

Fotokatalisis Komposit Silika Sekam Padi Modifikasi Seng Oksida Untuk Menurunkan Konsentrasi Kromium(VI)

Diana Rakhmawaty Eddy*, L. Ahmad Na'ani, Rustaman, Solihudin

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

*Penulis korespondensi: diana.rahmawati@unpad.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.24198/cna.v7.n3.26290>

Abstrak: Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan silika sekam padi untuk meningkatkan efektifitas degradasi limbah oleh fotokatalis ZnO/SiO₂. Hasil sebelumnya ZnO/SiO₂ komposisi 95/5 (w/w) telah menurunkan konsentrasi kromium yang ada dalam buangan limbah hasil praktikum sebesar 82,6%. Tahapan penelitiannya dengan preparasi arang sekam padi dengan menggunakan tabung pirolisis kemudian diekstraksi untuk menghasilkan silika, pembuatan komposit ZnO/SiO₂ dengan komposisi 95/5; 90/10; dan 85/15 serta uji aktivitas dalam menurunkan konsentrasi kromium(VI). Hasil SEM-EDS menunjukkan sudah terbentuknya komposit SiO₂ pada ZnO. Penurunan konsentrasi kromium(VI) sebesar 83,3% pada komposisi silikon dioksida 90/10 (w/w).

Kata kunci: fotokatalis, sekam padi, material komposit, SiO₂, ZnO/SiO₂

Abstract: This study aims to determine the effect of the addition of rice husk silica to increase the effectiveness of waste degradation by ZnO/SiO₂ photocatalysts. Previous results of ZnO/SiO₂ composition of 95/5 (w/w) had reduced the concentration of chromium present in the discharge of practicum waste by 82.6%. The stages of his research were the preparation of rice husk charcoal using a pyrolysis tube then extracted to produce silica, making ZnO/SiO₂ composites with composition of 95/5; 90/10; and 85/15 and activity tests in reducing chromium(VI) concentrations. The results of SEM-EDS indicate the formation of SiO₂ composites in ZnO. The decrease in chromium(VI) concentration was 83.3% in the composition of silicon dioxide 90/10 (w/w).

Keywords: photocatalysts, SiO₂, rice husk, composite material, ZnO/SiO₂

PENDAHULUAN

Padi sebagai bahan makanan pokok bangsa Indonesia, kebutuhannya meningkat dari tahun ke tahun sehingga mengakibatkan peningkatan limbah sekam. Hingga saat ini hasil samping pengolahan padi serta limbahnya belum dimanfaatkan secara maksimal (Ismunadji 1998). Abu sekam padi hasil pembakaran yang terkontrol pada suhu tinggi (500-600°C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia (Handayani dkk. 2015).

Silika dari sekam ini digunakan sebagai *filler* pada fotokatalis ZnO menggunakan metode sol-gel. Penggunaan semikonduktor sebagai fotokatalis merupakan tema yang sangat menarik saat ini, karena kemampuannya untuk mendegradasi senyawa-senyawa di sekitarnya dengan menggunakan sinar (Guinset & Gilson 2002).

Penelitian yang sudah kami kerjakan yaitu pembuatan fotokatalis dari seng oksida yang digabungkan dengan silika hasil ekstraksi dari sekam padi yang berguna untuk degradasi zat warna metilena biru (Eddy dkk. 2016; Eddy *et al.* 2018). Sehingga penelitian lanjutan kali ini untuk

mendegradasi limbah buangan praktikum laboratorium.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah aquades, kalium karbonat, natrium hidroksida 2 M, silika dari sekam padi, seng sulfat heptahidrat, kalium dikromat. Alat-alat yang digunakan adalah alat-alat gelas, corong *buchner*, kertas saring *whatmann* no. 40, lampu merkuri (HPL-N 125 W Philips), *magnetic stirrer*, mortar, neraca analitis, oven, plat kaca, pipet tetes, sonikator, tanur, Spektrofotometer Serapam Atom (SSA), *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan *Particle Size Analyzers* (PSA).

Pembuatan Seng Oksida (ZnO)

Seng oksida dibuat dengan menimbang 4,35 gram seng sulfat heptahidrat kemudian dilarutkan dalam 30 mL metanol sambil diaduk dengan stirrer selama ± 60 menit. Setelah itu ditambahkan natrium hidroksida 2 M tetes demi tetes sambil tetap diaduk dengan stirrer. Penambahan natrium hidroksida 2 M tetap dilanjutkan sampai pH larutan sekitar 8-9. Larutan tetap diaduk dengan stirer sampai ± 180 menit.

Setelah itu dilakukan penyaringan. Endapan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades sebanyak dua kali. Endapan yang telah dicuci ini dikeringkan dengan oven pada suhu $\pm 85^{\circ}\text{C}$ selama ± 1 jam. Seng oksida yang telah terbentuk dilanjutkan dengan kalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 500°C selama 1 jam. Seng oksida yang dihasilkan berupa serbuk halus berwarna putih.

Pembuatan Fotokatalis Komposit Seng Oksida/Silikon Dioksida

Fotokatalis seng oksida/silikon dioksida dibuat dengan mencampurkan padatan seng oksida dengan silikon dioksida sebanyak 3 g dengan perbandingan massa yaitu 85/15, 90/10, dan 95/5 (w/w). Campuran padatan tersebut ditambahkan dengan 100 mL air kemudian diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* 500 rpm selama 2 jam. Kemudian campuran disonikasi menggunakan sonikator (*Ultrasonic bath* atau *Starsonic 18-35 italy*) selama 90 menit. Suspensi yang dihasilkan kemudian diteteskan ke permukaan pelat kaca (1×3 cm) dengan cara dipipet. Pelat kaca yang telah dilapisi suspensi dikeringkan di oven 40°C selama 12 jam. Setelah kering pelat kaca dikalsinasi 450°C selama 1 jam sehingga didapatkan komposit seng oksida/silikon dioksida yang diharapkan (Soltani *et al.* 2015).

Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan SEM/EDS (*Scanning Electron Microscope Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* dan *Particle Size Analyzers* (PSA)).

Uji Fotokatalisis Terhadap Kromium(VI) Secara Artifisial

Uji fotokatalisis terhadap kromium(VI) dilakukan dengan menggunakan lampu UV (HPL-N 125 W Philips). Pelat kaca dimasukkan dalam tabung kemudian diisi larutan kromium(VI) dan diradiasi menggunakan lampu UV selama 2 jam. Setiap 30 menit filtratnya diambil sebanyak 3 mL untuk

dianalisis dengan menggunakan spektroskopi serapan atom. Uji aktivitas fotokatalis dilakukan terhadap semua komposisi fotokatalis seng oksida/silikon dioksida dan seng oksida.

Uji Adsorpsi

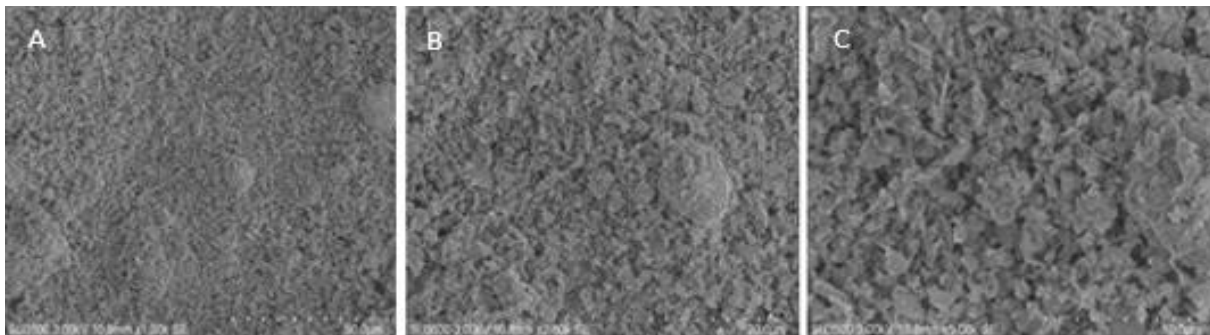
Uji adsorpsi dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi komposit seng oksida/silikon dioksida dan seng oksida terhadap limbah buangan praktikum yang mengandung kromium dan kromium(VI) secara artifisial. Pelat kaca dimasukkan dalam tabung kemudian diisi larutan sampel sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Setiap 30 menit filtratnya diambil sebanyak 3 mL untuk dianalisis dengan menggunakan spektroskopi serapan atom. Uji aktivitas adsorpsi dilakukan terhadap semua komposisi seng oksida/silikon dioksida dan seng oksida.

HASIL DAN PEMBAHASAN

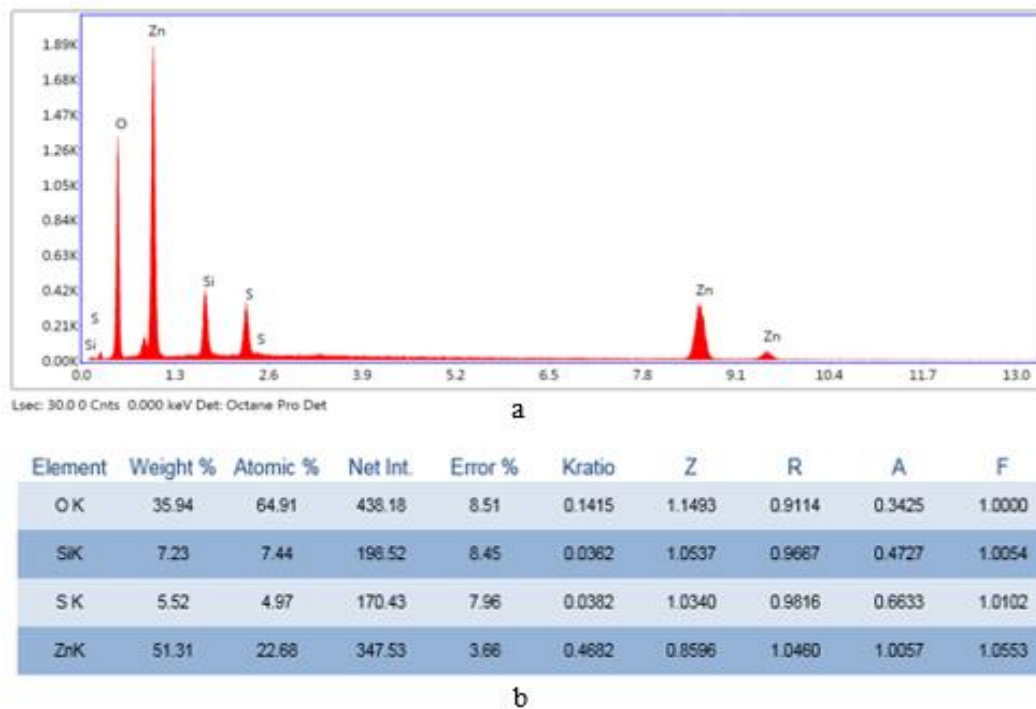
Hasil Karakterisasi

Analisis SEM-EDX dilakukan untuk mengetahui citra morfologi permukaan dan ketebalan lapisan komposit ZnO/SiO₂ pada pelat kaca. Fotokatalis yang dianalisis adalah fotokatalis ZnO/SiO₂ variasi perbandingan massa 85 : 15. Gambar 1 merupakan hasil analisis SEM dengan perbesaran 1000 kali, 2500 kali dan 5000 kali. Pada perbesaran 1000 kali terlihat lapisan ZnO/SiO₂ menempel secara merata dengan porositas rendah. Pada perbesaran 2500 kali porositas lapisan ZnO/SiO₂ mulai terlihat dengan jelas dan makin jelas pada perbesaran 5000 kali.

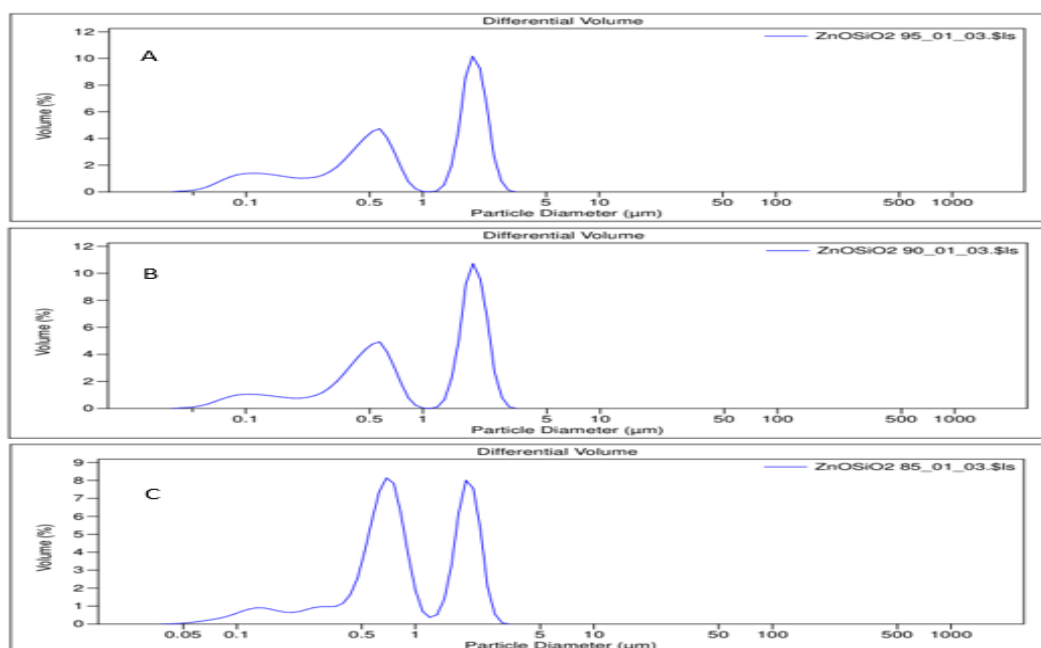
Hasil pengujian SEM dengan perbesaran 5000 kali diperlihatkan pada Gambar 1(c) lapisan komposit ZnO/SiO₂ di atas kaca tersusun dari sekumpulan butiran batangan yang halus dan hampir homogen. Hal ini memperlihatkan bahwa ZnO/SiO₂ telah berhasil dikompositkan dan melapisi permukaan kaca dengan permukaan yang hampir homogen dan halus. Pola keteraturan ini mengindikasikan bahwa sifat mikrostruktur lapisan mempunyai kualitas kristal yang baik.



Gambar 1. Citra SEM morfologi lapisan komposit ZnO/SiO₂. (a). Perbesaran 1000 kali (b). 2500 kali. (c). 5000 kali



Gambar 2. Hasil uji EDX. (a). Spektrum EDX lapisan ZnO/SiO₂. (b). Atom-atom penyusun lapisan ZnO/SiO₂



Gambar 3. Hasil uji Particle Size Analyzer (PSA). (a). lapisan ZnO/SiO₂ 95/5 (w/w), (b). lapisan ZnO/SiO₂ 90/10 (w/w), (c). lapisan ZnO/SiO₂ 85/15 (w/w).

Tabel 1. Hasil perhitungan ukuran rata-rata statistik partikel sampel ZnO/SiO₂

Variasi (b/b)	Mean (µm)	Mean/Median ratio (µm)	S.D (µm)	Mode (µm)
95/5	1,104	1,629	0,833	1,919
90/10	1,154	1,545	0,819	1,919
85/15	1,075	1,392	0,718	0,688

Hasil uji spektrum EDX lapisan ZnO/SiO₂ pada pelat kaca diperlihatkan pada Gambar 2 Atom-atom penyusun lapisan ZnO/SiO₂ pada pelat kaca adalah seng (Zn), sulfur (S), silika (Si), dan oksigen (O). Massa ZnO dan SiO₂ pada perbandingan 85% : 15% (w/w) terlihat komposisi Zn dan Si adalah 51,31% dan 7,23% berat. Jika dibandingkan dengan perhitungan diperoleh hasil yang berbeda yaitu komposisi dari Zn dan Si adalah 68,21% dan 7%. Dari kedua hasil tersebut menunjukkan komposisi Zn lebih besar komposisi secara perhitungan sedangkan Si lebih besar komposisi secara uji EDX. Hal ini disebabkan Zn secara alamiah mudah mengalami penggumpalan jika terlalu lama disonikasi sehingga pada kondisi tersebut memudahkan ZnO terlepas yang juga menyebabkan meningkatnya porositas pada permukaan lapisan. Porositas berbanding lurus dengan keefektifan dalam mendegradasi limbah, semakin tinggi porositas yang terbentuk maka semakin rendah dalam mendegradasi limbah, hal itu disebabkan berkurangnya pembentukan radikal hidroksil oleh ZnO.

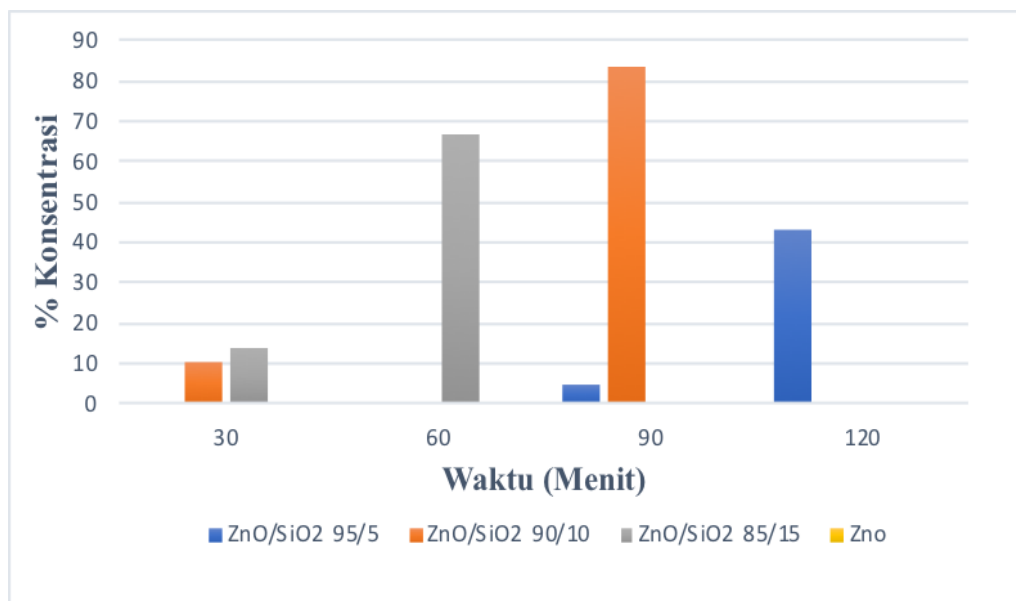
Hasil uji komposisi atom lapisan komposit ZnO/SiO₂ dalam %At (persen atomik bahan) terdiri atas 22,68% seng (Zn), 4,97% sulfur (S), 7,44% silika (Si), dan 64,91% oksigen (O). Lapisan ZnO/SiO₂ memiliki komposisi atom oksigen (O) yang lebih banyak daripada seng (Zn), ini mengindikasikan pada lapisan ZnO/SiO₂ terdapat sejumlah atom pengotor.

Particle size analyzer (PSA) digunakan untuk mengetahui ukuran partikel. Pada analisis ukuran partikel dengan menggunakan PSA, partikel didispersikan ke dalam media cair sehingga partikel tidak saling beraglomerasi. Ukuran partikel yang

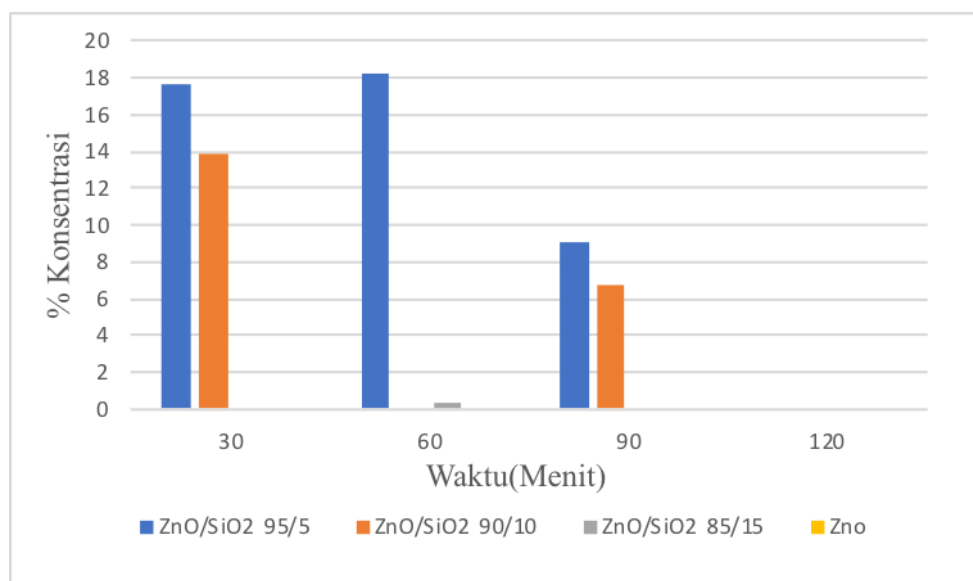
terukur adalah ukuran dari *single particle*. Data ukuran partikel yang didapatkan berupa tiga distribusi yaitu *intensity*, *number* dan *volume distribution*, sehingga dapat diasumsikan menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Hasil PSA pada sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 95/5, 90/10 dan 85/15 (w/w) diperlihatkan pada Gambar 3.

Hasil PSA pada sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 95/5 (w/w) diperlihatkan pada Gambar 3(a). Perhitungan secara statistik menggunakan PSA *software* menemukan bahwa ukuran diameter rata-rata partikel sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 95/5 (w/w) adalah 1,629 µm dengan standar deviasi (SD) sebesar 0,833 µm. Ini berarti ukuran partikel sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 95/5 (w/w) berkisar dari 0,796 µm hingga 2,462 µm (1,629 ± 0,833 µm). Demikian pula pada sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 90/10 (w/w) yang diperlihatkan pada Gambar 3(b). Ukuran partikel berkisar dari 0,726 µm hingga 2,364 µm (1,545 ± 0,819 µm). Berbeda dengan sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 85/15 (w/w) yang diperlihatkan pada Gambar 3(c). Ukuran partikel berkisar dari 0,674 µm hingga 2,11 µm (1,392 ± 0,718 µm). Sebagaimana yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Lebih lanjut partikel sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 95/5 (w/w) menunjukkan bahwa partikel yang berukuran 1,919 µm adalah partikel yang paling sering terdeteksi oleh detektor PSA. Ukuran ini juga terjadi pada partikel sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 90/10 (w/w), berbeda dengan partikel sampel ZnO/SiO₂ dengan variasi 85/15 (w/w). Partikel yang berukuran 0,688 µm adalah partikel yang paling sering terdeteksi oleh detektor PSA.



Gambar 4. Diagram efisiensi penurunan konsentrasi kromium(VI) menggunakan fotokatalis seng oksida berbagai variasi persen



Gambar 5. Diagram efisiensi penurunan konsentrasi kromium(VI) menggunakan komposit seng oksida/silikon dioksida berbagai variasi persen.

Uji fotokatalisis terhadap kromium (VI)

Uji fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan sampel kromium(VI) 1 ppm. Seperti dapat dilihat pada Gambar 4, saat 120 menit radiasi fotokatalis silikon dioksida 95/5 (w/w) lebih efektif dibandingkan saat 90 menit karena dapat menurunkan konsentrasi kromium(VI) sampai 43%, sedangkan saat 90 menit hanya menurunkan konsentrasi kromium(VI) sebesar 4,5%. Pada menit ke 60 fotokatalis silikon dioksida 85/15 (w/w) lebih efektif dibandingkan dengan lainnya karena dapat menurunkan konsentrasi kromium(VI) sebesar 67,1%. Sedangkan pada menit 90 fotokatalis silikon dioksida 90/10 (w/w) lebih efektif dari yang lainnya karena dapat menurunkan konsentrasi kromium(VI) sebesar 83,3%. Jika dilihat dari data pada Gambar 4, maka dapat disimpulkan penurunan ini berhubungan dengan penggunaan silikon dioksida lebih dari 10 (w/w) kemampuannya lebih besar. Hal ini disebabkan seng oksida tercegah dari proses aglomerasi dan terbentuknya porositas yang besar pada daerah seng oksida, sehingga dengan demikian seng oksida yang berperan sebagai fotokatalis tetap dapat menghasilkan jumlah radikal hidroksil yang banyak.

Uji Adsorpsi

Uji adsorpsi dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi komposit seng oksida/silikon dioksida dan seng oksida terhadap kromium(VI) secara artificial. Uji ini dilakukan sebagai pembandingan untuk mengetahui adanya adsorpsi dari komposit seng oksida/silikon dioksida dalam menurunkan konsentrasi kromium(VI) secara artificial.

Selanjutnya uji adsorpsi komposit seng oksida/silikon dioksida dilakukan terhadap

kromium(VI). Persen efisiensi penurunan konsentrasi kromium(VI) didapat dengan membandingkan konsentrasi sebelum dan sesudah adsorpsi. Hasil dari efisiensi penurunan konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 5.

Pada Gambar 5 saat 120 menit komposit seng oksida/silikon dioksida dengan semua perbandingan tidak terjadi penurunan konsentrasi kromium(VI), sedangkan pada saat 60 menit terjadi penurunan konsentrasi dengan jumlah yang cukup kecil yaitu sekitar 18,3% dengan perbandingan komposit seng oksida/silikon dioksida 95/5 (w/w). demikian pula pada menit 30 penurunan konsentrasinya sekitar 17,6%. Fakta ini menunjukkan bahwa proses adsorpsi komposit seng oksida/silikon dioksida terhadap kromium(VI) tidak berlangsung dengan baik.

KESIMPULAN

Komposit ZnO/SiO₂ menghasilkan partikel termobilisasi secara merata di atas pelat kaca. Fotokatalis ZnO/SiO₂ dengan berbagai variasi komposisi sangat mempengaruhi aktivitas dalam menurunkan konsentrasi kromium(VI), komposisi 90/10 (w/w) paling efektif menurunkan konsentrasi kromium (VI) sebesar 83,3%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Kemenristekdikti atas pendanaan pada Penelitian Tesis Magister no 2886/UN6.D/LT/2019.

DAFTAR PUSTAKA

Ismunadji, M. (ed) (1998). *Padi*. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. Bogor.

-
- Handayani, P.A., Nurjanah, E. & Rengga, W.D.P., (2015). Pemanfaatan limbah sekam padi menjadi silika gel. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 4(2): 55-59.
- Guisnet, M. & Gilson, J.P. (eds). (2002). *Zeolites for Cleaner Technologies*. London: Imperial College Press. London.
- Eddy, D.R., Ernawati, E.E., Noviyanti, A.R., Lubis, R.A. & Tjokronegoro, R. (2016) Pembuatan fotokatalis seng oksida termodifikasi silika sekam padi. *Jurnal Material dan Energi Indonesia*. 6(2): 18-23.
- Eddy, D.R., Noviyanti, A.R., Solihudin, S., Ishmayana, S. & Tjokronegoro, R.A. (2018). Rice Husk for Photocatalytic Composite Material Fabrication. In Yao, Y. (ed). *Visible-Light Photocatalysis of Carbon-Based Materials*. p.19-28. IntechOpen. London.
- Soltani, R.D.C., Khoramabadi, G.S., Godini, H. & Noorimotlagh, Z. (2015). The application of ZnO/SiO₂ nanocomposite for the photocatalytic degradation of a textile dye in aqueous solutions in comparison with pure ZnO nanoparticles. *Desalination and Water Treatment*. 56(9): 2551-2558.
-