

PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI KATALIS TiO₂/KARBON AKTIF DENGAN METODE *SOLID STATE*

Upita Septiani^a, Mega Gustiana^a, Safni^b

^aLaboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

e-mail: upitas@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract

Composite catalyst of TiO₂/Activated Carbon (TiO₂/AC) has been synthesized with successfully by solid-state method. Synthesis was done by varying the addition of AC 5%, 10% and 15% of the mass of TiO₂ was used. Composite catalyst was calcinated at temperature 400°C and characterized by *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD) and *Scanning Electron Microscopy* (SEM). FTIR spectrum show that the absorption of C=C at wavenumber 1600-1800 cm⁻¹, that assumed from AC. From XRD we can see with variated of AC did not given different XRD patterns significantly, crystal structure of catalyst is anatase. SEM images showed that AC prevented the agglomeration of TiO₂ that would expand surface area and increased catalytic activity of TiO₂.

Keywords : activated carbon, composite, catalyst, rhodamin B, *solid state*, TiO₂

I. Pendahuluan

TiO₂ banyak digunakan sebagai fotokatalis karena TiO₂ bersifat inert, stabilitas termalnya baik, non-toksik, tahan pada temperatur tinggi, aktifitas katalitiknya cukup baik.^{1,2,3,4,5} Aktifitas fotokatalitik dari TiO₂ dapat ditingkatkan dengan memodifikasi struktur, luas permukaan dan ukuran partikel dengan menambahkan ion dopan.^{6,7} Salah satu modifikasi TiO₂ adalah dengan menambahkan karbon.

Karbon yang ditingkatkan dayanya melalui aktivasi disebut karbon aktif, memiliki luas permukaan yang cukup besar dan memiliki sifat adsorpsi yang cukup baik, sehingga bisa digunakan sebagai adsorben, sifat karbon aktif ini dapat membantu proses adsorpsi-katalitik.^{8,9}

Beberapa penelitian tentang TiO₂/karbon aktif pernah dilakukan oleh Andayani dan Sumartono (2006), katalis TiO₂/C yang diimobilisasi pada pelat titanium dengan proses sol-gel, katalis dibuat dengan rasio TiO₂/C 8/2 dan 5/5, karbon aktif dapat meningkatkan aktivitas katalitik dari TiO₂.¹⁰ Oleh F.J Maldonado-Hodar, katalis TiO₂/karbon aktif dibuat dengan metode xerogel dan aerogel, dengan penambahan karbon katalis yang terbentuk memiliki pori yang berukuran mikro.¹¹

Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan katalis TiO₂/karbon aktif dengan metode *solid state*, kemudian katalis yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*), XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu TiO₂ anatase (Ishihara Sangyo Kaisha LTD, JAPAN), karbon aktif (Merck), dan akuades.

XRD (Philip X'pert Powder dengan sumber target Cu K α), SEM (Phenom Pro X), FTIR (Evolution 201 UV-Visible Spectrophotometer)

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Preparasi Sampel TiO₂

TiO₂ diaktifasi dengan cara dipanaskan pada temperatur 200°C menggunakan oven selama 4 jam.

2.2.2 Preparasi Katalis TiO₂/KA

Komposit TiO₂/karbon aktif (TiO₂/KA) dibuat dengan Rasio TiO₂ : karbon aktif, yaitu 95% : 5%, 90% : 10% dan 85% : 15%. Katalis dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 6 jam.

2.2.3 Karakterisasi Katalis TiO₂/KA

2.2.3.1 Karakterisasi dengan FTIR

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dari katalis komposit TiO₂/KA.

2.2.3.2 Karakterisasi dengan XRD

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari katalis komposit TiO₂/KA.

2.2.3.3 Karakterisasi dengan SEM

Karakterisasi dengan SEM untuk melihat morfologi dari katalis TiO₂/KA.

III. Hasil dan Pembahasan

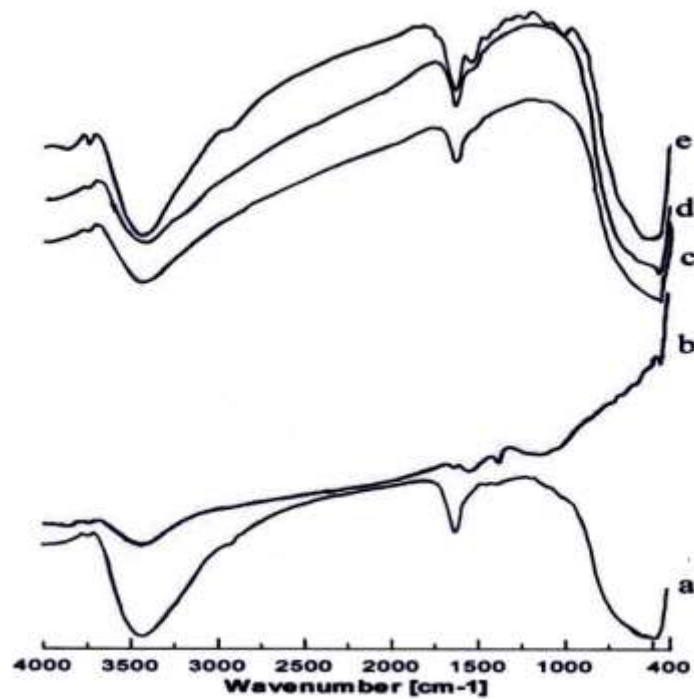
3.1 Karakterisasi dengan FTIR

Gambar (1) merupakan spektrum FTIR dari TiO₂, karbon aktif dan katalis TiO₂/KA dengan variasi KA 5%wt, 10%wt dan 15%wt. Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode analisis yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi, komposisi kimia dan tipe ikatan berdasarkan vibrasi atom dalam molekul.

Gambar (1.a) memperlihatkan spektrum FTIR TiO₂ murni. Spektrum ini memperlihatkan adanya serapan yang kuat pada daerah 400-1000 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya ikatan Ti-O-Ti, ini mengindikasikan formasi kerja dari titanium dioksida. Selanjutnya pada daerah 3200-3600 cm⁻¹ merupakan vibrasi O-H stretching dari molekul H₂O yang terserap pada permukaan TiO₂.¹⁴

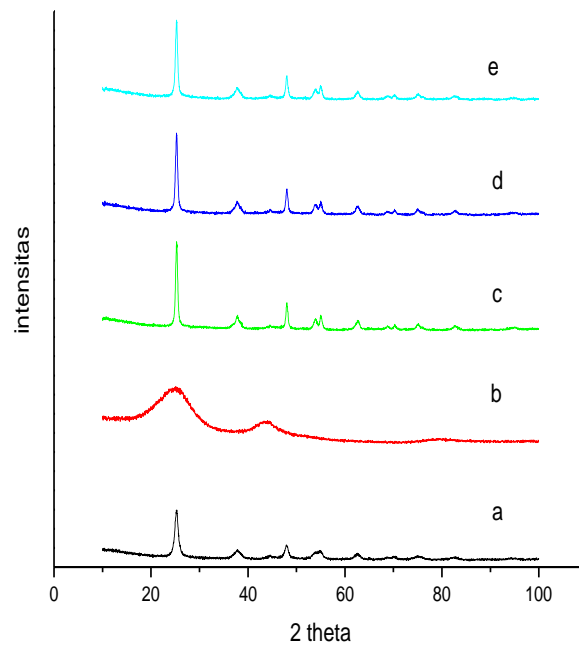
Gambar (1.b) memperlihatkan spektrum FTIR karbon aktif murni. Pada daerah kisaran gelombang 3399 cm⁻¹- 3441 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus hidroksil (-OH) pada karbon aktif., tidak adanya pita-serapan pada kisaran daerah sidik jari 700 - 800 cm⁻¹ menunjukkan bahwa karbon aktif bukan merupakan senyawa yang mengandung rantai alkil panjang.¹⁵

Gambar (1.c, d, dan e) merupakan spektrum dari TiO₂/KA dengan variasi KA 5%wt, 10wt, dan 15%wt, spektrum ketiga katalis ini relatif sama atau senada, dimana muncul spektrum yang sama dengan TiO₂. Penambahan karbon aktif dengan beberapa variasi tidak memberikan perubahan pada spektrum TiO₂, yaitu daerah serapan 450 - 550 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur dari Ti-O, pada daerah 3400 - 3700 cm⁻¹ merupakan stretching O-H dari molekul H₂O yang terserap pada permukaan TiO₂. Kemudian adanya serapan yang lemah didaerah 1600- an cm⁻¹ menunjukkan adanya stretching C=C yang diasumsikan berasal dari karbon aktif. Hal ini dimungkinkan karena jumlah karbon aktif yang sedikit.¹⁵



Gambar 1. Spektrum FTIR, a. TiO₂, b. Karbon Aktif, c. TiO₂/KA 5%, d. TiO₂/KA 10%, e. TiO₂/KA 15%.

3.2 Karakterisasi dengan XRD



Gambar 2. Pola Difraksi dari, a. TiO₂, b. Karbon Aktif, c. TiO₂/KA 5%, d. TiO₂/KA 10%, e. TiO₂/KA 15%.

Gambar (2) ini menunjukkan pola difraksi dari TiO₂, karbon aktif dan katalis TiO₂/KA dengan variasi KA 5%wt, 10%wt, 15%wt yang dilakukan dengan alat XRD. Karakterisasi menggunakan

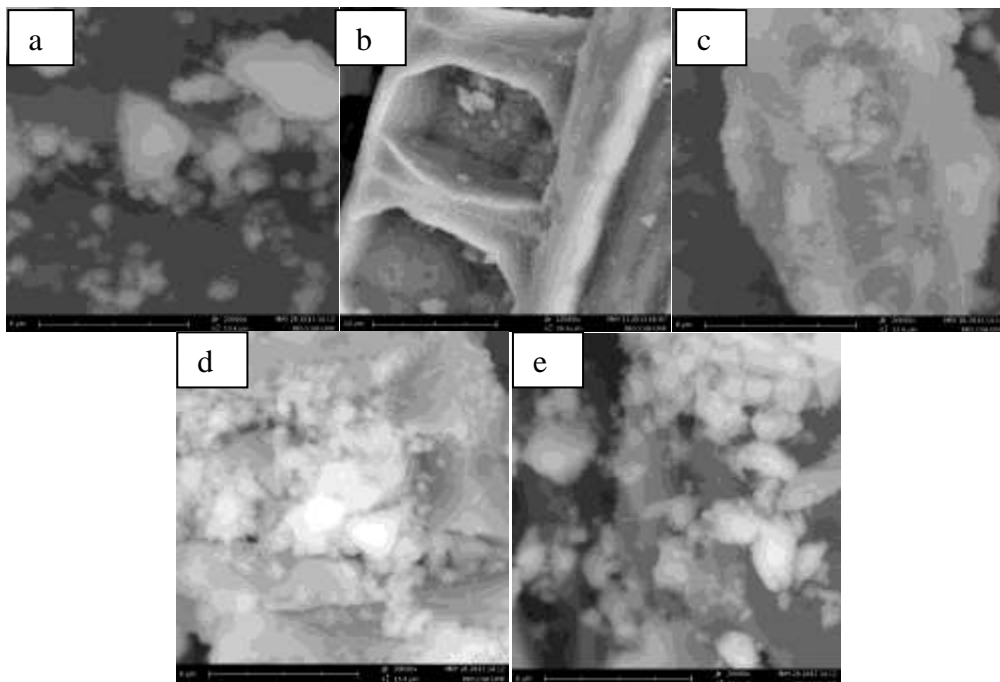
XRD ini berguna untuk mengetahui struktur kristal katalis yang serta mengetahui ukuran kristal dari katalis.

Gambar (2.a) merupakan pola difraksi sinar-X dari TiO_2 , dengan membandingkan data dari JCPDS No.01-072-7058, puncak-puncak TiO_2 yang diukur menunjukkan kemiripan dengan puncak-puncak TiO_2 pada JCPDS tersebut, ini mengindikasikan bahwa TiO_2 memiliki struktur anatase, dengan ukuran kristal yang didapat dari perhitungan dengan menggunakan persamaan Scherrer yaitu, 14 nm.

Dari gambar (2.b) dapat dilihat pola difraksi karbon aktif yang tidak menunjukkan puncak yang tajam, puncak tersebut memberikan informasi bahwa karbon aktif tidak berbentuk kristal, tetapi berbentuk amorf sesuai dengan data JCPDS, No.00-023-0064.

Pola difraksi sinar-X dari katalis TiO_2/KA dengan variasi KA 5%wt, 10%wt, dan 15%wt ditunjukkan oleh gambar (2.c, d dan e) dari ketiga gambar dapat dilihat adanya puncak-puncak dengan pola yang sama dengan pola TiO_2 . Dari gambar dapat disimpulkan dengan adanya penambahan karbon aktif tidak berpengaruh pada bentuk pola difraksi sinar-X dari katalis, tetapi intensitas puncak dari TiO_2 dengan penambahan variasi KA 5%wt, 10%wt, dan 15%wt mengalami perubahan. Intensitas yang berbeda ini akan memberikan pengaruh pada ukuran kristal katalis, dimana ukuran kristal dari katalis TiO_2 dan katalis komposit TiO_2/KA dengan variasi 5, 10, dan 15% didapatkan dengan menggunakan persamaan Scherrer, ukuran kristal untuk TiO_2/KA dengan variasi KA 5%wt, 10%wt, 15%wt berturut-turut adalah 35; 45; dan 35 nm.

3.3 Gambar SEM (Scanning Electron Microscopy) Katalis TiO_2 , Karbon Aktif dan Katalis TiO_2/KA



Gambar 3. Foto SEM dari, a. TiO_2 (perbesaran 20000x), b. Karbon Aktif (perbesaran 10000x), c. TiO_2/KA 5%, d. TiO_2/KA 10%, e. TiO_2/KA 15% (perbesaran 20000x).

Analisis SEM digunakan untuk menganalisis morfologi permukaan katalis, foto SEM dari TiO_2 , karbon aktif dan katalis TiO_2/KA dengan variasi 5, 10 dan 15% diperlihatkan pada gambar 3.

Gambar (3.a) merupakan gambar TiO₂ murni pada perbesaran 20000x, dari foto SEM dapat terlihat partikel-partikel TiO₂ menumpuk sesamanya, sehingga terlihat seperti gumpalan-gumpalan putih dengan ukuran yang tidak seragam. Gambar (3.b) merupakan foto SEM dari karbon aktif pada perbesaran 10000x, dari gambar dapat dilihat bahwa karbon berbentuk batangan dan memiliki pori. Pori ini yang nantinya akan membantu kerja katalitik dari TiO₂.

Gambar (3.c, d dan e) merupakan foto SEM dari katalis TiO₂/KA dengan variasi 5, 10, dan 15%. Dari gambar dapat dilihat bahwa TiO₂ menempel dan menyebar pada permukaan karbon, dengan bertambahnya konsentrasi karbon menyebabkan penggumpalan antara sesama partikel-partikel TiO₂ terhalang. Karbon dapat menghalangi penumpukan yang terjadi pada sesama partikel TiO₂, terhalangnya penumpukan partikel TiO₂ ini diasumsikan akan menyebabkan luas permukaan partikel TiO₂ semakin besar, yang nantinya akan meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO₂.

IV. Kesimpulan

Karbon aktif dapat meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari TiO₂ dengan memperluas permukaan dari TiO₂. Dapat dilihat dari karakterisasi dengan SEM, karbon aktif dapat mencegah penggumpalan antara partikel-partikel TiO₂. Penambahan karbon aktif tidak berpengaruh pada bentuk pola difraksi sinar-X dari katalis, tetapi intensitas puncak dari katalis TiO₂/KA dengan variasi KA 5%wt, 10%wt dan 15%wt mengalami perubahan, sehingga akan memberikan pengaruh pada ukuran kristal katalis.

Referensi

1. Arief, S., Safni., Roza, P.P. (2007), Degradasi Senyawa Rhodamin B secara Sonolisis dengan Penambahan TiO₂, hasil Sintesa melalui Proses Sol-gel. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1), pp 64-70. ISSN 1978-628x.
2. Safni., Maizatisna., Zulfarman., Sakai. T. (2007), Degradasi Zat Warna Naphthol Blue Black secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂-anatase. *Jurnal Riset Kimia*, 1(1), pp 43-49. ISSN 1978-628x.
3. Ren, W., Zhihui, A., Falong, J., Lizhi, Z., Xiaoxing, F., Zhigang, Z. (2007), Low Temperature Preparation and Visible Light Photocatalytic Activity of Mesoporous Carbon - Doped Crystalline TiO₂, *Applied Catalysis B : Environmental*, Vol. 69, 138-144.
4. Qingshan, Y., Liaou, Y., Mao, L. (2012), Kinetics of Photocatalytic Degradation of Gaseous Organic Compounds on Modified TiO₂/AC Composite Photocatalyst, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, Vol. 20, No. 3, 572-576.
5. Safni., Sari, F., Maizatisna., Zulfarman. Degradasi Zat Warna Metanil Yellow secara Sonolisis dan Fotolisis dengan penambahan TiO₂-anatase. *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*, 13(2) 2008. ISSN 1410-0177.
6. Zaleska, A. (2008), Doped- TiO₂, *Recent Patens on Engineering*, Vol.2 : 157-164.
7. Azis, H., Admin, A., Safni., Syukri., Olly, N.T. (2009), *Pengantar Fotokimia*, Edisi I, Padang : Sukabina Press.
8. Azhar, R.F., M. Wildan, B.Y., Syifa, F., Ucu, S., Widayati. (2009), Carbon, rofaneutron.files.wordpress.com/2010/09/carbon.docx. Diunduh pada 2 Agustus 2013.

8. Misbakhuddin. (2010), Pengaruh Ketebalan Karbon Aktif sebagai Media Filter terhadap Penurunan Kesadahan Air Sumur Artetis, Eksplanasi, Vol.5, No.2, hal 1-11.
9. Andayani, W., Agustin, S., (2006), Karakterisasi Katalis TiO₂ dan TiO₂/Karbon Aktif yang Diimobilisasi pada Pelat Titanium dan Uji Aktifitasnya sebagai Fotokatalis, Jurnal Kimia Indonesia., Vol. 1 (2), hal. 54-58.
10. Hodar, F. J. M., Carlos, M. C., Jose, R. U., (2000). Synthesis, Pore Texture and Surface Acid-Base Character of TiO₂/Carbon Composite Xerogels and Aerogels and Their Carbonized Derivatives. *Journal of Applied Catalysis : General* 203 : 151-159.
11. Safni., Titin, N.H.P., Hamzar, S. (2008), Degradasi Zat Warna Rhodamin B secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂-anatase, *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*, Vol.13, No.1, 38-42.
12. Tang, S, K., Tjoon, T, T., Abbas, F.M.A., Li, Z. (2012), Sonocatalytic Degradation of Rhodamine B in Aqueous Solution in the Presence of TiO₂ Coated Activated Carbon, *SciVerse ScienceDirect.*, Vol. 1, 110-115.
13. Oja., A. Mere., M. Krunks, C-H. Solterbeck, M. Es-Souni, (2004). Properties of TiO₂ Film Prepared by the Spray Pyrolysis Method, *Solid State Phenomena*, Vol.99-100, 259-264.
15. Stuart, B. (2004). *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications*, John Willey and Sons. Ltd, 24 dan 28.