

## PEMBUATAN KOMPOSIT WO<sub>3</sub>-ZnO MELALUI REAKSI PADAT-PADAT DAN KARAKTERISASINYA

### PREPARATION OF WO<sub>3</sub>-ZnO COMPOSITES BY SOLID STATE REACTION AND THEIR CHARACTERIZATION

Wahyuni Ramadhani\*, Noor Hindryawati, Teguh Wirawan

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

\*Corresponding Author : wahyuniramadhani8@gmail.com

#### ABSTRACT

The preparation of WO<sub>3</sub>-ZnO composites through the solid state reaction has been conducted. The research stages included mixing WO<sub>3</sub> and ZnO solids with the addition of polyvinyl alcohol, drying, sieving and heating. WO<sub>3</sub> and ZnO solids before being composited and WO<sub>3</sub>-ZnO composites were characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) instrument, and test the surface area using methylene blue solution. The results of XRD characterization showed that the samples containing WO<sub>3</sub> and ZnO also contained ZnWO<sub>4</sub> diffraction peaks. In SEM analysis, it can be observed that the size and shape of the particles was not homogeneous. WO<sub>3</sub>-ZnO composite has a surface area of 110.7596 m<sup>2</sup>/g.

**Keywords:** WO<sub>3</sub>, ZnO, Solid State Reaction.

#### PENDAHULUAN

Perkembangan zaman pada masa globalisasi saat ini memberikan dampak positif seperti berkembangnya sektor industri yang memudahkan manusia dalam pemenuhan kebutuhan hidup. Namun, perkembangan sektor industri tersebut juga memberikan dampak negatif seperti masalah pencemaran lingkungan akibat limbah yang dihasilkan. Salah satu industri yang berkontribusi cukup besar dalam pencemaran adalah industri tekstil. Oleh karena itu, dibutuhkan pengolahan limbah untuk mengurangi penumpukan polutan tersebut. Salah satu metode alternatif yang paling potensial untuk mendegradasi polutan organik adalah metode *Advanced Oxidation Processes* (AOPs). Pada teknologi katalisis ini, digunakan katalis yaitu berupa semikonduktor [1].

Terdapat berbagai katalis semikonduktor seperti TiO<sub>2</sub>, ZnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, WO<sub>3</sub>, CdS dan lain-lain yang dapat digunakan untuk menguraikan polutan organik dalam air. Seng Oksida (ZnO) Dikenal sebagai katalis yang ideal dan cocok karena sifatnya yang stabil, murah dan ramah lingkungan [1]. Seng Oksida (ZnO), sebagai salah satu bahan

semikonduktor tipe-n yang paling penting, memiliki aplikasi teknologi yang berbeda seperti panel sentuh, sel surya, sonokatalis, *light emitting diodes* (ultrasonik) dan perangkat piezoelektrik karena keunggulannya seperti biaya rendah, produksi yang mudah, mudah diperoleh, non toksik dan kestabilan kimia yang baik [2]. Namun, energi celah pita ZnO relatif besar, maka aktivitas katalitik ZnO hanya terbatas. Selain itu ZnO juga mudah mengalami efek rekombinasi pasangan elektron (e<sup>-</sup>) dan *hole* (h<sup>+</sup>) karena nilai celah pita energinya yang relatif besar [3]. Hal ini membuat nilai ekonomis pemanfaatan material ZnO sebagai material katalis menjadi terbatas. Menggabungkan dengan WO<sub>3</sub>, semikonduktor dengan dua komponen mempunyai peran yang menguntungkan dalam meningkatkan pemisahan muatan dan respon ZnO dalam radiasi ultrasonik sehingga dapat diperoleh efisiensi katalis yang tinggi dalam pemisahan partikel organik [4].

Tungsten Trioksida (WO<sub>3</sub>) adalah salah satu semikonduktor dengan celah pita yang sempit yaitu 2,2-2,8 eV. Selain itu, radiasinya sangat stabil dan mudah untuk disintesis dan menunjukkan tingkat efektivitas penurunan yang relatif tinggi terhadap

sejumlah polutan sintetis dan non sintesis [5]. Untuk meningkatkan efisiensi katalis  $WO_3$  dan ZnO yaitu dengan menggabungkan keduanya salah satunya dengan menggunakan pendekatan reaksi padat-padat. Reaksi padat-padat adalah cara mereaksikan padatan dengan padatan lainnya pada suhu tinggi yang dilakukan tanpa menggunakan pelarut dan biasanya digunakan untuk mendapatkan padatan anorganik polikristalin.

Berdasarkan uraian tersebut, maka dilakukan penelitian ini untuk membuat komposit  $WO_3$ -ZnO melalui reaksi padat-padat dan untuk mengetahui karakteristik  $WO_3$ , ZnO dan komposit  $WO_3$ -ZnO menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) serta uji luas permukaan menggunakan larutan *methylene blue*.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) SHIMADZU XRD-7000, *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM-6510LA dan Spektrofotometer UV-Vis tipe Evolusion 201, *Ultrasonik Cleaner* (DELTA D68H) 40 kHz, Oven, *Furnace*, Neraca Analitik, labu ukur 10 mL, labu ukur 100 mL, pipet volume, pipet tetes, cawan porselen, spatula, batang pengaduk, *Stopwatch*, gelas kimia dan labu Erlenmeyer, lumpang dan alu, blender dan ayakan 140 *mesh*.

### Bahan

Padatan Tungsten Trioksida ( $WO_3$ ), padatan Seng oksida (ZnO), polivinil alkohol, *methylene blue*, aquades, *aluminium foil*.

### Prosedur Penelitian

#### Reaksi padat-padat $WO_3$ -ZnO

Padatan  $WO_3$  sebanyak 15 gram ditambahkan dengan padatan ZnO sebanyak 30% berat  $WO_3$  dan ditambahkan polivinil alkohol sebanyak 20% berat. Campuran padatan tersebut kemudian dicampur selama 2 jam menggunakan blender. Lalu dikeringkan dalam oven pada suhu  $120^\circ C$  selama 2 jam. Hasilnya kemudian diayak dengan ukuran 140 *mesh*. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu  $800^\circ C$  selama 8 jam menggunakan *furnace* dan didinginkan pada suhu ruang.

### Karakterisasi Komposit $WO_3$ -ZnO

#### Analisa dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Analisa ini bertujuan untuk mengidentifikasi komposisi fasa dan kristalinitas dari komposit  $WO_3$ -ZnO.

#### Analisa dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Analisa ini bertujuan untuk mengetahui morfologi dan topografi komposit  $WO_3$ -ZnO.

#### Uji Luas Permukaan

Material  $WO_3$ , ZnO dan  $WO_3$ -ZnO dilakukan uji luas permukaan menggunakan 50 mL larutan *methylene blue* 300 ppm dengan berat material 0,3 g. Hasil uji luas permukaan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis berupa absorbansi. Nilai absorbansi dikonversikan menjadi nilai konsentrasi yang dimasukkan ke rumus perhitungan sebagai berikut:

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{BM} \quad (1)$$

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{BM}$$

Keterangan:

S = Luas permukaan ( $m^2/g$ )

$X_m$  = Jumlah *methylene blue* yang teradsorpsi ( $g/g$ )

N = Bilangan Avogadro ( $6,02 \cdot 10^{23}$  molekul/mol)

A = Luas permukaan *methylene blue* ( $197 \cdot 10^{-20}$   $m^2/molekul$ )

BM = Berat molekul *methylene blue* (319,86  $g/mol$ )

## HASIL DAN PEMBAHASAN

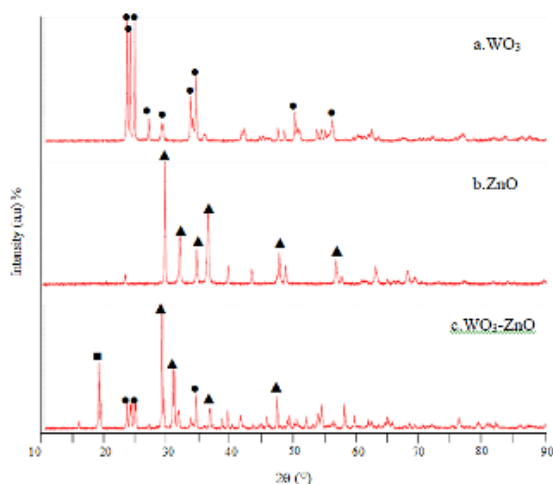
### Reaksi padat-padat $WO_3$ -ZnO

Pembuatan komposit  $WO_3$ -ZnO dilakukan melalui reaksi padat-padat dengan komposisi  $WO_3$  sebanyak 15 gram dan ZnO sebanyak 4,5 gram. Massa  $WO_3$  yang digunakan lebih banyak yaitu untuk meningkatkan efisiensi kinerja katalis khususnya dalam sonokatalitik agar diperoleh komposit  $WO_3$ -ZnO dengan aktivitas katalis yang baik. Proses pembuatannya antara lain pencampuran selama 2 jam antara padatan  $WO_3$  dan ZnO. Pencampuran ini dilakukan agar sampel dapat bercampur dan menjadi homogen, dimana adanya penambahan polivinil alkohol sebagai pengikat (*binder*) antar sampel [6]. Untuk menghilangkan pengotornya, dikeringkan campuran dan diayak agar hasil campuran lebih seragam. Lalu dipanaskan pada suhu  $800^\circ C$  selama 8 jam dengan tujuan untuk

membuka sisi aktif dan mereaksikan keduanya secara padat-padat.

### Karakterisasi Komposit WO<sub>3</sub>-ZnO Hasil analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi material WO<sub>3</sub>-ZnO menggunakan XRD yang bertujuan untuk mengetahui informasi adanya puncak difraksi WO<sub>3</sub> dan ZnO pada komposit WO<sub>3</sub>-ZnO. Hasil analisa XRD untuk WO<sub>3</sub> dan ZnO murni serta WO<sub>3</sub>-ZnO dapat dilihat pada gambar 1.



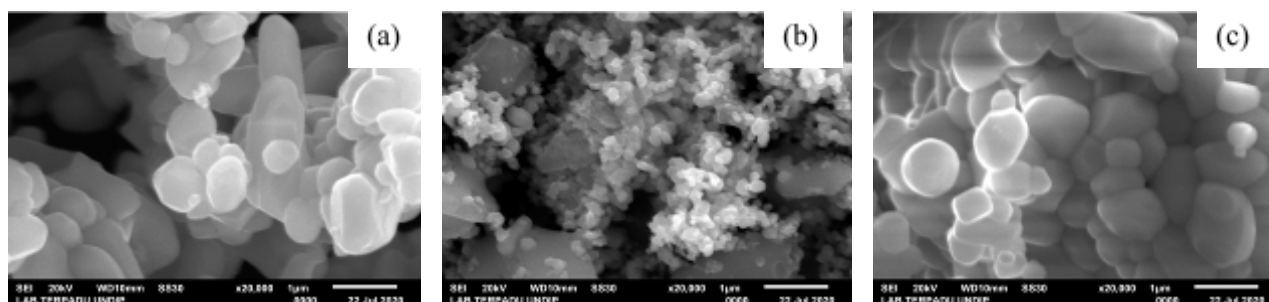
**Gambar 1.** Hasil XRD (a) WO<sub>3</sub>, (b) ZnO dan (c) WO<sub>3</sub>-ZnO

Pada WO<sub>3</sub>, didapatkan data hasil XRD yang ditunjukkan pada gambar 1 (a), diperoleh pola difraksi pada  $2\theta = 23,12^\circ, 23,60^\circ, 24,37^\circ, 26,619^\circ, 28,958^\circ, 34,10^\circ, 34,26^\circ, 49,88^\circ, 55,15^\circ$  dimana terdapat beberapa kemiripan pola difraksi yang

menunjukkan material tersebut merupakan WO<sub>3</sub> [6]. Hal ini disesuaikan dengan standar pola difraksi WO<sub>3</sub> pada data JCPDS No. 43-1035, dimana WO<sub>3</sub> tersebut mempunyai struktur monoklinik. Dari data hasil XRD pada gambar 1 (b), diperoleh pola difraksi dengan puncak pada  $2\theta = 29,42^\circ, 31,74^\circ, 36,22^\circ, 34,42^\circ, 47,53^\circ, 56,60^\circ$ , dimana terdapat beberapa kesamaan pola difraksi yang menunjukkan material tersebut merupakan ZnO yang berindeks pada standar data JCPDS No. 36-1451 dengan struktur heksagonal [3]. Setelah keduanya dikompositkan, didapatkan data hasil XRD yang ditunjukkan pada gambar 1 (c), dimana dari data tersebut diperoleh pola difraksi senyawa baru, campuran dari keduanya yaitu ZnWO<sub>4</sub> pada  $2\theta = 18,66^\circ$ . Puncak difraksi ZnWO<sub>4</sub> yang terbentuk disesuaikan dengan standar data JCPDS card No. 73-544 dimana ZnWO<sub>4</sub> tersebut mempunyai struktur monoklinik [8]. Komposit WO<sub>3</sub>-ZnO yang disintesis dengan metode padat-padat menunjukkan kecenderungan puncak difraksi WO<sub>3</sub> dan ZnO yang konstan, hanya memiliki intensitas yang cenderung lebih kecil daripada sebelum dikompositkan, difraksi WO<sub>3</sub> pada  $2\theta = 23,86^\circ, 24,566^\circ, 34,19^\circ$ . Adapun difraksi ZnO pada  $2\theta = 28,75^\circ, 30,4899^\circ, 36,33^\circ, 47,128^\circ$ .

### Analisa dengan Scanning Electron Microscope (SEM)

Pada analisa SEM yang memberikan informasi penampakan morfologi dari WO<sub>3</sub> dan ZnO murni serta komposit WO<sub>3</sub>-ZnO yang dapat dilihat pada gambar 2.



**Gambar 2.** Hasil SEM (a) WO<sub>3</sub> murni perbesaran 20.000 kali, (b) ZnO murni perbesaran 20.000 kali (c) Komposit WO<sub>3</sub>-ZnO perbesaran 20.000 kali

Pada hasil analisa SEM dengan perbesaran 20.000 kali dapat terlihat pada gambar 2 (a) penampakan dari WO<sub>3</sub> menunjukkan butiran dengan bentuk yang memanjang. Morfologi ZnO dapat

dilihat pada gambar 2 (b) menunjukkan penampakan permukaan ZnO yang terdiri dari partikel-partikel kecil yang tidak teratur dan terdistribusi secara acak. Hasil SEM komposit WO<sub>3</sub>-ZnO pada gambar 2 (c)

dapat diamati bahwa terdapat partikel yang heterogen dengan kecerendungan terbentuk 2 jenis partikel yang berukuran kecil dan besar dimana diduga partikel  $WO_3$  berukuran lebih besar dibandingkan partikel ZnO serta kedua partikel cenderung saling menempel dan bergabung.

### Uji Luas Permukaan

Uji luas permukaan dilakukan untuk mengetahui perbandingan luas permukaan  $WO_3$  dan ZnO murni sebelum dan sesudah dikompositkan menjadi  $WO_3$ -ZnO. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada tabel 1

**Tabel 1.** Data Luas Permukaan  $WO_3$ , ZnO dan  $WO_3$ -ZnO

Sampel	Luas Permukaan ( $m^2/g$ )
$WO_3$ murni	105,1573
ZnO murni	112,5282
Komposit $WO_3$ -ZnO	110,7596

Dari data tersebut menunjukkan bahwa pada komposit  $WO_3$ -ZnO luas permukaannya menjadi lebih besar dibandingkan dengan  $WO_3$  murni karena adanya penambahan ZnO setelah keduanya dikompositkan dimana ZnO memiliki luas permukaan yang besar dibandingkan dengan  $WO_3$ .

### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang diperoleh, maka dapat disimpulkan bahwa karakteristik  $WO_3$ -ZnO setelah dikompositkan melalui reaksi padat-padat yaitu pada hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa pada sampel mengandung  $WO_3$  dan ZnO juga adanya puncak difraksi  $ZnWO_4$ . Pada analisa SEM dapat diamati bahwa terdapat ukuran dan bentuk partikel yang tidak homogen serta komposit  $WO_3$ -ZnO memiliki luas permukaan sebesar 110,7596  $m^2/g$ .

### DAFTAR PUSTAKA

[1] Hunge, Y. M., Yadav, A. A., & Mathe, V. L. (2018). Ultrasound assisted synthesis of  $WO_3$ -ZnO nanocomposites for brilliant blue dye degradation. *Ultrasonics Sonochemistry*, 45, 116–122. Doi: 10.1016/j.ultsonch.2018.02.052.

[2] Godini, K., Tahergorabi, M., Naimi-Joubani, M., Shirzad-Siboni, M., & Yang, J. K. (2019).

Application of ZnO nanorods doped with Cu for enhanced sonocatalytic removal of Cr(VI) from aqueous solutions. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(3), 2691–2706. Doi: 10.1007/s11356-019-07165-9.

- [3] Yu, J., Xiang, Q., & Zhou, M. (2009). Preparation, Characterization and Visible-Light-Driven Photocatalytic Activity of Fe-Doped Titania Nanorods and First-Principles Study for Electronic Structures. *Appl. Catal. Env*, 90(3–4), 595–602. Doi: 10.1016/j.apcatb.2009.04.021.
- [4] Meng, Z. Da, Sarkar, S., Zhu, L., Ullah, K., Ye, S., & Oh, W. C. (2014). Sonocatalytic degradation of rhodamine B in the presence of  $TiO_2$  nanoparticles by loading  $WO_3$ . *Korean Journal of Materials Research*, 24(1), 6–12. Doi: 10.3740/MRSK.2014.24.1.6.
- [5] Sajjad, A. K. L., Sajjad, S., Iqbal, A., & Ryma, N. ul A. (2018). ZnO/ $WO_3$  nanostructure as an efficient visible light catalyst. *Ceramics International*, 44(8), 9364–9371. Doi: 10.1016/j.ceramint.2018.02.150.
- [6] Shakya, V., Pandey, N. K., Misra, S. K., & Roy, A. (2017). Electrical and optical properties of  $WO_3$ -ZnO nanocomposite and its application as a solid-state humidity sensor. *Bulletin of Materials Science*, 40(2), 253–262. Doi: 10.1007/s12034-017-1373-5.
- [7] Bhernama, B. G., Syukri, & Safni. (2014). Degradasi Malachite Green Oxalate secara Fotolisis dan Ozonolisis dengan Penambahan ZnO-SnO<sub>2</sub>. *J. Ris Kim*, 7(2), 125–133. Doi: 10.25077/jrk.v7i2.169.
- [8] Abaide, E. R., Weber, C. T., Garlet, T. B., Collazzo, G. C., Antonio, M., Kuhn, R. C., Foletto, E. L., & Course, P. U. (2016). Preparation of Zinc Tungstate ( $ZnWO_4$ ) Particles by Solvo-hydrothermal Technique and their Application as Support for Inulinase Immobilization. *Materials Research*, 19(4), 781–785. Doi: 10.1590/1980-5373-MR-2015-0100.