat dilihat bahwa puncak SiO₂ muncul dengan intensitas yang sangat rendah pada $2\theta = 20 - 25^\circ$ (Gambar 4). Hal ini dikarenakan jumlah SiO₂ pada ZnO/SiO₂ tidak terlalu banyak yaitu 5% SiO₂ dalam fotokatalis ZnO/SiO₂. Menurut penelitian Munasir et al. (2013) puncak terlihat pada $2\theta = 23,86^\circ$ dengan intensitas yang tidak tajam merupakan SiO₂ sekam padi bersifat amorf. Hal ini menjelaskan bahwa SiO₂ yang terdapat pada ZnO/SiO₂ (Gambar 5) merupakan SiO₂ sekam padi bersifat amorf.



Gambar 5. Pola XRD dari SiO₂ (Munasir et al., 2013)

4. Kesimpulan

Penambahan silika sekam padi pada fotokatalis ZnO menghasilkan penyebaran partikel yang merata pada pelat kaca. Penambahan silika sekam padi pada fotokatalis ZnO tidak mengubah struktur kristal ZnO.

Ucapan terima kasih

Academic Leadership Grant (ALG) Universitas Padjadjaran atas pendanaan, juga kepada Erik Ditro yang telah membantu penelitian.

Daftar Pustaka

1. Selvam, K., Swaminathan, K., & Keon-Sang Chae. 2003. Decolourization of azo dyes and a dye industry effluent by a white rot fungus *Thelphora* sp. *Bioresource Technology* 88. 115-119.
2. Dijkstra, Buwalda, H., de Jong, A.W.F., Michorius, A., Winkelman, J.G.M., & Beenackers, A.A.C.M. 2001. Experimental comparison of three reactor designs for photocatalytic water purification. *Chem Sci.* 56. 547–555.
3. Behnajady, M.A., Ghorbanzadeh, S., Nasser, Modirshahla, M., & Shokri, M. 2009. Investigation of the effect of heat attachment method parameters at photocatalytic activity of immobilized ZnO nanoparticles on glass pelate. *Desalination*. 249. 1371–1376
4. Soltani, R.D.C., Khoramabadi, Gh. S., Godini, H., & Noorimotlagh, Z. 2014. The application of ZnO/SiO₂ nanocomposite for the photocatalytic degradation of a textile dye in aqueous solutions in comparison with pure ZnO nanoparticles. *Desalination and Water Treatment*. 1–8
5. Behnajady, M.A. & Modirshahla, N. 2006. Photooxidative degradation of Malachite Green (MG) by UV/H₂O₂: influence of operational parameters and kinetic modeling. *Dyes Pigments*. 70. 54–59.