

SINTESIS KOMPOSIT $\text{TiO}_2/\text{WO}_3/\text{SiO}_2$ MENGGUNAKAN ABU SEKAM PADI SEBAGAI SUMBER SILIKA

Abdul Zakaria*, Noor Hindryawati dan R.R. Dirgarini Julia N.S

Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman,
Jl. Barong Tongkok No. 4 Gunung Kelua, Samarinda, Kalimantan Timur, Indonesia

*Corresponding author: zaka01997@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{WO}_3/\text{SiO}_2$ dengan abu sekam padi sebagai sumber silika. Sintesis dilakukan dengan metode sol-gel-hidrotermal dengan perbandingan mol $\text{TiO}_2:\text{WO}_3$ 1:0,5. Karakterisasi komposit dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), SEM-EDX dan *Surface Area Analyzer*. Hasil XRD menunjukkan terdapat SiO_2 quartz dan cristobalite, TiO_2 rutile dan WO_3 monoklinik. Analisa SEM menunjukkan komposit memiliki morfologi permukaan yang tidak seragam. Hasil EDX menunjukkan terdapat atom Ti, W, Si dan O yang menandakan adanya TiO_2 , WO_3 dan SiO_2 . Hasil analisa *Surface Area Analyzer* menunjukkan luas permukaan komposit sebesar $8,80 \text{ m}^2/\text{g}$.

Kata Kunci : Komposit, Sol-gel-hidrotermal, $\text{TiO}_2/\text{WO}_3/\text{SiO}_2$.

PENDAHULUAN

Komposit merupakan material rekayasa yang memiliki gabungan sifat material dasarnya sehingga lebih unggul dan mampu memenuhi sifat yang diperlukan (Dahlia et al., 2013)^[1]. Penggunaan material komposit pada berbagai bidang telah dilakukan misalnya sebagai fotokatalis pada degradasi zat warna (Chen, Zhao dan Hidaka, 2003; Yanyan et al, 2017), sebagai sensor (Shu et al., 2007) dan sebagainya. Beberapa oksida logam yang digunakan pada pembuatan komposit yaitu titanium oksida (TiO_2), tungsten oksida (WO_3) dan silika (SiO_2). Titanium dioksida (TiO_2) memiliki beberapa keunggulan yaitu tidak beracun, inert, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, memiliki luas permukaan yang besar, fotosensitif, stabilitas termal dan stabilitas kimia tinggi (Rahman et al., 2014). Tungsten oksida (WO_3) memiliki keunggulan yaitu aktivitas fotoabsorpsi cahaya tampak yang lebih baik (Widiyandari, 2012), tidak beracun dan memiliki stabilitas kimia yang baik (Pal et al, 2018). Sedangkan silika (SiO_2) memiliki keunggulan yaitu luas permukaan tinggi, stabilitas mekanik dan stabilitas termal yang tinggi dan jumlahnya melimpah.

Pada sintesis komposit umumnya digunakan *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) atau *tetramethyl orthosilicate* (TMOS) sebagai sumber silika. Namun, TEOS dan TMOS memiliki kekurangan yaitu tidak ramah lingkungan sehingga digunakan sumber silika yang lain berupa silika abu sekam padi karena lebih ramah

lingkungan, dapat diperoleh dengan cara yang lebih mudah, biaya relatif lebih murah dan bahan baku tersedia dalam jumlah besar (Agung et al, 2013). Pada abu sekam padi terkandung mineral silika (SiO_2) dengan kadar 90-98% berat kering (Mittal, 1997). Silika abu sekam padi diperoleh melalui ekstraksi menggunakan natrium hidroksida (NaOH) (Trivana et al., 2015).

Pada penelitian ini dilakukan sintesis komposit $\text{TiO}_2/\text{WO}_3/\text{SiO}_2$ menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika. Karakterisasi komposit dilakukan menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD), SEM-EDX dan *Surface Area Analyzer*.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan yang digunakan yaitu HCl 3M, etanol 99%, NH_4OH 10M, natrium silikat (Na_2SiO_3), padatan TiO_2 , padatan WO_3 , kertas whatmann dan pH indikator.

Alat yang digunakan yaitu alat-alat gelas, instrumen XRD, SEM-EDX dan *Surface Area Analyzer*.

Prosedur Penelitian

Preparasi Abu Sekam Padi

Sekam padi dicuci terlebih dahulu dan dikeringkan di bawah sinar matahari kemudian diarrangkan. Kemudian sekam padi diabukan menggunakan *furnace* pada suhu 700°C selama 4 jam. Abu yang diperoleh digerus dan diayak menggunakan ayakan 140 mesh kemudian dicuci

menggunakan larutan HCl 1M dengan cara diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada suhu 60-80°C. Abu yang telah dicuci dibilas dengan aquades hingga pH netral kemudian dikeringkan di oven pada suhu 110°C selama 2 jam.

Ekstraksi Silika Abu Sekam Padi

50 gram abu sekam padi direfluks dengan 500 mL NaOH 1M pada suhu 60-80°C selama 3 jam. Hasil ekstraksi didinginkan pada suhu ruang kemudian disaring.

Preparasi Titanium Oksida (TiO₂)

Sebanyak 1,72 gram TiO₂ didispersikan ke dalam 25 mL etanol 99% kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 3 jam.

Preparasi Tungsten Oksida (WO₃)

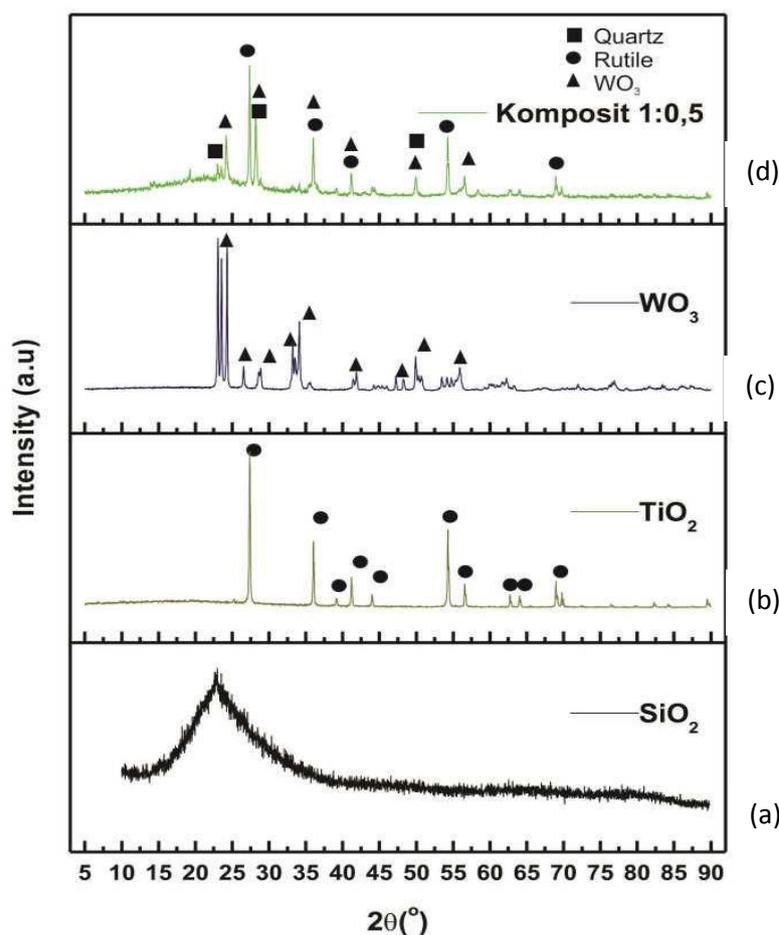
Sebanyak 2,5 gram WO₃ dilarutkan dalam 25 mL NH₄OH 10 M. Kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* pada suhu 70-80°C selama 3 jam.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi dengan XRD

Pembuatan Komposit TiO₂/WO₃/SiO₂

Sebanyak 124 mL larutan natrium silikat (Na₂SiO₃) ditambahkan dengan larutan TiO₂ dan larutan WO₃ kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Kemudian ditambahkan larutan HCl 3 M setetes demi setetes sambil diaduk hingga pH 10 lalu didiamkan selama 1 jam. Gel kemudian dimasukkan pada *autoclave* dan dipanaskan pada suhu 130°C selama 24 jam. Produk kemudian dikeringkan pada 100°C selama 2 jam dan dikalsinasi pada suhu 700°C selama 3 jam. Komposit kemudian digerus dan dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM-EDX dan SAA.



Gambar 1. Difraktogram (a) SiO₂ (b) TiO₂ (c) WO₃ (d) TiO₂/WO₃/SiO₂ 1:0,5

Dari Gambar 1 dapat dilihat bahwa komposit memiliki puncak difraktogram yang tajam. Menurut Trisunaryanti (2018), puncak

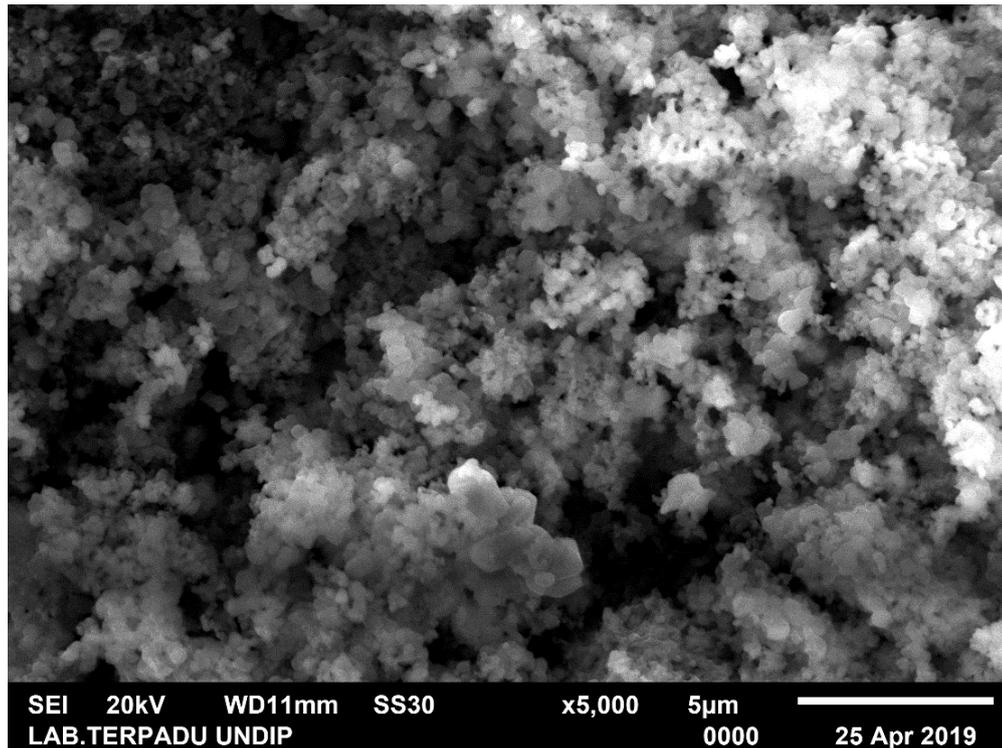
difraktogram yang tajam menunjukkan bahwa material memiliki kristalinitas yang tinggi. Berdasarkan identifikasi fase kristal menggunakan

aplikasi *Match!* 3, terdapat SiO₂ quartz dengan 2θ (hkl) 22,28° (100), 28,31° (101), 50,08° (100), TiO₂ rutile dengan 2θ (hkl) 27,60° (110), 36,10° (101), 41,41° (111) dan WO₃ monoklinik dengan 2θ (hkl) 23,47° (020), 24,62° (200), 29,61° (211). SiO₂ (gambar 1 a) memiliki struktur amorf namun komposit 1:0,5 (gambar 1 d) memiliki struktur kristal dengan fase quartz. TiO₂ (gambar 1 b) memiliki fase rutile pada komposit 1:0,5 (gambar 1 d). Sementara WO₃ (gambar 1 c) memiliki struktur monoklinik pada komposit 1:0,5. Dari

Gambar 1 dapat diketahui bahwa SiO₂ mengalami perubahan fase dari amorf menjadi kristalin. Menurut Rozi dan Astuti (2016), suhu kalsinasi yang tinggi, yaitu 700°C, menyebabkan terbentuknya SiO₂ quartz.

Karakterisasi dengan SEM-EDX

Karakterisasi material menggunakan SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui morfologi dan komposisi pada komposit TiO₂/WO₃/SiO₂. Hasil analisa SEM-EDX yaitu sebagai berikut.



Gambar 2. Hasil SEM Komposit TiO₂/WO₃/SiO₂ 1:0,5

Tabel 1. Hasil EDX Komposit TiO₂/WO₃/SiO₂

Perbandingan Mol (TiO ₂ :WO ₃)	Persen Massa (%)						Jumlah (%)
	C	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	TiO ₂	WO ₃	
1:0,5	11,77	0,69	0,73	62,13	19,44	5,24	100

Gambar 2 menunjukkan bahwa permukaan komposit TiO₂/WO₃/SiO₂ memiliki morfologi yang cukup seragam. Tabel 1 menunjukkan terdapat komponen lain pada komposit yaitu karbon (C), Na₂O, Al₂O₃, CuO dan Cl. Karbon (C) diyakini berasal dari pita karbon yang ikut teranalisis oleh SEM. Na₂O terbentuk dari ion Na⁺ natrium silikat pada proses hidrotermal sedangkan Al₂O₃ berasal dari sisa ekstraksi abu sekam padi.

Karakterisasi dengan *Surface Area Analyzer*

Karakterisasi menggunakan *Surface Area Analyzer* dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori material komposit TiO₂/WO₃/SiO₂. Hasil analisa SAA yaitu sebagai berikut.

Tabel 2 Luas Permukaan dan Ukuran Pori TiO₂/WO₃/SiO₂

Perbandingan Mol (TiO ₂ :WO ₃)	Luas Permukaan (m ² /g)	Diameter Pori (nm)	Volume Pori Total (cm ³ /g)
1:0,5	8,80	4,53	0,025

Tabel 2 menunjukkan komposit TiO₂/WO₃/SiO₂ memiliki luas permukaan dan ukuran pori yang rendah karena struktur dari komposit tersebut yang bersifat kristal. Cocke (1986) menyatakan bahwa material dengan kristalinitas tinggi cenderung memiliki luas permukaan yang rendah karena memiliki susunan yang lebih rapat.

KESIMPULAN

Hasil XRD menunjukkan komposit TiO₂/WO₃/SiO₂ memiliki struktur kristal dengan SiO₂ memiliki fase quartz dan cristobalite, TiO₂ rutil dan WO₃ monoklinik. Hasil SEM menunjukkan komposit memiliki morfologi permukaan yang cukup seragam. Luas permukaan komposit 8,80 m²/g.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Chen, F., Zhao, J. dan Hidaka, H. (2003). Highly Selective Deethylation of Rhodamine B: Adsorption and Photooxidation Pathways of the Dye on the TiO₂/SiO₂ Composite Photocatalyst. *International Journal of Photoenergy*, 5(4), pp. 209–217. doi: 10.1155/S1110662X03000345.
- [2] Dahliana, D., Sembiring, S., dan Simanjuntak, W. (2013). Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Fisis Komposit MgO-SiO₂ Berbasis Silika Sekam Padi. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 01(01), pp. 1–4.
- [3] Gad-Allah, T. A., Fujimura, K., dan Kato, S. (2008). Preparation and Characterization of Magnetically Separable Photocatalyst (TiO₂/SiO₂/Fe₃O₄): Effect of Carbon Coating and Calcination Temperature. *Journal of Hazardous Materials*, 154(1–3), pp. 572–577. doi: 10.1016/j.jhazmat.2007.10.068.
- [4] Lee, E. L. dan Wachs, I. E. (2007). In Situ Spectroscopic Investigation of The Molecular and Electronic Structures of SiO₂ Supported Metal Oxides. *J. Phys. Chem.*, 111, pp. 14410-14425.
- [5] Nuryono dan Narsito. (2005). Effect of Acid Concentration on Characteristic of Silica Gel Synthesized from Sodium Silicate, *Indo J. Chem.*, 5(1), pp. 23-30
- [6] Pal, B., Vijayan, B. L., Khrisan, S. G., Harilal, M., Basirun, W. J., Lowe, A., Yusoff, M. M., dan Jose R. (2018). Hydrothermal Syntheses of Tungsten Doped TiO₂ and TiO₂/WO₃ Composite Using Metal Oxide Precursors for Charge Storage Applications, *Journal Alloys and Compounds*, 740, pp. 703-710.
- [7] Rahman, T. Fadhlulloh, M.A., Nandiyanto, A.B.D., Mudzakir, A. (2014). Review : Sintesis Titanium Diokasida Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*, 5(1): pp. 15–29.
- [8] Tokarsky, J., Matejka, V., Neuwirthova, L., Vontorova, J., Kutlakova, K. M., Kukutschova J. dan Capkova, P. (2013). A Low-cost Photoactive Composite Quartz Sand/TiO₂, *Chemical Engineering Journal*, 222, pp. 488-497.