

## SINTESIS SILIKA METODE SOL-GEL SEBAGAI PENYANGGA FOTOKATALIS $\text{TiO}_2$ TERHADAP PENURUNAN KADAR KROMIUM DAN BESI

Diana Rakhmawaty Eddy\*, Atiek Rostika Noviyanti dan Dini Janati

Departemen Kimia, FMIKA, Universitas Padjadjaran  
Jl. Raya Bandung-Sumedang km 21 Jatinangor 45363, Indonesia

\*E-mail: [diana.rahmawati@unpad.ac.id](mailto:diana.rahmawati@unpad.ac.id)

Diterima: 03 September 2015    Diperbaiki: 27 November 2015    Disetujui: 07 Januari 2016

### ABSTRAK

**SINTESIS SILIKA METODE SOL-GEL SEBAGAI PENYANGGA FOTOKATALIS  $\text{TiO}_2$  TERHADAP PENURUNAN KADAR KROMIUM DAN BESI.** Silika merupakan material yang menarik perhatian para peneliti karena aplikasinya yang luas dan pembuatannya yang mudah. Salah satu metode pembuatan silika adalah metode sol-gel. Silika yang dihasilkan bersifat amorf dengan densitas yang rendah sehingga dapat digunakan sebagai penyangga fotokatalis. Penelitian ini bertujuan untuk membuat fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  untuk menurunkan kadar logam kromium dan besi dalam air. Tahapan penelitian adalah sintesis silika dengan variasi konsentrasi amonia dan suhu kalsinasi, imobilisasi  $\text{TiO}_2$  pada  $\text{SiO}_2$ , dan uji fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  terhadap kadar logam kromium dan besi dari air Sungai Cikijing. Untuk mengetahui gugus fungsi, morfologi, bentuk kristal, komposisi  $\text{TiO}_2$  dalam fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$ , dan kadar logam dilakukan analisis dengan menggunakan *Fourier Transform - Infra Red (FT-IR)*, *Scanning Electron Microscope (SEM-EDX)*, *X-Ray Diffractometry (XRD)*, dan *Atomic Absorbition Spectroscopy (AAS)*. Dalam penelitian ini, jumlah konsentrasi amonia dan suhu kalsinasi divariasikan yaitu; 12,5 % dan 25% dengan suhu kalsinasi 400°C, 500°C, dan 600°C. Hasil analisis *FT-IR* menunjukkan bahwa puncak silika muncul pada bilangan gelombang 3447  $\text{cm}^{-1}$  (regang -OH), 1638  $\text{cm}^{-1}$  (regang Si-O) dan 1107  $\text{cm}^{-1}$  (regang Si-O-Si). Hasil pengukuran  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  10% dengan *XRD* menunjukkan bahwa puncak pada  $2\theta = 25,26^\circ$  adalah  $\text{TiO}_2$  anatase dan  $2\theta = 23,86^\circ$  adalah  $\text{SiO}_2$  amorf sehingga diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  terimobilisasi pada  $\text{SiO}_2$  dengan komposisi  $\text{TiO}_2$  sebesar 10,05% dari hasil pengukuran *SEM-EDX*. Uji fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  10% memiliki aktivitas optimum dalam menurunkan kadar logam kromium sebesar 95,30% dan besi sebesar 93,62% pada konsentasi awal kromium 3,832 mg/L dan besi 2,039 mg/L.

**Kata kunci:** Silika, sol-gel, Fotokatalis,  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$ , Logam

### ABSTRACT

**SYNTHESIS OF SILICA BY SOL-GEL METHOD AS SUPPORT OF PHOTOCATALYST  $\text{TiO}_2$  TO DECREASE CONCENTRATION OF CHROMIUM AND IRON.** Silica is a material which attracted the researcher's attention because of its extensive application and easy making. One method to make silica is sol-gel method which the parameters can be modified such as catalyst concentration and calcination temperature. The result is amorphous silica with lowest density that the silica can be used as support photocatalyst. This reaserch has purpose to make a  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  photocatalyst to decrease metals concentration. Stage of the research is synthesis of silica with various of ammonia concentrations and calcination temperature, immobilization of  $\text{TiO}_2$  on  $\text{SiO}_2$ , and  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  photocatalytic test on concentration of chromium and iron metal from water Cikijing River. To determine the functional groups, morphology, crystalline form, composition of the  $\text{TiO}_2$  in photocatalyst  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$ , and metal concentration, there should be analysis by using FTIR, SEM, EDX, XRD, and AAS. These research resulted silica which was synthesized with ammonia 12.5% and 25% and with calcination temperature 400°C, 500°C, and 600°C. The result of FTIR showed peaks at wave number 3447  $\text{cm}^{-1}$  (OH stretching), 1638  $\text{cm}^{-1}$  (bending Si-O), and 1107  $\text{cm}^{-1}$  (bending Si-O-Si). The result of XRD  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$

10% showed a peak at  $2\theta = 25.26^\circ$  is anatase TiO<sub>2</sub> and  $2\theta = 23.86^\circ$  is amorphous SiO<sub>2</sub> thus known that TiO<sub>2</sub> immobilized on SiO<sub>2</sub> with composition of TiO<sub>2</sub> is 10.05% from the results of SEM-EDX. Test of photocatalytic TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 10% has optimum activity to decrease concentration of chromium metal amounted to 95.30% and iron amounted to 93.62% at first concentration of chromium 3.832 mg/L and iron 2.039 mg/L.

**Keywords:** Silica, Sol-gel, Photocatalyst, TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>, Metal

## PENDAHULUAN

Silika adalah salah satu material yang menjadi perhatian para peneliti. Penelitian mengenai silika sangat meningkat karena mudahnya proses pembuatan dan luasnya penggunaan silika dalam berbagai aplikasi di industri seperti katalis, pigmen, farmasi, elektronik, *thin film*, insulator panas, dan sensor kelembaban [1-3].

Metode yang sering digunakan pada sintesis silika adalah metode kimia. Adapun metode kimia yang umum adalah metode kimia basah seperti kopresipitasi, sol-gel, mikroemulsi, dan hidrotermal/solvotermal [4, 5].

Metode yang menjadi bahan penyelidikan yang luas pada sintesis silika adalah metode sol-gel [6]. Metode sol-gel memiliki beberapa keunggulan, antara lain: proses berlangsung pada suhu rendah, prosesnya relatif lebih mudah, dapat diaplikasikan dalam segala kondisi, menghasilkan produk dengan kemurnian tinggi dan kehomogenan yang tinggi. Apabila parameternya divariasikan maka ukuran dan distribusi pori dapat dikontrol. Selain itu juga proses sol-gel biayanya relatif murah dan produk berupa xerogel silika tidak beracun [7].

Pada metode sol-gel digunakan prekursor alkoksida yaitu TEOS (tetraetilortosilikat). TEOS memiliki kandungan silikanya yang banyak. TEOS dilarutkan pada etanol. TEOS akan mengalami hidrolisis dengan penambahan sejumlah air membentuk gugus silanol Si-OH sebagai intermediet kemudian terkondensasi membentuk gugus siloksan Si-O-Si. Reaksi hidrolisis dan kondensasi ini terus berlanjut hingga viskositas larutan meningkat dan membentuk yang diharapkan akan terbentuk silika amorf.

Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Jafarzadeh et al yaitu sintesis silika dengan metode sol-gel yang mengubah parameter cara pencampuran reaktan [6]. Silika terbaik dihasilkan dari cara pencampuran reaktan adalah melarutkan TEOS dalam etanol kemudian penambahan akuades setelah 10 menit dan menghasilkan ukuran silika dalam skala nanometer yaitu  $10,6 \pm 1,4$  nm, maka pada penelitian ini dilakukan cara pencampuran reaktan yang sama akan tetapi pada cara pencampuran reaktan ini tidak diketahui pengaruh konsentrasi katalis dan suhu kalsinasi.

Parameter dapat diubah adalah konsentrasi katalis (amonia) seperti yang telah dilakukan oleh Ibrahim et al [8]. yaitu melakukan variasi konsentrasi amonia dari 0,11 M dan 0,3 M dihasilkan ukuran partikel masing-masing 55 nm dan 130 nm sehingga pada penelitian ini

akan dilakukan variasi konsentrasi katalis dengan amonia 12,5% dan 25% menggunakan prosedur dari Jafarzadeh et al. [6] untuk mengetahui pengaruh konsentrasi amonia pada sintesis silika. Selain itu, pengaruh suhu kalsinasi belum diketahui sehingga penulis juga melakukan penelitian mengenai pengaruh suhu kalsinasi. Dalam penelitian ini digunakan suhu kalsinasi dengan rentang dari 400 sampai 600°C untuk memperoleh silika yang bersifat amorf.

Silika amorf yang dihasilkan memiliki densitas yang rendah sehingga dapat dimanfaatkan sebagai pendukung fotokatalis TiO<sub>2</sub> menjadi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> bertujuan untuk meningkatkan efektifitas fotokatalisis dari TiO<sub>2</sub>. Pada fotokatalisis akan terjadi proses fotoreduksi dan fotooksidasi sehingga dapat menurunkan kadar logam. Farisa N Puri, 2014 [9] telah berhasil membuat fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dengan silika hasil ekstraksi dari pasir kuarsa dan diaplikasikan untuk menurunkan kadar logam kromium (VI) hingga penurunan kadar mencapai 92,24%. Dengan demikian, penelitian ini akan menguji fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dengan silika hasil sintesis terhadap penurunan kadar logam yang terlarut dalam air sungai yang tercemar. Hal ini dilakukan sebagai upaya penerapan fotokatalis terhadap air sungai yang tercemar yaitu Sungai Cikijing Rancaekek yang tercemari oleh limbah industri tekstil disekitarnya. Pada tahun 2014, Lucky Ferdinand [10] telah mampu menurunkan konsentrasi besi pada sampel air Sungai Cikijing hingga 52,3% dengan menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit. Sehingga pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui efisiensi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> untuk menurunkan kadar logam kromium dan besi yang terdapat pada air Sungai Cikijing.

## METODE PERCOBAAN

### Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah air sungai yang diperoleh dari Sungai Cikijing Rancaekek, akuades, amonia p.a. (NH<sub>3</sub> 25%, Merck), etanol p.a. (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, 99.8%, Merck), tetraetilortosilikat p.a. (TEOS, 99%, Merck), dan titanium dioksida (TiO<sub>2</sub> P 25, Degussa).

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas, corong *buchner*, *hot plate* untuk membentuk pasta dari fotokatalis, kertas saring, lampu merkuri (HPL-N 125 W Philips) sebagai sumber sinar UV,

penggerus, neraca analitis, oven untuk menghilangkan pelarut, sonikator (Elma-Ultrasonic LC 30H) untuk menyintesis silika, tanur untuk kalsinasi, *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS, Perkin Elmer AAnalyst 400) untuk menguji kadar logam, *Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX, JEOL JSM-6360 LA) untuk mengetahui morfologi dan komposisi fotokatalis, dan *X-Ray Diffraction* (XRD, PANalytical X'Pert PRO PW3040/x0) untuk mengetahui bentuk kristal.

## Cara Kerja

### Pembuatan Silika

Sebanyak 5 mL TOES (tetraetilortosilikat) dilarutkan dengan 30 mL etanol p.a. dalam gelas kimia di atas sonikator dengan frekuensi 35 kHz pada suhu ruang selama 10 menit. Kemudian, akuades ditambahkan sebanyak 1 mL dengan kecepatan 0,02 mL/menit, disonikasi hingga 1,5 jam. Selanjutnya ditambahkan amonia sebanyak 2 mL dengan konsentrasi yang berbeda, pada gelas kimia pertama dengan amonia 25% dan gelas kimia lainnya dengan amonia 12,5% dengan kecepatan yang sama yaitu 0,01 mL/menit agar dinamika pertumbuhan gel dapat diamati. Sonikasi dilanjutkan selama 3 jam hingga gelatin terbentuk. Pematangan (*aging*) dilakukan dengan menyimpan gelatin selama 1 jam. Kemudian gelatin dicuci dengan akuades dan etanol melalui penyaringan dengan corong *buchner*. Gelatin yang telah dicuci dikeringkan dalam oven pada suhu 70 °C selama 24 jam. Setelah kering, sampel digerus untuk memperhalus permukaan serbuk dan dilakukan kalsinasi masing-masing pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C. Serbuk silika dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui pola difraksi kristalin dan SEM untuk mengetahui morfologi partikel.

### Pembuatan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>

Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dibuat dengan imobilisasi TiO<sub>2</sub> pada SiO<sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi yaitu 2,5% b/b, 5% b/b, dan 10% b/b dengan jumlah total masing-masing fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> sebesar 0,7 g. Prosedur yang dilakukan dengan mencampurkan TiO<sub>2</sub> dengan *aquadest* menggunakan sonikator selama 20 menit agar TiO<sub>2</sub> dapat terdispersi dalam akuades secara sempurna. Kemudian ditambahkan SiO<sub>2</sub> dan disonikasi kembali selama 20 menit agar SiO<sub>2</sub> terdispersi dalam campuran TiO<sub>2</sub>-*aquadest*. Larutan campuran TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dipanaskan di atas *hot plate* hingga terbentuk pasta. Selanjutnya, padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 2 jam. Hal ini dilakukan untuk menghilangkan air agar TiO<sub>2</sub> dapat terimobilisasi dengan baik pada SiO<sub>2</sub>. Kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam untuk memperkuat imobilisasi TiO<sub>2</sub> pada SiO<sub>2</sub>. Sampel dikarakterisasi dengan XRD dan SEM-EDX.

### Uji Fotokatalisis

Pada uji fotokatalisis digunakan air limbah Sungai Cikijing Rancaekek yang terlebih dahulu dianalisis kandungan logamnya. Analisis Cr, Cu, Zn, Pb dan Fe untuk sampel air sungai dilakukan dengan metode pemekatan sampel dengan asam nitrat pekat (HNO<sub>3</sub>). Sebanyak 1 mL HNO<sub>3</sub> dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL yang telah diisi sampel air sungai setengahnya kemudian tambahkan air sungai hingga tanda batas. Konsentrasi logam dianalisis menggunakan AAS.

Uji fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan lampu merkuri 125 W. Air limbah sungai sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam tabung kuarsa kemudian ditambahkan 50 mg fotokatalis dan diiradiasi dengan lampu merkuri selama 4 jam, kemudian diambil filtratnya setiap 1 jam untuk dianalisis menggunakan AAS. Uji aktivitas fotokatalis dilakukan terhadap semua konsentrasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>. Prosedur yang sama dilakukan terhadap TiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> saja.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pembuatan Silika

TOES (tetraetilortosilikat) dilarutkan dengan etanol karena TEOS bersifat non polar sehingga dapat terlarut dengan mudah dalam etanol yang bersifat semipolar dan tidak dapat terlarut dalam air. Kemudian disonikasi dengan frekuensi 35 kHz pada suhu ruang selama 10 menit. Hal ini dilakukan agar TEOS terlarut secara homogen dalam etanol. Apabila TEOS terlarut secara homogen dalam etanol maka akan memudahkan akses antara TEOS dan air pada reaksi hidrolisis. Selain itu, etanol sebagai agen yang membantu *interface* untuk membentuk kontak yang efektif antara TEOS dengan air.

TEOS akan terhidrolisis seiring ditambahkan akuades dengan kecepatan 0,02 mL/menit agar reaksi hidrolisis dapat diamati. Penambahan amonia dengan konsentrasi berbeda dilakukan setelah sonikasi hingga 1,5 jam. Kecepatan penambahan amonia yaitu 0,01 mL/menit agar dinamika pertumbuhan gel dapat diamati.

Kecepatan penambahan amonia sangat berpengaruh terhadap ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin cepat penambahan amonia maka semakin besar ukuran partikel karena semakin banyak kehadiran amonia pada larutan akan mempercepat berlangsungnya reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Dengan demikian, penambahan amonia dilakukan secara perlahan dengan kecepatan 0,02 mL/menit. Hal ini berdasarkan penelitian Jafarzadeh et al. telah melakukan penambahan amonia dengan kecepatan yang berbeda yaitu 0,01 mL/menit, 0,02 mL/menit, dan 0,03 mL/menit yang menghasilkan ukuran partikel 10,6 ± 1,4 nm, 11,4 ± 1,7 nm, dan 15,0 ± 1,6 nm.

Perbedaan konsentrasi amonia yang digunakan juga berpengaruh pada kecepatan reaksi hidrolisis dan kondensasi. Gel lebih cepat terbentuk dengan penambahan amonia 25% dibandingkan dengan penambahan amonia 12,5%. Pada proses sintesis, penambahan amonia 25% mulai membentuk gel lebih cepat 10 menit dibandingkan dengan penambahan amonia 12,5%. Kemudian sonikasi dilanjutkan hingga gel terbentuk seluruhnya. Sebagaimana yang telah dilakukan oleh Ibrahim et al. [8] dengan variasi konsentrasi amonia dari 0,11 M sampai 0,3 M menunjukkan ketika konsentrasi amonia meningkat maka reaksi hidrolisis dan kondensasi pun lebih cepat. Hasil antara  $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4(\text{OH})_x]$  akan meningkat secara cepat disebabkan tingginya reaksi hidrolisis yang berlangsung. Dengan demikian, kondisi jenuh dicapai dengan cepat sehingga produk intermediet mengalami reaksi kondensasi dengan cepat. Karena cepatnya reaksi tersebut berlangsung maka kemungkinan periode nukleasi terjadi secara singkat. Akibatnya, jumlah inti kristal yang terbentuk akan lebih sedikit dan ukuran partikel silika yang diperoleh relatif lebih besar [8].

Gelatin yang terbentuk adalah hasil dari reaksi kondensasi. Semakin lama, gelatin semakin kaku sehingga membentuk agar-agar. Agar gelatin lebih stabil dan reaksi kondensasi tidak berlangsung lagi maka dilakukan pematangan dengan menyimpan gelatin selama 1 jam.

Proses kalsinasi dilakukan agar silika yang dihasilkan lebih stabil dan membentuk amorf. Setelah proses kalsinasi, dapat diamati bahwa silika yang dihasilkan dengan suhu kalsinasi 400 °C, 500 °C dan 600 °C menunjukkan warna yang berbeda. Silika yang dihasilkan dengan suhu kalsinasi 600 °C adalah serbuk silika putih jernih sedangkan silika yang dihasilkan dengan suhu kalsinasi 400 °C dan 500 °C menghasilkan serbuk putih pucat.

Silika hasil sintesis dianalisis menggunakan spektrofotometri inframerah (*FT-IR*), untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung di dalam silika. Hasil *FT-IR* silika ditunjukkan pada Gambar 1.

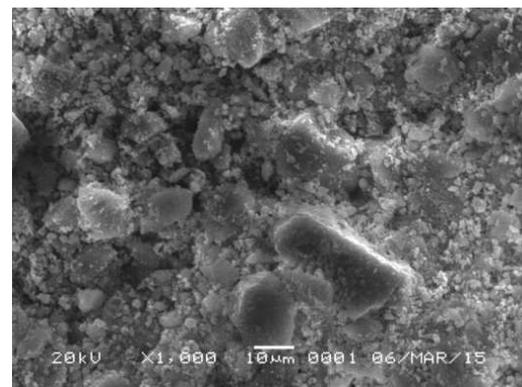
Berdasarkan Gambar 1 dan data Tabel 1, menunjukkan bahwa tidak ada pergeseran yang signifikan pada setiap puncak berdasarkan referensi

**Table 1.** Data hasil spektrum *FT-IR* standar dan hasil penelitian [2].

Gugus Fungsi	Referensi	Bilangan Gelombang / $\text{cm}^{-1}$		
		silika (amonia 25%, 400°C)	Silika (amonia 25%, 600°C)	silika (amonia 12,5%, 600°C)
Vibrasi ulur -OH dari $\equiv\text{Si-OH}$	3200 - 3600	3447,2	3447,2	3460,1
Vibrasi ulur $\equiv\text{Si-O}$ dari $\equiv\text{Si-OH}$	1630	1637,9	1638	1633,9
Vibrasi ulur asimetris $\equiv\text{Si-O}$ dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$	1088	1102,9	1107,4	1103,9
Vibrasi tekuk $\equiv\text{Si-O}$ dari $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$	460	473,1	472,3	472,4

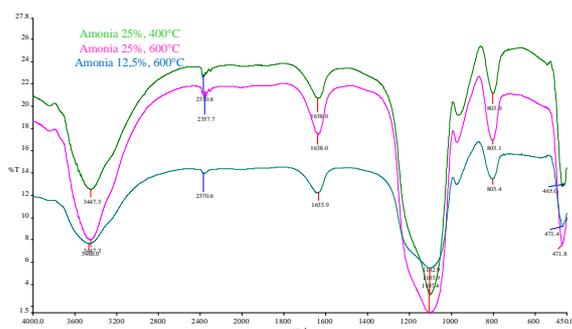
sehingga dapat disimpulkan bahwa padatan putih yang dihasilkan adalah silika

Untuk mengetahui morfologi dan bentuk kristal silika maka dilakukan analisis *SEM* dan *XRD*. Morfologi silika dengan analisis *SEM* dapat dilihat pada Gambar 2.

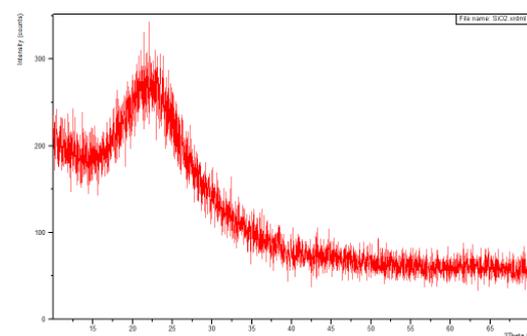


**Gambar 2.** Mikrograf  $\text{SiO}_2$  perbesaran 1.000 kali.

Gambar 2 menunjukkan morfologi permukaan silika. Morfologi permukaan silika tersusun atas agregat-agregat yang besar. Hal ini terjadi karena dipengaruhi oleh proses pengeringan. Pada proses pengeringan menggunakan oven, molekul air dilepaskan secara konstan. Pelepasan air tersebut disebabkan konsentrasi sol meningkat dan terjadi penarikan fluida sehingga partikel saling



**Gambar 1.** Spektrum *FT-IR* silika.



**Gambar 3.** Difraktogram  $\text{SiO}_2$ .

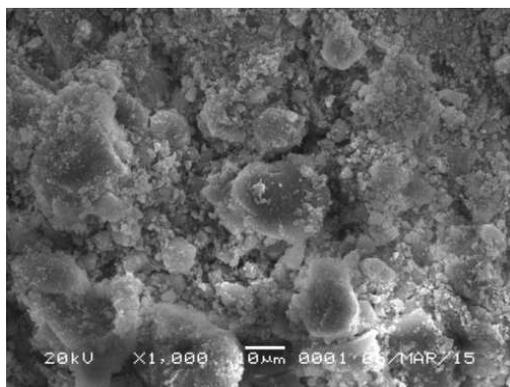
berdekatan. Dengan berdekatnya partikel maka akan membentuk agregat yang besar [6]. Dengan besarnya aglomerasi yang terjadi maka ukuran partikel sulit untuk diukur dari Gambar 2 pada perbesaran 1000 kali.

Untuk mengetahui struktur fasa silika yang terbentuk dilakukan pengukuran *XRD*. Spektrum hasil pengukuran *XRD* dapat dilihat pada Gambar 3. Dari Gambar 3. diketahui bahwa struktur fasa  $\text{SiO}_2$  berbentuk amorf, dimana muncul puncak pada  $2\theta = 23,86^\circ$  yang tidak tajam.

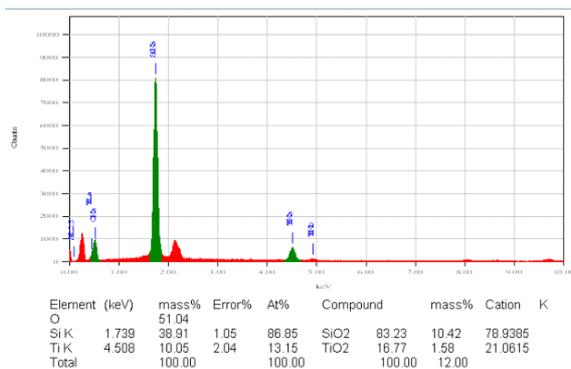
### Pembuatan Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$

Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  telah dibuat dengan variasi konsentrasi yaitu 2,5%, 5%, dan 10% berat  $\text{TiO}_2$  terhadap berat total  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  masing-masing variasi sebanyak 0,7 g.  $\text{SiO}_2$  yang digunakan adalah  $\text{SiO}_2$  hasil sintesis variasi amonia 12,5% dan 25%. Jadi, total variabel diperoleh enam variasi fotokatalis.

Untuk mengetahui keberhasilan proses imobilisasi bahwa  $\text{TiO}_2$  telah terimobilisasi dengan baik pada  $\text{SiO}_2$  maka dilakukan analisis *SEM* dan *XRD*. Fotokatalis yang digunakan untuk analisis *SEM* dan *XRD* adalah fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  variasi 10% b/b dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis menggunakan amonia 25%. Bahan ini digunakan karena menunjukkan hasil uji fotokatalis yang terbaik dalam menurunkan kadar logam Cr dan Fe dalam limbah air sungai.



Gambar 4. Mikrograf  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  10%.

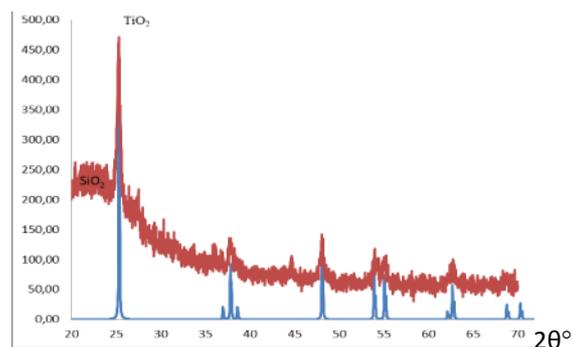


Gambar 5. Hasil *EDX* fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  10%.

Hasil analisis *SEM* yang ditunjukkan pada Gambar 4. memperlihatkan  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$  yang membentuk agregat-agregat yang saling bertumpukan sehingga keberadaan  $\text{TiO}_2$  tidak dapat diamati dengan jelas. Hal ini disebabkan karena proses pengeringan dalam oven, terjadi pelepasan air yang disebabkan konsentrasi sol meningkat dan terjadi penarikan fluida sehingga partikel saling berdekatan dan mengakibatkan terbentuknya agregat yang besar [6].

Bahan yang dibuat dilakukan juga analisis *EDX* untuk mengetahui komposisi  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$  seperti yang diperlihatkan pada Gambar 5. Pada Gambar 5 menunjukkan komposisi  $\text{TiO}_2$  mendekati dengan hasil perhitungan secara teoritis. Pada sintesis dibuat komposisi  $\text{TiO}_2$  sebesar 10% massa. Sementara, hasil analisis *EDX* menunjukkan komposisi  $\text{TiO}_2$  yang sebenarnya sebesar 10,05% massa.

Analisis struktur fasa fotokatalis adalah dengan menggunakan *XRD*. Difraktogram *XRD* juga dapat menunjukkan adanya  $\text{TiO}_2$  yang sudah tersangga pada  $\text{SiO}_2$ . Hasil karakterisasi fotokatalis dengan *XRD* dapat dilihat pada Gambar 6.



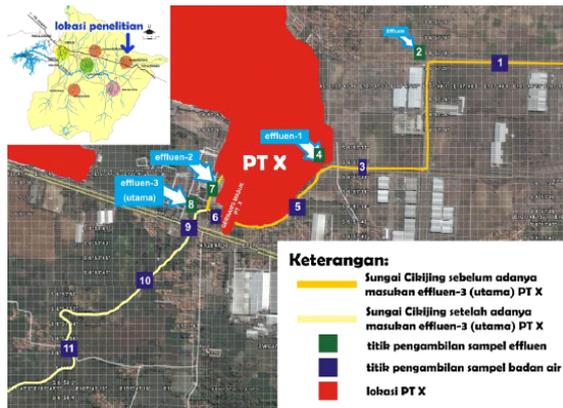
Gambar 6. Difraktogram (a).  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  10% dan (b).  $\text{TiO}_2$  [8].

Gambar 6. Hasil pengukuran *XRD* fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  menunjukkan adanya puncak pada  $2\theta = 25, 26^\circ$  dengan intensitas sangat tinggi, yang karakteristik dengan  $\text{TiO}_2$  anatase. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  ini sesuai dengan penelitian Leinekugel-le-Cocq-Errien et al. tahun 2007[11] menunjukkan kristal anatase pada  $2\theta = 25,3^\circ$  Puncak lain muncul tidak tajam pada  $2\theta = 23,86^\circ$  dengan intensitas rendah adalah daerah kristal  $\text{SiO}_2$  amorf. Dengan adanya difraktogram  $\text{TiO}_2$  pada hasil pengukuran sehingga dapat disimpulkan bahwa  $\text{TiO}_2$  sudah tersangga pada  $\text{SiO}_2$ .

### Uji Fotokatalisis

Pada uji fotokatalisis ini digunakan air limbah Sungai Cikijing Rancaekek. Pengambilan air sungai dapat dilihat pada Gambar 7.

Sampel air untuk uji fotokatalisis diambil pada titik 9 (berwarna biru) (Gambar 7) di sepanjang sungai Cikijing Rancaekek. Pertimbangan sampling pada posisi ini karena daerah tersebut dialiri buangan limbah dari



Gambar 7. Pengambilan sampel air Sungai Cikijing Rancaekek [1].

tiga industri tekstil. Waktu pengambilan dilakukan pada pukul 11.00 WIB dengan cuaca yang cerah. Hal ini berdasarkan hasil pengamatan Andarani & Roosmini pada tahun 2009 [12] menyatakan bahwa titik 9 pada pukul 11.00 WIB dengan cuaca yang cerah, air sungai berwarna hitam dan diketahui kadar logam dalam air sungai tinggi bila dibandingkan dengan posisi pengambilan sampel lain pada jam yang sama dan cuaca yang cerah.

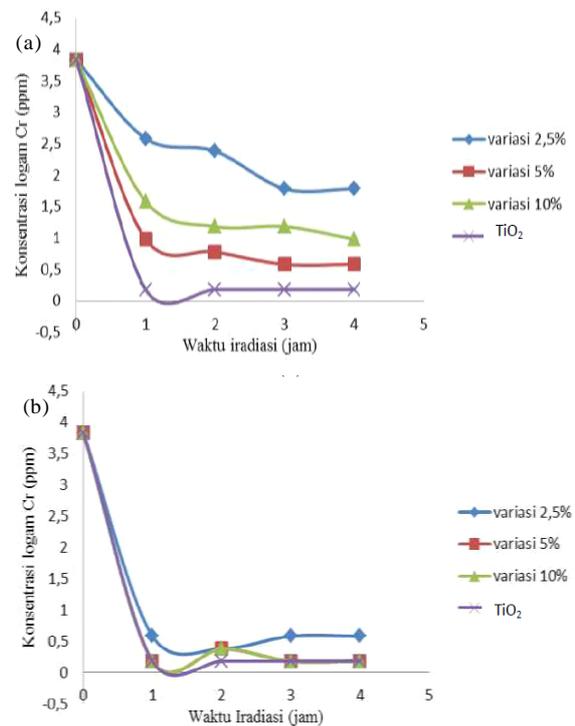
Air limbah sungai yang telah disampling, ditentukan terlebih dahulu kadar logamnya dengan AAS. Logam yang diperiksa dalam air sungai adalah logam Cr, Cu, Zn, Pb, dan Fe, hasilnya dapat dilihat pada Tabel 2. Kadar logam Cr dan Fe dalam air sungai cukup tinggi. Kadar logam Cr dalam air melebihi ambang batas yang dipersyaratkan. Kadar Cr ini adalah kadar logam Cr total, yang mana gabungan dari kadar ion Cr (VI) dan Cr (III). Sedangkan kadar logam lainnya lebih kecil dari ambang batas yang dipersyaratkan. Jadi, diuji aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  diutamakan untuk logam Cr. Akan tetapi uji fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  dilakukan juga terhadap logam Fe untuk mengetahui pengaruh fotokatalis terhadap logam lainnya selain Cr.

Table 2. Kadar logam dalam air sungai

Logam	Kadar (ppm)	Ambang Batas Air Sungai (ppm) *
Cr total	3,832	1
Cu	0,091	0,2
Zn	0,262	2
Pb	0	1
Fe	2,039	-

\*PP No. 82 tahun 2001

Uji aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  dilakukan dengan cara mengiradiasi air sungai yang telah ditambahkan sejumlah fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  (sesuai variasi yang dibuat) selama 4 jam dengan lampu merkuri HPL-N 125 W Philips. Setelah proses fotokatalis selesai, kadar logam dalam air limbah ditentukan dengan AAS. Gambar 8 adalah penurunan kadar logam Cr setelah proses fotokatalis.

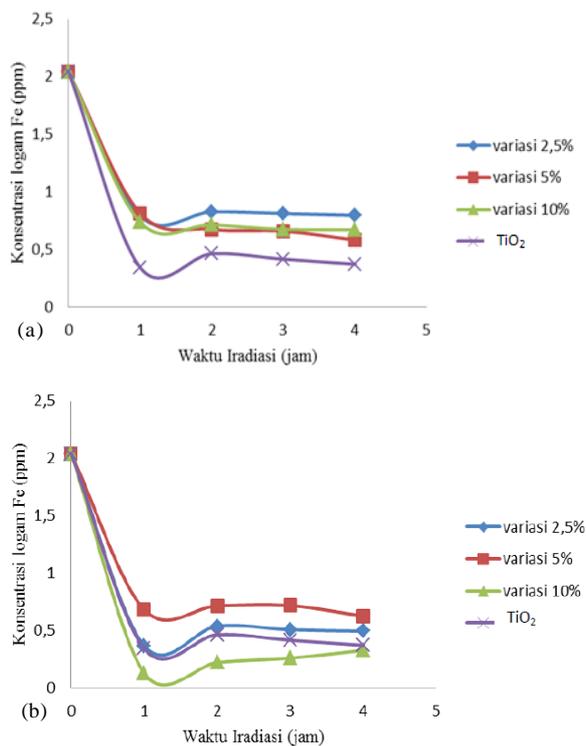


Gambar 8. (a). Grafik penurunan kadar Cr menggunakan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  (dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 12,5%) dan (b). Grafik penurunan kadar Cr menggunakan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  (dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 25%)

Pada Gambar 8 (a) adalah penurunan kadar Cr oleh  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  ( $\text{SiO}_2$  disintesis dengan amonia 12,5%) pada variasi jumlah  $\text{SiO}_2$  2,5%, 5% dan 10%. Hasil terbaik, penurunan kadar Cr adalah fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  5% selama 3 jam mencapai 84,86%. Sedangkan pada Gambar 8 (b) adalah penurunan kadar Cr menggunakan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  ( $\text{SiO}_2$  disintesis dengan amonia 25%) pada variasi jumlah  $\text{SiO}_2$  2,5%, 5% dan 10%. Hasil yang terbaik dalam menurunkan kadar Cr adalah fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  10% selama iradiasi 1 jam, mencapai 95,30%.

Sebagai pembandingan, pengujian dengan  $\text{TiO}_2$  selama iradiasi 1 jam mampu menurunkan kadar Cr sebesar 95,30%. Hasil ini setara dengan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  10% Tetapi berdasarkan penggunaan  $\text{TiO}_2$ , fotokatalis  $\text{TiO}_2$  10% dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis menggunakan amonia 25% lebih efektif digunakan.

Hasil uji penurunan kadar Fe oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  dapat dilihat pada Gambar 9. Pada Gambar 9 (a) adalah penurunan kadar Fe menggunakan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  ( $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 12,5%) oleh proses fotokatalis pada variasi yang berbeda. Penurunan kadar Fe oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  5% selama 4 jam iradiasi adalah sebesar 71,45%, hasil ini kurang efektif karena kadar Fe yang masih rendah. Sedangkan pada Gambar 9 (b) adalah penurunan kadar Fe menggunakan  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  (dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 25%) dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$  10% selama 1 jam iradiasi menunjukkan hasil terbaik, dimana mampu



**Gambar 9.** (a). Grafik penurunan kadar Fe menggunakan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  (dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 12,5%) dan (b). Grafik penurunan kadar Fe menggunakan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  (dengan  $\text{SiO}_2$  yang disintesis dengan amonia 25%).

menurunkan kadar Fe sebesar 93,62 %. Sebagai pembandingan, uji fotokatalis juga dilakukan menggunakan  $\text{TiO}_2$  murni (100 %), dimana hanya mampu menurunkan kadar Fe sebesar 83,17%.

Berdasarkan hasil fotokatalisis menggunakan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  menunjukkan bahwa penggunaan fotokatalis ini lebih efektif dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  100%. Dapat disimpulkan juga bahwa penambahan  $\text{SiO}_2$  sebagai pendukung fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisisnya. Selain itu,  $\text{SiO}_2$  adalah penyangga yang berpori bersifat adsorben sehingga penurunan kadar logam lebih efektif. Penurunan kadar logam oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  tidak hanya melalui proses fotokatalisis saja akan tetapi merupakan gabungan proses adsorpsi dan fotokatalisis.

Efisiensi penurunan kadar Cr dan Fe terbesar terjadi pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  10% dengan silika yang disintesis menggunakan amonia 25%. Proses iradiasi yang dilakukan selama 1 jam dengan menurunkan kadar Cr hingga 95,30% dan menurunkan kadar Fe hingga 93,62%.

## KESIMPULAN

Penambahan konsentrasi amonia 25% dapat membentuk gel lebih cepat dibandingkan dengan konsentrasi amonia 12,5%. Suhu kalsinasi 400 °C, 500 °C, dan 600°C menghasilkan silika yang bersifat

amorf. Berdasarkan hasil analisis XRD dan SEM-EDX menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  dapat terimobilisasi pada  $\text{SiO}_2$ . Uji aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  10% b/b ( $\text{SiO}_2$  amonia 25%) menunjukkan efisiensi penurunan kadar logam yang optimum yaitu sebesar 95,30% untuk logam kromium dan 93,62% untuk logam besi.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi (DIKTI) untuk Hibah Penelitian Pekan Kreativitas Mahasiswa (PKM) tahun anggaran 2014-2015.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. A. Popa, E.C. Abenojar, A.Vianna, *et al.* "Fabrication of Metal Na-noparticle-Modified Screen Printed Carbon Electrodes for the Evaluation of Hydrogen Peroxide Content in Teeth Whitening Strips". *Journal of Chemical Education*, vol. 92, no. 11, pp. 1913-1917, 2015.
- [2]. D. M. de los Santos, A. Montes, A. Sánchez-Coronilla, *et al.* "Sol-Gel Application for Consolidating Stone: An Example of Project-Based Learning in a Physical Chemistry Lab". *Journal of Chemical Education*, vol. 91, no. 9, pp. 1481-1485, 2014.
- [3]. V. Boffa, Y. Yue and W. He. "Sol-Gel Synthesis of a Biotem-plated Inorganic Photocatalyst: A Simple Experiment for Introducing Undergraduate Students to Materials Chemistry". *Journal of Chemical Education*, vol. 89, no. 11, pp. 1466-1469, 2012.
- [4]. B.R. Fernandez, Novesar dan A. Syukri. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Program Studi Kimia Pasca Sarjana, Universitas Andalas, Padang, 2011.
- [5]. S. Cai, Y. Zhang, H. Zhang, *et al.* "Sol-Gel Preparation of Hydrophobic Silica Antireflective Coatings with Low Refractive Index by Base/Acid Two-Step Catalysis". *ACS Applied Material Interfaces*, vol. 6, no. 14, pp. 11470-11475, 2014.
- [6]. M. Jafarzadeh, I. A. Rahman and C.S.Sipaut. "Synthesis of silica nanoparticles by modified sol-gel process: the effect of mixing modes of the reactants and drying techniques". *Journal of Sol-Gel Science Technology*, vol. 50, pp. 328-336, 2009.
- [7]. M. F. Zawrah, A.A. El-Kheshen and H. M. Abd-El-Aali. "Facile and economic synthesis of silica nanoparticles". *Journal of Ovonic Research*, vol.5, no.5, pp.129-133, 2009.
- [8]. I. A. M. Ibrahim, A. A. F. Zikry and M. A. Sharaf. "Preparation of spherical silica nanoparticles: strober silica". *Journal of American Science*, vol.6, no.11, pp.985-989, 2010.
- [9]. F.N. Puri. "Sintesis Silika Berbasis Pasir Kuarsa Sebagai Pendukung Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  Terhadap

- Penurunan Kadar Kromium (VI)". FMIPA Unpad, Sumedang, 2014.
- [10]. Ferdinand, L. "Fotokatalisis Menggunakan TiO<sub>2</sub>-zeolit untuk menurunkan konsentrasi Fe pada sampel Air Sungai Cikijing Rancaekek". FMIPA-UNPAD, Sumedang, 2014.
- [11]. A.Y. Leinekugel-Le-Cocq-Errien, P. Deniard, S. Jobic, *et al.* "Structural characterization of the hollandite host lattice for the confinement of radioactive cesium: Quantification of the amorphous phase taking into account the incommensurate modulated character of the crystallized part". *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 180, no.1, pp. 322-330, 2007.
- [12]. P. Andarani, dan D. Roosmini. "*Profil pencemaran logam berat (Cu, Cr, dan Zn) pada air permukaan dan sedimen di sekitar industri tekstil PT-X (sungai Cikijing)*", ITB, Bandung, 2009.