

PENGARUH JENIS ASAM DAN DERAJAT KEASAMAN (pH) TERHADAP MORFOLOGI KOMPOSIT TITANIA-SILIKA

Lucky Bayu Riantino, Vineta Septi Widiananda, Srie Muljani*, Suprihatin

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur
Jl. Raya Rungkut Madya, Gunung Anyar, Surabaya 60294, Indonesia
* Penulis Korespondensi: E-mail: sriemuljani.tk@upnjatim.ac.id

Abstrak

Limbah geothermal sludge dari pembangkit listrik tenaga panas bumi (PLTPB), Dieng sangatlah kaya akan kandungan silika, dimana tujuan dari penelitian kali ini adalah untuk mengoptimalkan penggunaan limbah geothermal sludge lebih lanjut dengan mengkompositkan silika-titanium melalui metode sol-gel, dimana silika mampu berperan dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari titanium. Pada penelitian ini digunakan variasi asam berupa HCl, H₂SO₄, Asam Sitrat, Asam Tartrat dengan rentang pH 5-9. Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi asam dan pH memiliki efek pada morfologi komposit titania-silika dimana distribusi partikel komposit yang sangat beragam dibuktikan dari Analisa SEM dan didapatkan ukuran partikel terkecil mencapai 225 nm dengan dominasi 52,2% pada komposit titania-silika pada variabel asam H₂SO₄ pH 5 serta bentuk korporasi komposit titania-silika dibuktikan melalui Analisa FTIR bahwasanya komposit titania-silika berikatan secara kimiawi akibat terbentuknya gugus fungsi Si-O-Ti.

Kata kunci: titanium; silika; komposit; morfologi; material maju

Abstract

Geothermal sludge from geothermal power plants on Dieng has been known as a source of silica. Geothermal sludge can be further optimized by composing silica-titanium through the sol-gel method. Silica has the main purpose to increase photocatalytic activity of titanium. The research method to form titanium-silica composite by using various acid such as chloride acid, sulfuric acid, citric acid, tartaric acid with range of pH about 5 to 9. The result showed that the various of acid and pH had an effect on morphology of titania-silica composite, the distribution of composite particles was proven by SEM analysis and obtained the smallest particle size reaching 225 nm with 52.2% dominance of titania-silica composites on sulfuric acid (pH = 5) variable. The corporation form of titania-silica were proven through FTIR analysis that titania-silica composite has a chemical bound by the formation of Si-O-Ti as a functional groups.

Key words: titanium; silica; composite; morphology; advanced materials

PENDAHULUAN

Geothermal sludge merupakan limbah dari pembangkit listrik tenaga panas bumi (PLTPB) yang ketersediannya cukup melimpah dan belum dimanfaatkan untuk menghasilkan suatu produk yang mempunyai nilai ekonomi yang tinggi. Berdasarkan hasil studi literatur dan Analisa laboratorium diketahui bahwa limbah geothermal sludge memiliki kandungan silika dengan kadar 65%-75% berat (Sumada,2017). Titania (TiO₂) telah dikenal sebagai semikonduktor fotokatalis, yaitu bahan yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi maupun reduksi yang diinduksi oleh

cahaya. Sifat fotokatalitik titania tersebut dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti struktur kristal, luas permukaan, porositas, bentuk, dan distribusi pori. Titania dikenal memiliki 3 fasa kristal diantaranya adalah brookite, anastase, rutil. Titania jenis anastase memiliki fotoaktivitas yang lebih tinggi daripada brookite dan rutil (Kunarti dkk,2011). Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mengkaji efektivitas fotokatalis titania dalam reaksi fotodegradasi polutan berbahaya menjadi senyawa yang aman. Berbagai macam metode digunakan untuk mendapatkan nanokomposit dengan hasil terbaik

diantaranya menggunakan metode kopresipitasi dan sol-gel. Material komposit sendiri merupakan kombinasi antara dua material ataupun lebih yang masing-masing material penyusun berupa matriks dan filler memiliki sifat yang berbeda. Biasanya peran silika pada komposit berfungsi sebagai filler dikarenakan bahan silika memiliki beberapa kelebihan diantaranya bahan murninya dapat dengan mudah disintesis dalam skala besar dan memiliki kapasitas pertukaran kation yang tinggi (Dewanto dan Munasir, 2016).

Dari hasil penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Balachandran, Venckatesh, dan Sivraj (2010) mengenai 'Sintesis Komposit Nano Partikel TiO₂-SiO₂ Menggunakan Metode Sol-gel dan Efek Pada Ukuran Bentuk Morfologi Permukaan Serta Stabilitas Thermal' dimana dalam sintesis partikel TiO₂, Titanium tetra isopropoksida digunakan sebagai prekursor yang dipresipitasi dengan HCl, yang kemudian ditambahkan dengan etanol dan campuran air deionisasi hingga pH mendekati 1,5. Sedangkan partikel silika dibuat dari asam silikat dimana nantinya campuran titania-silika dipanaskan hingga mencapai suhu 120°C. Pada penelitian ini didapatkan hasil berupa nanokomposit inti/kulit koloid berbasis air TiO₂/SiO₂ berhasil disintesis sebagai partikel TiO₂, TiO₂-SiO₂ anastase dengan metode sol-gel. Spektroskopi FTIR menunjukkan ikatan Ti-O, Ti-O-Si terbentuk dan penambahan partikel SiO₂ mengubah ukuran dan bentuk partikel TiO₂ dan juga meningkatkan stabilitas thermal partikel TiO₂. Penambahan SiO₂ secara efektif dapat menekan pertumbuhan partikel dan meningkatkan stabilitas hidrosol TiO₂. Ukuran kristal partikel komposit akan menurun dan luas permukaan meningkat dengan penambahan silika. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Kunarti, Wahyuni, Hapsari (2011) mengenai preparasi dan karakterisasi nanokristal titania terinkorporasi silika (nanokomposit titania-silika) yang dilakukan melalui proses sol-gel. Dimana Hasil penelitian membuktikan bahwasanya penambahan matriks titania menyebabkan pembentukan ikatan cross-linking Si-O-Ti dan oxygen vacancies dalam silika. Dengan kondisi penambahan titania pada komposit titania-silika dengan variabel rasio perbandingan silika dan titania 0,2:1; 0,3:1; 0,4:1;

0,5:1 yang menyebabkan jumlah titania yang terinkorporasi pada matriks silika 17,64%; 32,12%; 38,75%; 42,59% dimana inkorporasi titania pada matriks silika dapat meningkatkan stabilitas dan energi celah pita hingga meningkatkan sifat fotokatalisis titania bebas.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh jenis variasi larutan asam sebagai gelling agent dan sebagai pH control dalam pembentukan morfologi dari komposit titania-silika

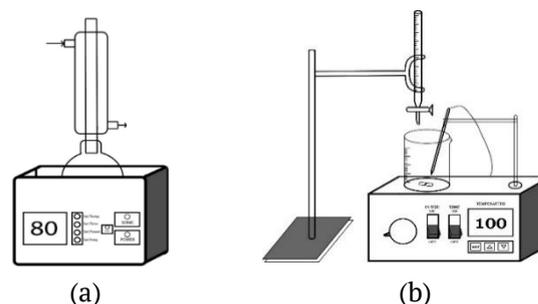
METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan natrium silika 2N dari limbah *geothermal sludge*, titanium oksida 1 gr, asam sitrat, asam tartrat, asam klorida, asam sulfat dengan konsentrasi 2M, dan aqua demineral.

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sonikator dan *magnetic stirrer*.



Gambar 1. (a) Rangkaian Alat Sonikator, (b) Rangkaian Alat Magnetic Stirrer

Prosedur

Pembuatan Komposit Titanium Silika

Metode penelitian yang kami gunakan dalam proses pembentukan komposit TiO₂-Si ialah metode sol gel. Dimana TiO₂ dilarutkan dalam variabel asam yang telah ditentukan, dan dibantu dengan proses Sonikasi yaitu suatu untuk memecah partikel molekul TiO₂ untuk mencapai ukuran nano dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik. Kemudian penambahan silika pada komposit dilakukan dengan titrasi Na₂SiO₅ pada larutan yang telah disonikasi. Batas

akhir titrasi ialah setelah pH larutan komposit telah mencapai variabel yang ditentukan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Didapatkan hasil dari komposit titania-silika yang menggunakan variasi asam yang berbeda yaitu diantaranya asam sulfat, asam sitrat, asam klorida dan asam tartrat dengan rentang pH 5-9, komposit yang terbentuk berfase padatan serbuk dan adapula yang berupa padatan kristal pada variabel yang menggunakan asam organik. Serbuk yang dihasilkan juga memiliki ukuran yang secara kasat mata berbeda bergantung pada variabel asam yang digunakan dan pH larutan akhir. Dimana, dari sampel yang didapat menunjukkan bahwa semakin besar pH, serbuk yang dihasilkan memiliki tekstur yang lebih kasar dan cenderung memiliki butiran partikel yang lebih besar.

a.) Ukuran Partikel dan Distribusi Partikel Komposit Titania-Silika

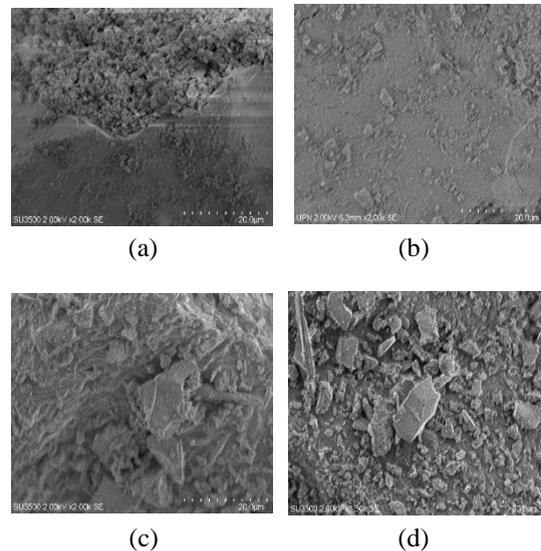
Untuk melihat keseragaman partikel dan mengetahui ukuran partikel komposit titania-silika yang terbentuk maka dilakukan Analisa Scanning Electrone Microscope. Mengenai keseragaman distribusi partikel dan dilanjutkan Analisa ukuran komposit titania silika berdasarkan variabel jenis asam pelarut dan pH. Berikut ini hasil pengukuran dari partikel yang terdistribusi menggunakan ImageJ pada setiap hasil SEM yang ada

Tabel 1. Variasi ukuran partikel komposit titania-silika dengan perbedaan asam dan pH

| Jenis Asam | pH | Distribusi Ukuran Partikel (nm) | | | | |
|--------------------------------|----|---------------------------------|---------|---------|---------|---------|
| | | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| HCl | | 275 nm | 325 nm | 325 nm | 350 nm | 375 nm |
| | | (67%) | (70%) | (82.5%) | (72.3%) | (52.5%) |
| H ₂ SO ₄ | | 225 nm | 275 nm | 375 nm | 375 nm | 425 nm |
| | | (52.2%) | (60.4%) | (52%) | (64%) | (85.4%) |
| Asam Sitrat | | 475 nm | 850 nm | 1150 nm | 910 nm | 1640 nm |
| | | (43.2%) | (53%) | (55%) | (60%) | (57.6%) |
| Asam Tartrat | | 675 nm | 497 nm | 375 nm | 675 nm | 925 nm |
| | | (38%) | (50%) | (40.3%) | (62%) | (61.5%) |

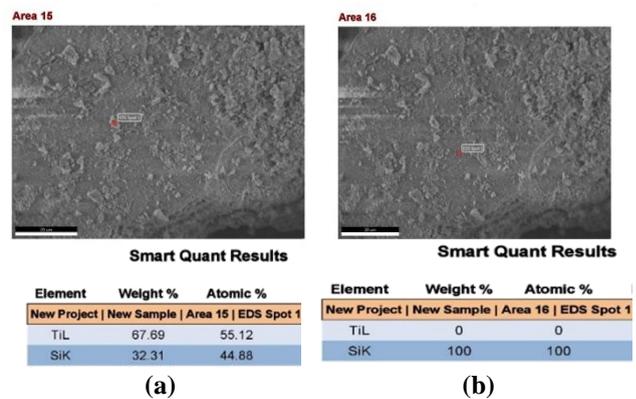
Dari data tersebut membuktikan bahwasanya semakin besar pH maka presentase keseragaman antar partikel akan semakin kecil. Hal ini dikarenakan proses polimerisasi terjadi terlalu

cepat, sehingga distribusi partikel tidak berlangsung secara maksimal serta reaksi kondensi yang terjadi dalam proses pembentukan komposit titania-silika seperti yang sudah dilakukan oleh Ye pada tahun 2014 yang meneliti bagaimana pengaruh pH terhadap pembentukan komposit titania silika. Diameter partikel terkecil didapatkan oleh komposit titania silika dengan asam H₂SO₄ pada pH 225 nm dengan keseragaman partikel mencapai 52,2%. Sedangkan pada asam organik yaitu asam sitrat dan asam tartrat diameter partikel yang dihasilkan berukuran cukup besar, hal ini dikarenakan adanya ikatan gugus organik yang melekat pada komposit titania silika yang dapat dilihat pada Analisa SEM berikut ini



Gambar 1. Gambar SEM komposit titania silika pada pH 5 dengan asam (a) HCl, (b) H₂SO₄, (c) asam sitrat, (d) asam tartrat

b.) Bentuk Inkorporasi Komposit Titania-Silika Beserta Gugus Fungsi

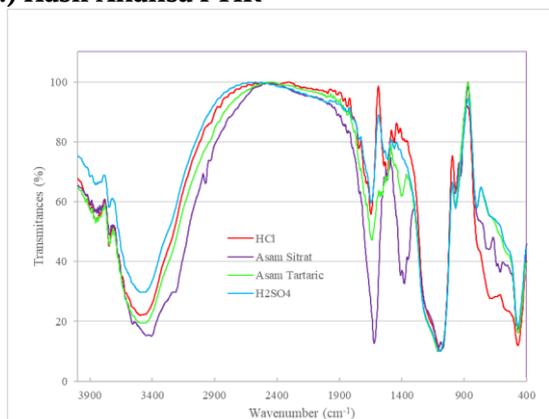


Gambar 2. EDAX dari sampel Komposit Titania Silika dengan pelarut asam H₂SO₄ dengan pH 5 pada spot 1 (a) dan pada spot 2 (b)

Untuk membuktikan bahwasanya komposit titania-silika terbentuk dan untuk melihat pola interkorporasi dari komposit yang terbentuk maka dilakukan Analisa EDAX yaitu berupa penembakan sinar EDAX ke suatu titik pada partikel komposit tersebut, dan dihasilkan bahwas di EDS Spot 1 (a) didapatkan komposit titania-silika memiliki rasio berat 67:32, hasil ini merupakan sampling bahwa titanium dan silika tidak berdiri terpisah namun saling berikatan satu sama lain, dan hasil pada uji spot 2 (b) bahwa silika 100% didapatkan pada kulit, dimana menandakan bahwa silika mendominasi pada bagian kulit komposit.

Sehingga, dapat disimpulkan dari hasil Analisa SEM EDAX menyatakan bahwa komposit yang terbentuk memiliki pola inkorporasi dimana titania tidak hanya sekedar menempel pada permukaan partikel silika, namun titania tertanam pada partikel silika. Keadaan ini dapat terjadi karena bahan baku silika yang berasal dari ekstrak Geothermal Sludge memiliki sifat amorf.

c.) Hasil Analisa FTIR



Gambar 5. Spektra FTIR pada komposit titania-silika dengan asam yang berbeda-beda

Adanya puncak pada bilangan gelombang 3447,32 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus Si-OH dan -OH yang bebas. Puncak gelombang pada 1701,86 cm⁻¹ menunjukkan serapan gelombang dari kelompok gugus C=C yang juga dapat

dikaitkan dengan gugus aromatic yang dimiliki oleh asam sitrat yang sukar untuk dipisahkan ketika proses pencucian. Kelompok fungsional silika Si-O-Si ditunjukkan oleh vibrasi gelombang 1084,04 cm⁻¹ hingga 1100 cm⁻¹ serta pada gelombang 970 cm⁻¹ didapatkan kelompok fungsional Ti-O-Si dimana ciri khas dari komposit titania-silika. Telah dibuktikan melalui Analisa FTIR pada keempat asam didapatkan kelompok fungsional tersebut dengan beda intensitas, dan didapatkan pula pada gelombang 470 cm⁻¹ yaitu berupa gugus TiO₂, Berdasarkan gambar (5) tersebut maka dapat disimpulkan bahwasanya jenis asam pelarut yang digunakan akan sangat berpengaruh terhadap gugus gugus yang terbentuk. Karena, dari setiap unsur pembentuk asam yang akan diikat oleh TiO₂ lalu dikompositkan oleh Na₂SiO₃ akan dapat membentuk unsur garam ataupun unsur lain walaupun telah melalui proses ataupun tahap pencucian. Hasil yang sangat signifikan berbeda ialah pada asam sitrat dimana unsur aromatic dari asam organik yang ada sangat melekat pada komposit yang telah dipancarkan gelombangnya oleh FTIR, yaitu pada gelombang 1600-1700 cm⁻¹ tetapi masih terbentuk kelompok Ti-O-Si pada gelombang 970cm⁻¹. Gugus yang tertangkap pada intensitas gelombang tersebut menunjukkan bahwa silika telah berikatan dengan titania dan membentuk sifat serta karakter yang hampir serupa pada beberapa variasi asam, kecuali pada asam organik yang memiliki ciri khas berupa pembawaan ikatan gugus aromatic bersamanya. Maka dari hasil FTIR ini disimpulkan bahwa variasi asam anorganik berupa asam klorida dan asam sulfat menunjukkan hasil pancaran gelombang yang tidak jauh berbeda, hanya berbeda pada regangan yang diakibatkan dari kekuatan asam dalam kemampuannya mengikat gugus natrium pada Na₂SiO₃ yang mengakibatkan adanya regangan pada gugus silanol (Si-OH).

SIMPULAN

Pada hasil penelitian ini didapatkan kesimpulan sebagai berikut :

- Terdapat pengaruh jenis asam dan pH terhadap morfologi dari komposit titania-silika, dimana partikel terkecil yang

mampu dibentuk yaitu sekitar 225nm pada variabel asam sulfat dengan pH 5.

- Interkorporasi antara komposit titania-silika tidak hanya berinteraksi secara fisik (titania tidak hanya menempel pada kulit silika) namun juga berinteraksi secara kimiawi dengan terbentuknya gugus Si-O-Ti pada hasil Analisa FTIR

SARAN

Disarankan untuk mencapai ukuran nanopartikel dapat menurunkan variabel pH sekisar range 3 hingga 4, dan setelah dilakukan drying sebaiknya dilakukan proses lebih lanjut berupa kalsinasi

DAFTAR PUSTAKA

- [1] K. Sumada, K. A. Palaguna, and B. Anggun, "Karakteristik Natrium Silika dari Geothermal Sludge dan Abu Bagasse," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 11, no. 2, pp. 60-64, 2017.
- [2] E. A. P. Wibowo, N. R. Aji, R. Ujiningtyas, T. Mayasari, and N. Widiarti, "Fotokatalis TiO₂/Kitosan dan TiO₂/Bentonit sebagai Penjernih Air Embung di Lingkungan Unnes," *Jurnal Sains dan Teknologi*, vol. 5, no. 2, pp. 807-812, 2016.
- [3] J. Matos, J. Laine, and J.-M. Herrmann, "Effect of the type of activated carbons on the photocatalytic degradation of aqueous organic pollutants by UV-irradiated titania," *Journal of Catalysis*, vol. 200, no. 1, pp. 10-20, 2001.
- [4] A. SIAHMI DEWANTO, "CORE SHELL PARTIKEL Fe₃O₄/a-SiO₂ BERBASIS BAHAN ALAM DISINTESIS DENGAN METODE KOPRESIPITASI," *Inovasi Fisika Indonesia*, vol. 5, no. 2, 2016.
- [5] M. Chellappa, B. Thejaswini, and U. Vijayalakshmi, "Biocompatibility assessment of SiO₂-TiO₂ composite powder on MG63 osteoblast cell lines for orthopaedic applications," *IET nanobiotechnology*, vol. 11, no. 1, pp. 77-82, 2016.
- [6] B. Niu, X. Wang, K. Wu, X. He, and R. Zhang, "Mesoporous titanium dioxide: Synthesis and applications in photocatalysis, energy and biology," *Materials*, vol. 11, no. 10, p. 1910, 2018.
- [7] E. S. Kunarti, E. T. Wahyuni, and I. A. Hapsari, "Inkorporasi Titania Pada Matriks Silika Dan Pengaruhnya Terhadap Aktivitas Fotokatalitik Titania Pada Degradasi Metil Oranye

(Incorporation of Titania Into Silica Matrix and Its Effect Toward the Photocatalytic Activity of Titania on the Degradation)," *Jurnal Manusia dan Lingkungan*, vol. 18, no. 1, pp. 1-8, 2010.

- [8] G. Ye, "Synthesis and Characterization of Cellulose fiber-silica nanocomposites," 2014.
- [9] T.-H. Liou and C.-C. Yang, "Synthesis and surface characteristics of nanosilica produced from alkali-extracted rice husk ash," *Materials science and engineering: B*, vol. 176, no. 7, pp. 521-529, 2011.
- [10] E. Suprihatin, T. A. Zaharah, and N. Wahyuni, "Pembuatan Membran Silika dari Fly Ash dan Aplikasinya untuk Menurunkan Kadar COD dan BOD Limbah Cair Kelapa Sawit," *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, vol. 4, no. 3, 2015.