

SINTESIS KOMPOSIT $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ BERBASIS LIMBAH AMPAS TEBU DI WILAYAH BANDAR LAMPUNG DENGAN KOMBINASI METODE KOPRESIPITASI & SOL GEL UNTUK APLIKASI FOTOKATALIS

Harlina Ardiyanti, Deska Lismawenning Puspitarum, Okky Fajar Tri Maryana,
Weni Ayu Puja Kesuma

Program Studi Fisika, Institut Teknologi Sumatera
Email: harlina.ardiyanti@fi.itera.ac.id

Diterima: 15 Agustus 2019. Disetujui: 3 September 2019.

Abstrak

Telah dilakukan sintesis komposit $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ berbasis limbah ampas dengan kombinasi metode kopresipitasi dan sol gel. Proses sintesis terdiri dari 3 tahap, yaitu (1) preparasi nanopartikel Fe_3O_4 dengan metode kopresipitasi, (2) sintesis SiO_2 dari limbah ampas tebu dengan metode sol gel, dan tahap akhir sintesis komposit $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$. Karakterisasi *X-ray Diffraction* (XRD) menunjukkan struktur kristal dari komposit dan analisis gugus fungsi ditunjukkan dengan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) yang menunjukkan bahwa komposit telah berhasil disintesis. Aktivitas fotokatalis dari komposit diujikan dengan pendegradasian zat warna *Methylene Blue* (MB) di bawah sinar matahari (visible light) selama 5 jam. Hasilnya menunjukkan bahwa komposit mempunyai aktivitas fotokatalis dan kemampuan degradasi MB yang lebih efektif dibandingkan dengan TiO_2 murni.

Kata Kunci: komposit, fotokatalis, limbah ampas tebu, kopresipitasi, metode sol gel.

Abstract

Synthesis of composite $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ based sugarcane bagasse has been successfully carried out by sol gel and co-precipitation method. Synthesis of $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ was carried out three stages. (1) preparation of Fe_3O_4 nanoparticles by co-precipitation method, (2) synthesis SiO_2 from sugarcane bagasse by sol gel method, and final stage synthesis of composite $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$. Crystal structure of the composite have been investigated by X-ray Diffraction (XRD) and the bonding analysis by Fourier Transform Infrared (FTIR) were confirmed that composite $Fe_3O_4/SiO_2/TiO_2$ successfully synthesis. The photocatalyst activity of the composite was tested by degradation of methylene blue (MB) under the visible light (under the sun) for 5 hours. The result showed that the composite has photocatalytic and absorption properties that has good performance to degradation MB than pure TiO_2 .

Keywords: composite, photocatalyst, sugarcane bagasse, co-precipitation method, sol gel method.

PENDAHULUAN

Propinsi Lampung memiliki banyak produsen limbah ampas tebu, diantaranya pabrik gula serta para pedagang minuman es tebu di Bandar Lampung. Limbah ampas tebu atau *baggase sugarcane* merupakan limbah organik yang tidak larut dalam air serta bersifat bulky atau meruah sehingga terlihat banyak. Limbah ampas tebu yang dihasilkan pedagang kaki lima selama ini hanya dibuang pada pembuangan sampah masyarakat yang kapasitas sampahnya sudah sangat banyak. Penduduk Bandar Lampung menghasilkan volume sampah mencapai 2.086,71 m³ per hari dengan rata-rata sekitar 0,43 kg/hari/orang terbagi atas sampah organik 65% dan anorganik 35% (Sentosa, 2012).

Ampas tebu mengandung silika sekitar 55,5% - 70% (Kristianingrum, Siswani, & Fillaeli, 2011). Kandungan tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika organik yang dapat diubah dalam skala nanometer yang kemudian memiliki banyak aplikasi. Salah satu aplikasi yang menarik pada saat ini adalah sebagai penjernih air serta

pemurni limbah cair karena makin meningkatnya kebutuhan air bersih serta pencemaran lingkungan dari limbah cair yang makin marak.

Dalam pengolahan limbah berbagai metode telah diujikan dengan berbagai keunggulan. Salah satu metoda yang paling menjanjikan dalam pengolahan limbah adalah fotokatalis. Mekanisme Fotokatalis dalam proses penguraian limbah bekerja berdasarkan penyerapan cahaya (spektrum) oleh material semikonduktor sehingga terbentuk pasangan elektron dan hole pada permukaan (Sjamsiah, Ramadani, & Hermawan, 2017). Beberapa jenis material metal semikonduktor seperti TiO₂, ZnO and CdS digunakan sebagai bahan fotokatalis karena dapat diaktivasi pada rentang spektrum UV dan cahaya tampak. Dari berbagai jenis semikonduktor tersebut TiO₂ paling banyak digunakan karena kecocokan pada energi gap, stabilitas optik dan kimia yang tinggi, tidak beracun dan relatif ekonomis (Li, Zhang, Guo, & Wang, 2009).

Aktivitas fotokatalis (fotoaktivitas) TiO₂ dapat ditingkatkan melalui

pengembangan pada material pendukung. Penggabungan TiO₂ dengan salah satu material pendukung akan membentuk komposit. Beberapa material pendukung yang sering digunakan adalah SiO₂ (Sjamsiah et al., 2017), doping dengan logam transisi seperti Fe, Co, Ni, V, Cr, Nd, Mo dan menggunakan non-logam seperti unsur N, S, C, B, P dan F (Zaleska, 2008). Material pendukung ini berfungsi untuk mereduksi energi gap pada TiO₂ sehingga lebih mudah untuk diaktivasi.

Berkaitan dengan pengembangan material pendukung fotokatalis TiO₂, secara khusus dengan menggunakan SiO₂ dapat meningkatkan laju aktivitas penguraian limbah (Pang, Kho, & Chin, 2012). Selain reduksi energi gap, penambahan SiO₂ juga dapat meningkatkan kestabilan termal dan morfologi yang lebih homogen.

Disisi lain, topik kajian dalam pengembangan fotokatalis TiO₂ adalah proses pemisahan dari setelah penyerapan dengan limbah. TiO₂ yang telah menyatu dengan limbah biasanya dipisahkan dengan metode penyaringan. Namun metode ini tidak bekerja dengan efektif. Untuk

mengatasi masalah ini, ide induksi magnetik menjadi salah satu pilihan. Material nanopartikel magnetik dengan karakteristik yang khas (sifat superparamagnetik) dipilih seperti Fe₃O₄, CoFe₂O₄ dan NiFe₂O₄ (Guimarães, 2009). Sifat khas ini sangat bergantung pada ukuran dari partikel, dan kontrol ukuran partikel sangat bergantung pada metode sintesis.

Berdasarkan latar belakang tersebut, dalam penelitian ini difokuskan pada desain metode sintesis komposit Fe₃O₄/SiO₂/TiO₂. Kombinasi metode sol-gel dan kopresipitasi yang relatif murah dan sederhana diharapkan dapat menghasilkan nanopartikel dengan homogenitas yang tinggi yang akan sangat berpengaruh pada kualitas aplikasi fotokatalis.

METODE

Preparasi Nanopartikel Fe₃O₄

Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan FeSO₄.7H₂O dan 2FeCl₃.6H₂O dengan perbandingan massa 4,170 g dan 8,109 g kedalam 30 ml H₂O (aquades). Selanjutnya kedalam larutan tersebut ditambahkan

60 ml larutan NH_4OH 10% dengan cara diteteskan secara perlahan dan diaduk diatas *magnetic stirrer* selama 90 menit pada suhu 60°C dengan kecepatan aduknya 450 rpm. Larutan Fe_3O_4 diletakkan di atas magnet eksternal (magnet permanen) agar proses pengendapan dapat dilakukan dengan lebih cepat dan efektif, kemudian dicuci dengan aquades ± 7 kali pengulangan untuk meminimalisir garam dan pengotor yang terlarut dalam larutan Fe_3O_4 . Selanjutnya endapan sampel yang telah dicuci kemudian dikeringkan di oven pada suhu 100°C selama 2 jam, kemudian digerus dengan spatula sampai menjadi bubuk.

Preparasi SiO_2 dari limbah ampas tebu

Langkah awal yaitu mendapatkan filtrat (silika sol) dari limbah ampas tebu. Untuk mendapatkan filtrat (silika sol) dari limbah ampas tebu dapat dilakukan melalui proses ekstraksi. Namun sebelum melakukan proses tersebut, limbah ampas tebu dikeringkan terlebih dahulu. Setelah itu ampas tebu dibakar di udara terbuka sehingga diperoleh abu berwarna kehitaman, selanjutnya abu

ampas tebu di furnace dengan suhu 550°C selama 4 jam sehingga terbentuk abu yang lebih putih. Abu siap untuk diekstraksi menjadi filtrate dengan cara melarutkannya dengan larutan NaOH 1 M sebanyak di dalam *beaker glass* dan diaduk. Selama proses pengadukan campuran tersebut, perlu dilakukannya pemanasan pada suhu 200°C sampai mendidih selama 60 menit. Setelah pemanasan selesai silika sol disaring menggunakan saringan. *Filtrate* (silika sol) dituangkan kedalam *beaker glass* dan tetesi dengan HCl 1 M sampai pH 6,5 sehingga diperoleh larutan yang menggumpal, kemudian dilakukan proses penjenuhan (penuaan) selama 24 jam agar memperoleh silika sol ($\text{Si}(\text{OH})_4$) yang homogen. Untuk memperoleh SiO_2 serbuk, proses dilanjutkan dengan mengoven silika sol pada suhu 110°C selama 8 jam.

Preparasi komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$

Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan serbuk Fe_3O_4 , SiO_2 dan TiO_2 . Selanjutnya diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 18 jam pada suhu kamar dengan kecepatan yang

konstan. Larutan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ diletakkan di atas magnet eksternal (magnet permanen) agar proses pengendapan dapat dilakukan dengan lebih cepat dan efektif, kemudian dicuci dengan aquades. Selanjutnya endapan sampel yang telah dicuci kemudian dikeringkan dalam oven dan dikalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam.

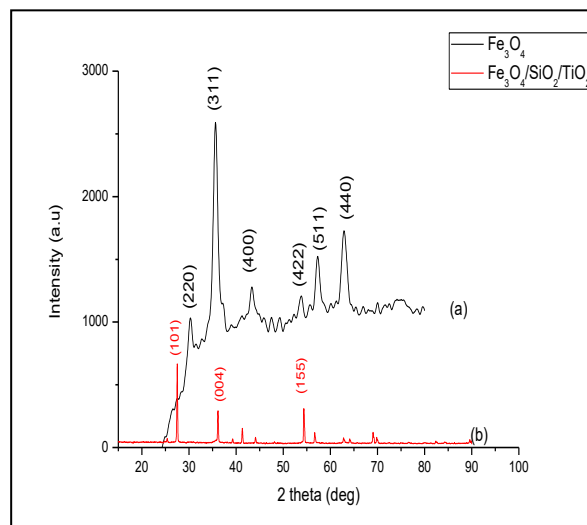
Uji Foto katalis pada zat warna

Aktivitas fotokatalis dari komposit diujikan pada zat warna *methylene blue* (MB). Sebagai referensi, aktivitas TiO_2 murni juga diujikan pada zat warna yang sama. Untuk proses pengujian, 20 ml zat warna *methylene blue* dengan konsentrasi 10 ppm disiapkan dalam wadah beaker. Selanjutnya, komposit

ditambahkan dalam larutan dan diaduk menggunakan magnetik *stirrer* selama 40 menit, untuk mengefisienkan kerja komposit dilakukan penyinaran langsung cahaya tampak (sinar matahari) selama 5 jam. Setiap selang 60 menit, larutan difoto sebagai pembanding. Kemudian dilanjutkan dengan pemisahan menggunakan magnet permanen dan pengendapan. Larutan hasil pemisahan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

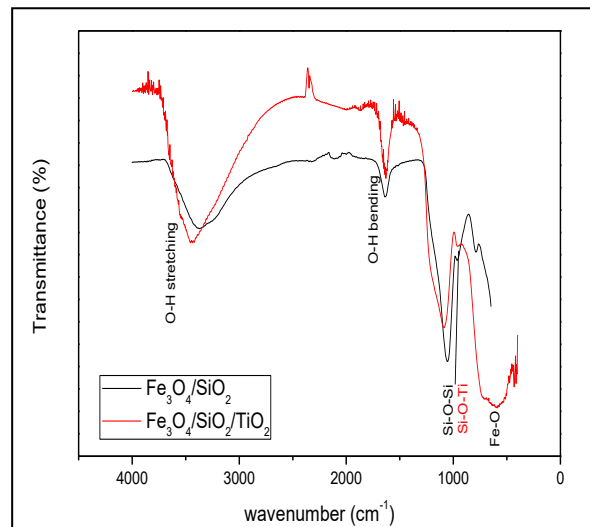
Hasil karakterisasi pola difraksi XRD dari Fe_3O_4 dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ masing-masing ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola XRD (a) Fe_3O_4 ; (b) $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$

Pola XRD Fe_3O_4 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi pada Gambar 1(a) menunjukkan kesesuaian dengan data standar JCPDS yang berarti bahwafasa Fe_3O_4 yang terbentuk adalah magnetite. Puncak-puncak dengan intensitas tinggi muncul pada sudut 2θ (bidang hkl) sebagai berikut: $30,27^\circ$ (220); $35,63^\circ$ (311); $43,26^\circ$ (400); $53,76^\circ$ (422); $57,29^\circ$ (511) dan $62,91^\circ$ (440). Pada Gambar 1(b) terlihat bahwa pola difraksi menunjukkan bahwa selain teridentifikasi puncak-puncak fasa

Fe_3O_4 , teridentifikasi puncak lain dengan kristalinitas yang teridentifikasi sebagai puncak-puncak dari TiO_2 anatase yang sesuai dengan standar JCPDS (Didin Sahidin Winatapura & Yusuf, 2014). Puncak-puncak utama TiO_2 anatase adalah pada sudut 2θ dan bidang (hkl) sebagai berikut: $25,38^\circ$ (101); $36,14^\circ$ (004) dan $54,37^\circ$ (155). Hal ini menunjukkan puncak dari kombinasi fase Fe_3O_4 magnetite dan TiO_2 anatase.



Gambar 2. Spektrum FTIR dari $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$; $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$

Identifikasi gugus fungsi pada komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ (warna hitam) dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ (warna merah) dilakukan melalui pengukuran menggunakan FTIR seperti

ditunjukkan pada gambar 2 dan pada tabel 1 bahwa spektrum sinyal pada bilangan gelombang 1058 cm^{-1} adalah vibrasi Si-O-Si (Wang, Wang, Xi, Hu, & Jiang, 2012). Ikatan O-H muncul

dalam spektrum pada panjang gelombang 1647 cm^{-1} untuk vibrasi *bending* dan 3336 cm^{-1} untuk vibrasi *stretching*. Ikatan Fe-O muncul dalam spektrum pada panjang gelombang 574 cm^{-1} . Pada spektrum komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ menunjukkan serapan baru pada bilangan gelombang 962 cm^{-1} dibandingkan dengan spektrum $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ yang

diidentifikasi sebagai ikatan Si-O-Ti. Puncak serapan baru pada sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ menunjukkan adanya ikatan baru antara Si dan Ti yang terhubung oleh oksida setelah TiO_2 dikompositkan dengan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ (Dewi, Sutanto, Fisli, & Wardiyati, 2016).

Tabel 1. Tabel gugus fungsi $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$ dan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$

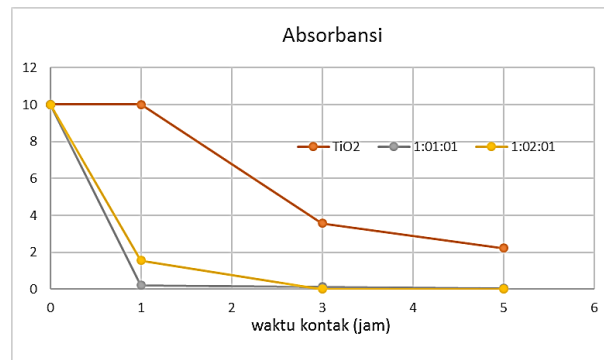
Gugus Fungsi	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$	$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$
O-H	3336	3437
M-OH	1647	1625
Si-O-Si	1058	1080
Si-O-Ti		962
Fe-O		574

Gambar 3 menunjukkan tingkat degradasi *Methylene Blue* (MB) oleh fotokatalis $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ dengan radiasi sinar matahari langsung. Kurva tersebut menunjukkan bahwa absorbansi MB menurun secara signifikan dalam 1 jam pertama dan konstan hingga 5 jam berikutnya. Fenomena ini membuktikan proses adsorpsi yang terjadi di dalam bahan.

$\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ dalam 1 jam pertama juga mampu mengurangi konsentrasi MB secara signifikan. Hasil ini lebih baik dibandingkan dengan TiO_2 murni yang hanya mampu menurunkan absorbansi MB pada waktu kontak selama 3 jam dan pada rentang waktu 5 jam mengalami penurunan absorbansi yang cenderung konstan. Campuran oksida

logam ($\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$) menyebabkan peningkatan kinerja fotokatalitik karena peningkatan adsorpsi

permukaan dan peningkatan radikal hidroksil hadir dipermukaan (Zhou, Yan, Tian, Zhang, & Anpo, 2006).



Gambar 3. Degradasi *Methylene Blue* oleh fotokatalis TiO_2 murni dan komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ 1:1:1, 1:2:1

Ucapan Terima Kasih

Penelitian ini didanai program “Hibah mandiri ITERA tahun 2018”.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Sintesis fotokatalis komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ berbasis limbah ampas tebu telah berhasil dilakukan dengan metode kombinasi sol gel dan kopresipitasi. Struktur kristal dikarakterisasi dengan XRD yang menunjukkan fase TiO_2 anatase yang dikombinasikan dengan fase $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$. Hasil FTIR menunjukkan adanya ikatan baru Si-O-Ti pada komposit. Uji eliminasi zat warna menunjukkan bahwa

fotokatalis komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ memiliki sifat fotokatalitik dan juga adsorpsi sehingga memiliki kinerja yang lebih baik pada degradasi konsentrasi zat warna *Methylen Blue* (MB) dibandingkan dengan TiO_2 murni.

DAFTAR PUSTAKA

- Dewi, S. H., Sutanto, Fisli, A., & Wardiyati, S. (2016). Synthesis and Characterization of Magnetized Photocatalyst $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ by Heteroagglomeration Method. *Journal of Physics: Conference Series*, 739(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/739/1/012113> .
- Winatapura, D. S., Yusuf, S. (2014). Sintesis Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ dan Aplikasinya Untuk

- Mendegradasi Limbah Zat Warna Methylene Blue. *Indonesian Journal of Materials Science*, 15(3), 147–152. <https://doi.org/10.17146/jsmi.2014.15.3.4351>
- Guimarães, A. P. (2009). Principles of Nanomagnetism (1st ed.). Berlin: Springer-Verlag Berlin Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-01482-6>
- Kristianingrum, S., Siswani, E. D., & Fillaeli, A. (2011). Pengaruh Jenis Asam Pada Sintesis Silika Gel Dari Abu Bagasse dan Uji Sifat Adsorptifnya Terhadap Ion Logam Tembaga (II). *Jurnal Kimia*, 281–292.
- Li, Y., Zhang, M., Guo, M., & Wang, X. (2009). Preparation and properties of a nano TiO₂/Fe₃O₄ composite superparamagnetic photocatalyst. *Rare Metals*, 28(5), 423–427. <https://doi.org/10.1007/s12598-009-0082-7>
- Pang, S. C., Kho, S. Y., & Chin, S. F. (2012). Fabrication of magnetite/silica/Titania core-shell nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, <https://doi.org/10.1155/2012/427310>
- Sentosa, A. R. (2012). Efektifitas Sosialisasi Kebijakan Pemerintah Kota Bandar Lampung Tentang Waktu Pembuangan Sampah Sebagai Upaya Menciptakan Kebersihan Lingkungan. *Jurnal Sosiologi*, 14(1). Retrieved from <http://garuda.ristekdikti.go.id/documents/detail/258200>
- Sjamsiah, S., Ramadani, K., & Hermawan, H. (2017). Sintesis Membran Silika Kitosan dari Abu Ampas Tebu (Bagasse). *Al-Kimia*, 5(1), 81–88. <https://doi.org/10.24252/al-kimia.v5i1.2857>
- Wang, R., Wang, X., Xi, X., Hu, R., & Jiang, G. (2012). Preparation and photocatalytic activity of magnetic Fe₃O₄/SiO₂/TiO₂ composites. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/409379>
- Zaleska, A. (2008). Doped-TiO₂: A Review. *Recent Patents on Engineering*, 2(3), 157–164. <https://doi.org/10.2174/187221208786306289>
- Zhou, L., Yan, S., Tian, B., Zhang, J., & Anpo, M. (2006). Preparation of TiO₂-SiO₂ film with high photocatalytic activity on PET substrate. *Materials Letters*, 60(3), 396–399. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.08.065>