

Sintesa dan Karakterisasi Partikel Nanokomposit ZnO-Silika sebagai Fotokatalis dengan Metode Sonikasi

Mohammad Rahmatullah, Septono Sanny Putro, Sugeng Winardi, Widiyastuti.
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia
e-mail: swinardi@chem-eng.its.ac.id

Abstrak— Sintesis nanokomposit ZnO-Silika dibuat dengan mengaplikasikan *continuous and pulse mode ultrasonication* untuk membuat sol ZnO dan pertukaran resin kation untuk menghasilkan sol silika dari *water glass*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi operasi yang sesuai untuk membentuk campuran sol ZnO-silika pada berbagai macam variasi konsentrasi campuran sol dan dialirkan gas nitrogen pada reaktor. Sol ZnO dibuat dengan sonikasi pada suhu 70 °C dengan melarutkan 0,2 M Zn(NO₃)₂ ke dalam aquadest. Teteskan sedikit demi sedikit 20 mL NH₄OH 25% kedalam larutan hingga terbentuk endapan. Tambahkan 10 tetes NH₄OH 25% untuk menjernihkan larutan tersebut. Untuk mencegah pertumbuhan partikel ZnO ditambahkan dalam sol silika yang terbuat dari *waterglass* yang telah dilarutkan kedalam aquadest pada temperatur 60°C dan dilewatkan kedalam resin kation anion. Partikel nanokomposit ZnO-Silika dihasilkan dengan metode Sonikasi. Morfologi, kristalinitas, gugus fungsi dan sifat optis dari nanokomposit ZnO-Silika masing-masing dianalisa dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Micrograph*), XRD (*X-ray Diffraction*), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), dan Spektrofotometer UV-Vis.

Kata Kunci— ZnO-Silika, Sonikasi, Nanokomposit, *Photocatalyst*.

I. PENDAHULUAN

Sejauh ini ketersediaan cadangan bahan bakar fosil untuk energi di dunia semakin menipis dan harganya semakin meningkat. Untuk itu perlu dikembangkan suatu teknologi yang menciptakan sumber energi alternatif baru. Sumber energi alternatif ini harus yang mempunyai efisiensi yang tinggi dan ramah terhadap lingkungan sekitar. Penggunaan semikonduktor fotokatalisis dapat mengubah H₂O menjadi Hidrogen dan Oksigen dengan imputan sinar UV bertenaga rendah, dimana Hidrogen dapat menjadi energi alternatif pengganti yang ramah lingkungan. Akan tetapi dalam pengaplikasian fotokatalisis lebih mudah dilakukan dalam kegiatan sehari-hari, yakni sebagai pengolah air atau udara, serta kemampuannya membuat permukaan bahan menjadi tetap bersih.

Bahan semikonduktor fotokatalisis seperti Cadmium Sulfide (CdS), Titanium Dioxide (TiO₂) dan dioksida zirkonium (ZrO₂) seringkali mempunyai efek berbahaya pada tubuh manusia dan lingkungan, karena itu perlu adanya bahan alternatif yang lebih efisien dan ramah lingkungan. ZnO memiliki potensi sebagai bahan fotokatalisis yang setara dengan Titanium Dioxide (TiO₂) untuk mendegradasi senyawa organik yg terkandung dalam air dengan bantuan sinar UV. TiO₂ dan ZnO yang paling banyak digunakan fotokatalis semikonduktor karena fotosensitifitas mereka tinggi, stabilitas fotokimia, band gap yang besar, daya oksidasi yang kuat dan sifat non - toksik. Penelitian baru-baru ini menyoroti ZnO

menunjukkan aktivitas lebih baik daripada TiO₂ dalam fotodegradasi beberapa pewarna dalam larutan air, karena indeks bias yang dimiliki ZnO lebih rendah dan bersifat transparan sehingga dapat menyerap lebih banyak sinar UV yaitu UVA dan UVB sedangkan TiO₂ hanya menyerap UVA [2].

Telah berhasil menghasilkan partikel ZnO dengan menggunakan metode sonikasi. Prosesnya dengan cara menggunakan gelombang ultrasonik dengan rentang frekuensi 20 kHz-10 MHz yang ditembakkan ke dalam medium cair untuk menghasilkan *cavitation bubble* yang dapat membuat partikel memiliki diameter dalam skala nano. Namun dalam penelitian yang dilakukan hanya sampai tahap pembuatan larutan ZnO [5].

Silika merupakan bahan baku utama yang dapat diperoleh dari bahan sintesis seperti silika *fumed*, TEOS (Tetraethylorthosilicate) dan TMOS (Tetramethylorosilicate) [3]. Bahan silika diatas sangat terbatas dan mahal sehingga untuk mengatasi hal tersebut diperlukan alternatif lain untuk mencari sumber silika dari bahan yang murah dan ramah lingkungan seperti *waterglass* [1]. Pembuatan koloid nanopartikel silika dari *waterglass* baik pada kondisi asam maupun basa telah dilakukan dengan cara melewati melalui resin penukar kation dan anion dengan tujuan untuk menghilangkan impuritis dalam bentuk baik anion maupun kation [4].

II. PENELITIAN

A. Tahap Pembuatan

Pada tahap persiapan terbagi menjadi dua tahapan, yaitu tahap pembuatan partikel ZnO murni dan tahap pembuatan sol silika dengan melewati resin kation.

1. Pembuatan partikel ZnO murni dengan metode sonikasi

Metode sonikasi merupakan salah satu metode yang paling mudah dalam pembuatan partikel ZnO murni. Sejumlah 5,308 gram zinc nitrat dilarutkan dalam 100 mL aquadest. Kemudian ditambahkan 20 mL NH₄OH 25% ke dalam larutan zink nitrat hingga terbentuk endapan dan mengeruh. Selanjutnya ditambahkan 10 tetes NH₄OH 25% ke dalam larutan untuk menghilangkan keruh pada larutan tersebut sehingga larutan menjadi bening. Untuk proses sintesa ZnO digunakan ultrasonikator dengan frekuensi sebesar 40% dan temperature 70°C. Sedangkan mode yang digunakan pada ultrasonikator ada 2 macam yaitu mode *continuous* dan mode *pulse* dengan *variable waktu*. Setelah partikel terbentuk, selanjutnya larutan dicentrifuge untuk memisahkan partikel dengan larutannya dengan kecepatan 4000 rpm selama 45 menit. Kemudian partikel dikeringkan dalam oven dengan suhu 130°C selama 12 jam.

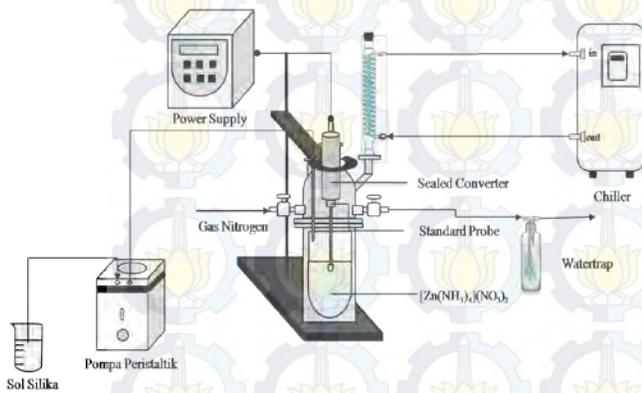
2. Pembuatan sol silika dari *waterglass*

Pembuatan sol silika dilakukan dengan cara melarutkan *waterglass* dalam 100 mL aquadest yang terlebih dahulu dipanaskan hingga suhu 60°C kemudian larutan didiamkan hingga temperatur turun menjadi 30°C. Selanjutnya larutan *waterglass* direndam dan

dilewatkan ke dalam resin kation yang sudah diaktifkan dengan larutan HCl 2 N sebanyak 100 mL.

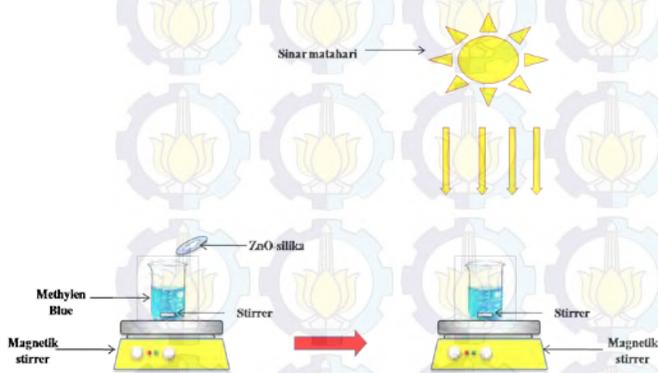
3. Pembuatan partikel ZnO-silika

Pada tahap ini partikel ZnO-Silika dihasilkan dengan metode Sonikasi. Mula-mula larutan Zink Nitrat 0,2 M sebesar 5,308 gram yang sudah dilarutkan dalam 100 mL aquadest lalu ditambahkan 20 mL larutan NH_4OH 25% dan 10 tetes larutan NH_4OH 25%, kemudian dimasukkan kedalam reaktor, kemudian reaktor dirangkai seperti pada gambar II.1. Selanjutnya larutan Zink Nitrat diultrasonik hingga terbentuk partikel ZnO. Setelah partikel ZnO terbentuk, larutan sol silika dimasukkan secara perlahan-lahan dengan menggunakan pompa pristaltik dengan kondisi masih diultrasonik. Setelah didapatkan partikel ZnO-silika kemudian partikel dipisahkan dengan centrifuge selama 45 menit pada kecepatan 4000 rpm. Selanjutnya partikel dikeringkan dioven dengan suhu 130°C 6 jam dan selama 12 jam.



Gambar II.1 Skema proses pembuatan partikel ZnO-Silika

4. Uji Katalitik



Gambar II.2 Skema uji katalitik menggunakan methylen blue

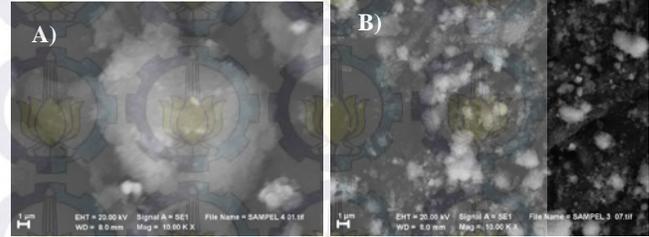
Keterangan:

1. Methylene Blue yang digunakan konsentrasinya 0,00001 M sebanyak 50 mL.
2. ZnO-silika dan ZnO murni yang digunakan sebesar 0,07 gram (70 mg)
3. Kecepatan stirrer 4000 rpm.
4. Lamanya pemaparan 15 menit, 30 menit, 45 menit, dan 60 menit

III. HASIL PENELITIAN

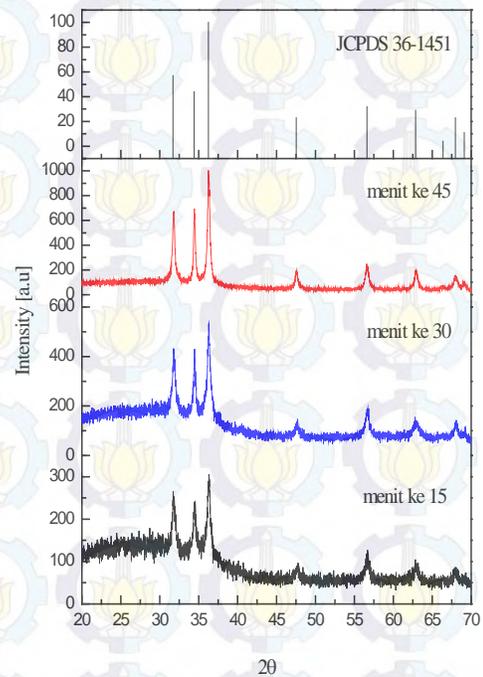
A. Hasil Analisa

Hasil foto dari uji analisa *Scanning Elektron Microscope* (SEM) partikel ZnO-Silika.



Gambar III.1 Hasil Analisa SEM partikel ZnO-silika (A) Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 15; (B) Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 45

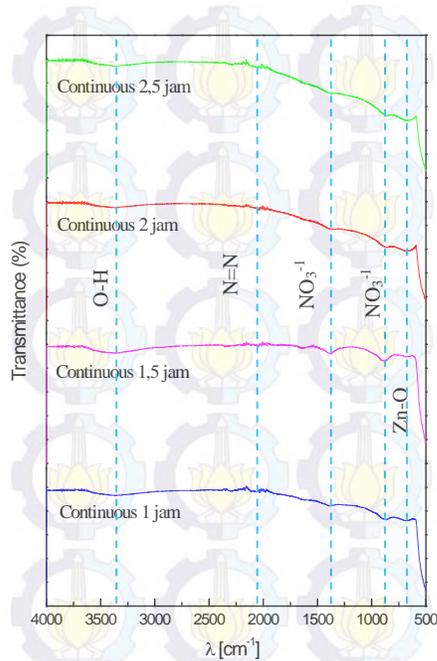
Hasil uji analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) partikel ZnO-Silika dengan perbandingan waktu penambahan sol silika ke dalam ZnO



Gambar III.2 Hasil Analisa XRD partikel ZnO-silika Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 15; Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 30; Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 45

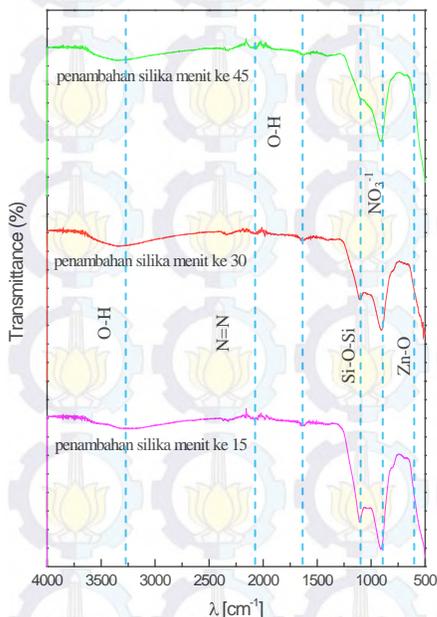
Dari hasil XRD pada gambar III.4 partikel yang dihasilkan dari penambahan silika menit ke 45 juga memiliki ke miripan dengan hasil XRD ZnO murni. Pada penambahan silika ke menit 45, proses pembentukan ZnO sudah terjadi sehingga silika yang sifatnya mengikat tidak menghambat laju pembentukan ZnO. Sedangkan pada penambahan silika ke menit 15 dan ke menit 30, pembentukan ZnO belum maksimal sehingga laju sintesa ZnO terhambat oleh adanya silika.

Hasil uji analisa Fourier-transform Infra Red (FTIR) partikel ZnO murni dengan perbandingan waktu sonifikasi dengan mode continuous



Gambar III.3 Hasil Analisa FTIR partikel ZnO murni Continuous mode 1 jam; Continuous mode 1,5 jam; Continuous mode 2 jam; Continuous mode 2,5 jam

Hasil uji analisa Fourier-transform Infra Red (FTIR) partikel ZnO-silika



Gambar III.4 Hasil Analisa FTIR partikel ZnO-silika Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 15; Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 30; Continuous mode 1 jam penambahan silika menit ke 45

Dari hasil analisa uji FTIR pada ambar III.6 terlihat pada range pita serapan antara $980-1190\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan dari gugus fungsi Si-O-Si pada ZnO-silika yang ditambahkan ke menit 15

terlihat lembah dari gugus fungsi Si-O-Si yang jelas. Hal ini dikarenakan pada saat menit ke 15 sintesa ZnO belum terbentuk sehingga silika yang ditambahkan belum terkomposit dengan ZnO. Sedangkan pada ZnO-silika yang penambahan menit ke 30, lembah dari gugus fungsi Si-O-Si mulai mengecil sebab pada menit ke 30 sintesa ZnO sudah mulai terjadi meskipun belum maksimal kristal ZnO yang dihasilkan. Untuk pembuatan ZnO-silika yang penambahan silika pada menit ke 45, lembah dari gugus fungsi Si-O-Si mulai mengecil hal ini dikarenakan pada menit ke 45 pada pembuatan ZnO sudah terbentuk partikel ZnO sehingga silika yang ditambahkan sebagian sudah terkomposit dengan partikel ZnO.

IV. KESIMPULAN

Bentuk partikel yang dihasilkan dari sintesa ZnO murni dari $\text{ZnO}(\text{NO}_3)_2$ dengan mode continuous maupun mode pulse yaitu berbentuk batang. Besar kecilnya morfologi partikel ZnO murni dipengaruhi oleh lamanya waktu pembuatan partikel terlihat pada hasil analisa SEM. Waktu penambahan silika pada ZnO mempengaruhi bentuk morfologi dari partikel maupun kekrystalan ZnO pada partikel ZnO-Silika yang dihasilkan.

ZnO-silika dapat mendegradasi warna dari methylen blue setelah dilakukan uji katalitik dengan pemaparan sinar matahari. Lamanya waktu pemaparan sinar matahari pada uji katalitik mempengaruhi besarnya penurunan warna dari methylen blue. Dari uji katalitik penurunan warna methylen blue yang paling besar adalah partikel ZnO murni bila dibandingkan dengan partikel ZnO-silika.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada dosen pembimbing dan dosen penguji yang telah banyak memberikan bimbingan dan masukan selama pengerjaan penelitian ini. Tidak lupa juga penulis mengucapkan kepada kedua orang tua kami atas doa, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini serta keluarga besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). khususnya teman-teman *Mixing Crew* Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS atas dukungannya

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Balkis, Ratna & Setyawan, H. (2009): *Sintesa Silika Berpori dengan Metode Dual Templating dan Waterglass*, Journal Nanosains dan Nanoteknologi. 13-18
- [2] Dodd, A.C., McKinley, A.J., Saunders, M. & Tsuzuki, T. (2005): *Effect of Particle size on the Photocatalytic Activity of nanoparticulate Zinc Oxide*. Journal of Nanoparticle Research. 8: 43-51
- [3] Dong, L., dkk. (2005): *Preparation of ZnO colloids by aggregation of the nanocrystal subunits*, Journal of Colloid and Interface Science. 283:380-384
- [4] Liu, C.H., dkk. (1991): *The Preparation and Growth of Colloidal Particles of Concentrated Silica Sols*. Colloids and Surface A: Physicochemical and Engineering Aspects. 74(1):13
- [5] Sahu, Dojalisa., dkk. (2010): *Probing The Surface States in Nano ZnO Powder Synthesized by Sonication Method: Photo and Thermo-luminescence Studies*. Journal of Luminescence. 130:1371-1378