

---

# PENGARUH JUMLAH PEG 200 DAN TEMPERATUR ANNEALING TERHADAP MORFOLOGI DAN STRUKTUR NANOPARTIKEL $\text{TiO}_2$ DENGAN METODE SINTESIS *SIMPLE HEATING*

Tuty Emilia Agustina<sup>1</sup>, Fitri Suryani Arsyad<sup>2</sup>, Mikrajuddin Abdullah<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sriwijaya

<sup>2</sup>Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Sriwijaya

<sup>3</sup>Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Bandung

Email: tutycurtin@yahoo.com

## Abstract

*The surface area of a photocatalyst is an important factor that effect decomposition process of colored wastewater. Increasing the catalyst particle surface area will increase the UV light absorbed thus enhance the photocatalysis process. Bulk  $\text{TiO}_2$  will have the higher surface area if it is made in the nano size. As a photocatalyst, nanoparticle of  $\text{TiO}_2$  is more efficient than bulk of  $\text{TiO}_2$ . The nanoparticle of  $\text{TiO}_2$  can be made in various ways, for example by simple heating method. In this study, the synthesis of nanoparticle  $\text{TiO}_2$  was investigated by optimize the amount of polyethylene glycol (PEG 200) used and the annealing temperature. The amount of PEG 200 was varied between 6-18 ml. Moreover, the annealing temperature was varied in the range of 600-700°C. After synthesizing, the nanoparticles of  $\text{TiO}_2$  then characterize by using scanning electron microscope (SEM) to observe the morphology, and by using the X-ray diffraction (XRD) to find the crystal structure and the particle size. Based on the characterization, it was found that the smallest nanoparticle of  $\text{TiO}_2$  have a 29 nm in size was produced by using the 12 ml of PEG at the annealing temperature of 600°C.*

Keywords: photocatalyst, wastewater treatment, nanoparticle of  $\text{TiO}_2$ , simple heating method

## 1. Pendahuluan

Saat ini, pencemaran lingkungan akibat limbah industri sudah cukup memprihatinkan. Salah satu limbah yang sangat mengganggu kelestarian lingkungan adalah limbah cair yang mengandung pewarna sintesis yang dihasilkan oleh industri tekstil skala besar maupun industri kecil dan menengah (IKM) (Utami, 1994). Limbah cair pewarna sintesis yang bersumber dari pabrik tekstil maupun tenun dapat mengakibatkan perubahan warna dan derajat keasaman badan penerima air. Limbah ini didominasi oleh pencemaran karena penggunaan zat warna sintesis dalam proses produksinya (Agustina dan Badewasta, 2009). Limbah ini dikategorikan sebagai limbah B3 (bahan berbahaya dan beracun). Meningkatnya kekeruhan air karena adanya polusi zat warna akan menghalangi masuknya cahaya matahari ke dasar perairan dan mengganggu

keseimbangan proses fotosintesis, ditambah lagi adanya efek mutagenik dan karsinogen dari zat warna tersebut, membuatnya menjadi masalah yang serius (Agustina dan Badewasta, 2009). Selain itu air limbah pabrik tekstil di Indonesia rata-rata mengandung 750 mg/l padatan tersuspensi dan 500 mg/l BOD. Perbandingan COD : BOD adalah dalam kisaran 1,5 : 1 sampai 3 : 1 (Manurung, 2002). Nilai ini jauh melebihi standar baku mutu lingkungan. Oleh karena itu limbah ini harus diolah dengan baik.

Untuk itu perlu disiapkan teknologi pengolahan limbah agar dampak pencemaran dapat dicegah dan dikendalikan. Beberapa teknologi pengolahan telah banyak dikembangkan untuk mengatasi permasalahan limbah pewarna sintesis seperti adsorpsi dengan menggunakan karbon aktif (Agustina, 2011), koagulasi dengan bahan kimia (Mujiadi dan Nieke, 2001) ataupun koagulasi dengan

penyaringan (Astuti, 2004), lumpur aktif (Sudarjanto, 2008), semikonduktor fotokatalisis (Agustina, 2012), maupun teknik peresapan alami (Purwadi, 2004). Namun, seringkali teknologi tersebut membutuhkan biaya operasional yang sangat mahal, baik dari segi pembelian bahan-bahan kimia, instalasi, dan penggunaan lahan, maupun dari segi waktu proses yang relatif lama (Agustina dkk, 2011). Tentu saja hal ini kurang efisien diterapkan pada Industri kecil dan menengah (IKM) karena biaya hasil produksi tidak sebanding dengan biaya pengolahan limbahnya.

Dalam dua dekade terakhir, telah banyak sekali dilakukan penelitian terhadap limbah industri tekstil dengan apa yang disebut AOPs. Oksidasi lanjutan terbentuk diantaranya system fotokatalisis heterogen dengan media  $\text{TiO}_2$  yang terinduksi cahaya matahari, terlihat telah memiliki kemampuan untuk menghilangkan warna secara sempurna dan setidaknya telah memineralsasi secara sebagian limbah warna industri tekstil dalam waktu reaksi yang singkat tanpa menghasilkan gas sisa pembakaran ataupun *sludge* yang berbahaya. Selain itu, tidak ada produk samping yang beracun dan atau bersifat karsinogenik yang teramati ketika menerapkan AOPs pada penghilangan warna air limbah tekstil (Arslan-Alaton, 2004).

Sedangkan untuk kandungan logam berat yang mungkin terkandung di dalam senyawa organik dapat teroksidasi sehingga dapat dengan mudah dilakukan proses pemisahan dari air yang telah diolah, dan selanjutnya logam berat akan dapat didaur ulang kembali dengan menggunakan proses selanjutnya. Hal ini menjadikan AOPs sebagai teknologi bersih dalam proses pengolahan air limbah pada industri tekstil (Sugiarto, 2009). Selain itu, pemanfaatan AOPs memiliki beberapa keunggulan di antaranya areal instalasi pengolahan air limbah yang tidak luas, waktu pengolahan cepat, penggunaan bahan kimia sedikit, dan air hasil pengolahannya dapat dipergunakan kembali (Agustina, 2009).

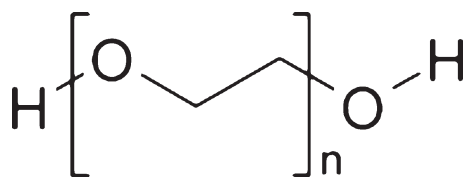
Dapat disimpulkan penggunaan metode alternatif ini dalam proses pengolahan air limbah industri tekstil merupakan pilihan yang lebih hemat energi (Agustina, 2009). Oleh sebab itu, metode fotokatalisis sebagai salah satu dari AOPs akan diterapkan dalam pengolahan limbah cair pewarna sintetis dalam penelitian ini.

Dalam metode semikonduktor fotokatalisis, sering digunakan *bulk*  $\text{TiO}_2$  sebagai bahan semikonduktor yang tidak transparan tetapi dapat menyerap radiasi ultraviolet (Abdullah, 2008). Jika dibuat dalam ukuran nano, maka nanopartikel  $\text{TiO}_2$  berubah menjadi sangat transparan dan menyerap radiasi ultraviolet lebih banyak (Abdullah, 2008). Karena sifatnya yang transparan dan mudah menyerap radiasi ultraviolet itulah maka nanopartikel  $\text{TiO}_2$  sangat efektif digunakan sebagai semikonduktor fotokatalis untuk mendekomposisi polutan limbah cair pewarna sintetis.

Banyak metode sintesis nanopartikel yang telah dikembangkan para peneliti. Di antara metode sintesis nanopartikel yang sederhana adalah menggunakan metode *simple heating* (pemanasan sederhana) dalam larutan polimer (Abdullah, 2008).

Secara sederhana, prinsip kerja metode ini adalah mencampurkan larutan logam nitrat di dalam air dengan larutan polimer dengan berat molekul tinggi (high molecular weight polymer, HMWP), seperti Polyethylene glycol,  $\text{H}(\text{OCH}_2\text{-CH}_2)_n\text{H}$  yang disingkat PEG. Kedua larutan dicampur dan diaduk secara merata disertai pemanasan sehingga kandungan air hampir habis dan diperoleh larutan kental polimer. Di dalam larutan tersebut diperkirakan ion-ion logam menempel secara merata pada rantai polimer. Larutan polimer kemudian ditempatkan dalam kruksibel alumina dan dipanaskan pada suhu di atas suhu dekomposisi polimer. Suhu operasi di atas  $500^\circ\text{C}$  sudah cukup untuk mendekomposisi sejumlah polimer. Suhu pemanasan dinaikkan secara perlahan-lahan. Keberadaan polimer menghindari pertemuan antar partikel yang terbentuk melalui proses nukleasi sehingga tidak terjadi agglomerasi. Ketika polimer telah terdekomposisi didapatkan partikel-partikel yang hampir terpisah satu dengan lainnya. Ukuran partikel dikontrol dengan mengatur konsentrasi polimer, mengatur suhu pemanasan, dan mengatur lama waktu pemanasan dalam oven (Abdullah, 2008).

PEG merupakan sekelompok polimer sintetik yang larut air dan memiliki kesamaan struktur kimia berupa adanya gugus hidroksil primer pada ujung rantai polieter yang mengandung oksietilen ( $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-$ ) (Kuixiong, 1993). Struktur PEG dapat digambarkan seperti pada gambar 1.



Gambar 1. Struktur Polyethylene glycol (PEG).  
Sumber : Kahovec, et al. (2002).

Perdana (2009) dalam penelitiannya mengenai sintesis dan karakterisasi nano  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  menggunakan PEG 1000 sebagai *template*. PEG adalah satu zat yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran dan struktur pori. Dalam hal ini PEG berfungsi sebagai *template*, dan juga pembungkus partikel besi sehingga tidak terbentuk agregat, hal ini dikarenakan PEG terjebak pada permukaan partikel dan menutupi ion positif besi, dan pada akhirnya akan diperoleh hasil partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Angka-angka yang sering termasuk dalam nama-nama PEG menunjukkan berat molekul rata-rata mereka, misalnya, PEG dengan  $n = 9$  akan memiliki berat molekul rata-rata sekitar 400 *daltons* dan akan diberi label PEG 400 (Perdana, 2009).

Dalam penelitian ini digunakan PEG 200 dan dipelajari pengaruh jumlah PEG 200 dan temperatur *annealing* dalam sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang dibuat dengan metode *simple heating*. Nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh diharapkan dapat diterapkan sebagai fotokatalis yang murah dan efisien.

## 2. Metode

Metode sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode *simple heating*. Titanium (IV) chloride tetrahidrofur (Ti(CIH)<sub>4</sub>) dan polyethylene glycol (PEG 200) digunakan sebagai bahan sintesa nanopartikel Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ). Titanium (IV) chloride tetrahidrofur (Ti(CIH)<sub>4</sub>) dengan jumlah molaritas tertentu, dilarutkan kedalam deionized water. Polyethylene glycol (PEG 200) dalam jumlah yang cukup ditambahkan kedalam larutan disertai pengadukan hingga diperoleh larutan jernih. Larutan kemudian dipanaskan pada suhu di atas 100°C hingga menjadi kental yang kemudian dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu diatas suhu dekomposisi PEG 200 selama 30 puluh menit di dalam oven sehingga dihasilkan partikel dengan ukuran beberapa puluh nanometer hingga beberapa ratus nanometer. Ukuran

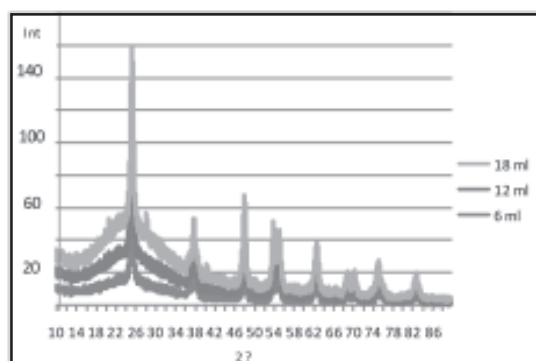
partikel dikontrol dengan mengatur jumlah PEG 200 yang digunakan dan mengatur suhu pemanasan. Jumlah PEG 200 divariasikan 6-18 ml dan temperatur *annealing* divariasikan 600-700°C. Nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang sudah terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengamati morfologinya, dan XRD untuk mengetahui stuktur kristal dan ukuran

## 3. Hasil dan Pembahasan

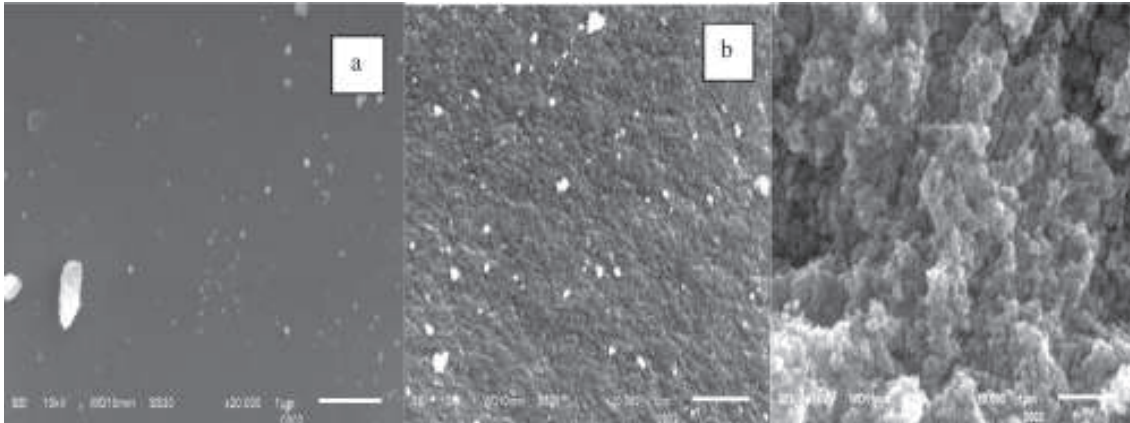
Dalam penelitian ini, nanopartikel  $\text{TiO}_2$  akan dibuat dengan metode *simple heating* dengan mengoptimasi parameter sintesis yaitu jumlah pemakaian PEG 200 dan temperatur. Nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang sudah disintesis kemudian dikarakterisasi morfologi dan struktur serta ukuran butirnya masing-masing dengan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) dan *X-ray diffraction* (XRD). Pengaruh jumlah pemakaian PEG 200 terhadap ukuran butir nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dilaporkan berdasarkan analisa dari hasil pengamatan menggunakan XRD. Untuk memastikan bahwa sampel yang dihasilkan adalah nanopartikel  $\text{TiO}_2$  digunakan analisis elemen atau karakterisasi kimia dengan teknik analisis *energy-dispersive X-ray spectroscopy* (EDX) berdasarkan struktur atom yang terbentuk (Goldstein, 2003). Berdasarkan hasil analisa EDX, terbukti bahwa dengan menggunakan (Ti(CIH)<sub>4</sub>) dan PEG 200 dapat dihasilkan nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan metode *simple heating*.

### 3.1. Pengaruh Jumlah PEG 200

Gambar 2 dan 3 adalah gambar pola XRD dan foto SEM sampel nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan PEG 200 masing-masing sejumlah 6 ml, 12 ml, dan 18 ml.



Gambar 2. Hasil XRD untuk nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan pemakaian PEG 200 a) 6 ml, b) 12 ml, dan c) 18 ml.

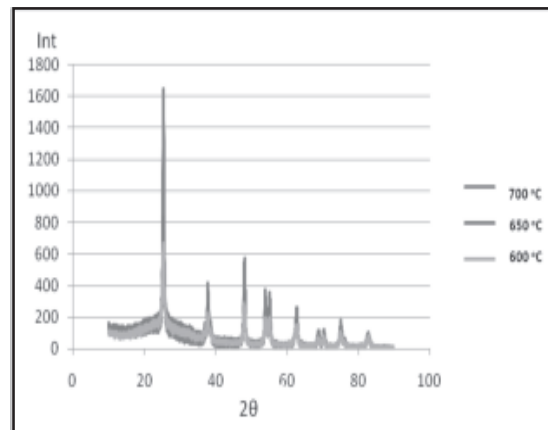


Gambar 3. Foto SEM nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan pemakaian PEG 200 a) 6 ml, b) 12 ml, dan c) 18 ml.

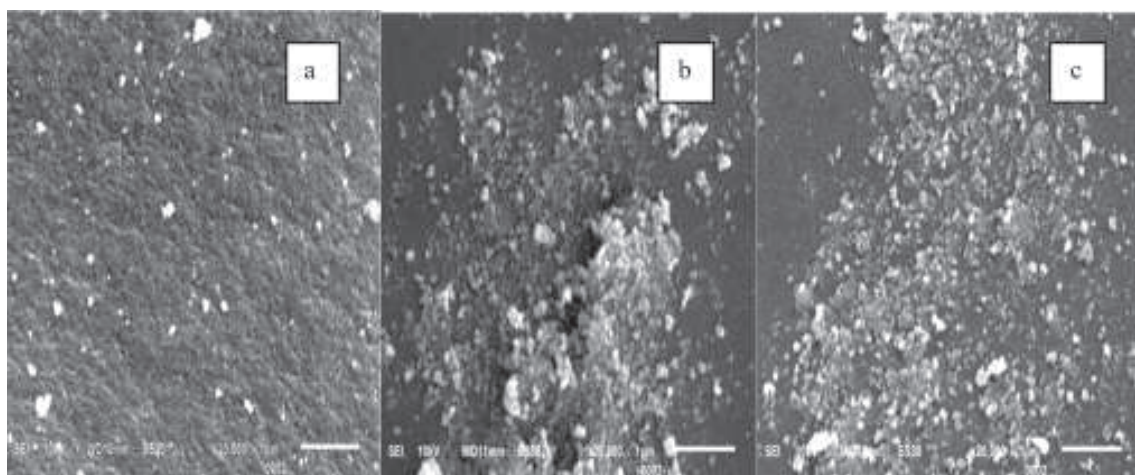
Dari Gambar 2 terlihat bahwa semakin banyak PEG 200 yang ditambahkan, semakin tinggi intensitasnya dan semakin lebar puncak-puncak difraksi yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena semakin banyak rantai PEG 200, maka semakin merata distribusinya melapisi butiran-butiran atom  $\text{TiO}_2$ . Distribusi PEG 200 yang merata menutupi permukaan atom-atom  $\text{TiO}_2$  akan menghalangi terjadinya aglomerasi atom-atom  $\text{TiO}_2$ , sehingga memperkecil ukuran butirnya (3.2a dan 3.2b). Ukuran butir yang mengecil akan memperlebar Full Width at Half Maximum (FWHM) pada pola difraksi sinar-X yang dihasilkan (Linerlinah, 2009). Dari hasil perhitungan ukuran butir dengan metoda *Scherrer* diperoleh nanopartikel yang disintesa dengan pemakaian PEG 200 sebanyak 6 ml, 12 ml, dan 18 ml, masing-masing memiliki ukuran butir rata-rata sebesar 31 nm, 29 nm, dan 26 nm. Meskipun ukuran butir nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan pemakaian PEG 200 sebanyak 18 ml memiliki ukuran paling kecil, namun berdasarkan hasil foto SEM (3.2c) teramati adanya penggumpalan partikel. Hal ini menunjukkan bahwa ada batas optimum jumlah pemakaian PEG yang dibutuhkan untuk melapisi atom-atom  $\text{TiO}_2$  secara sempurna. Karena jika terlalu banyak, maka PEG akan menutupi seluruh permukaan atom dan menghalangi terbentuknya butiran-butiran nano  $\text{TiO}_2$ , seperti terlihat pada Gambar 3c. Oleh karena itu dalam penelitian ini, optimasi temperatur *annealing* dilakukan pada pemakaian PEG sebanyak 12 ml.

### 3.1. Pengaruh Temperatur Annealing

Untuk melihat pengaruh temperatur terhadap perubahan struktur dan morfologi permukaan nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan metode *simple heating*, digunakan digunakan PEG 200 sebanyak 12 ml. Optimasi temperatur *annealing* dilakukan dengan memvariasikan temperatur dari 600 sampai 700°C. Gambar 4 dan 5 adalah pola XRD dan foto SEM dari nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan temperatur *annealing* masing-masing sebesar a) 600°C, b) 650°C, dan c) 700°C.



Gambar 4. Pola difraksi sinar-X dari nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan temperatur annealing masing-masing sebesar 600°C, 650°C, dan 700°C



Gambar 5. Foto SEM dari nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan temperatur annealing masing-masing sebesar  $600^\circ\text{C}$ ,  $650^\circ\text{C}$ , dan  $700^\circ\text{C}$

Dari Gambar 4 terlihat bahwa semakin besar temperatur *annealing*, semakin menurun intensitasnya puncak-puncak difraksi yang dihasilkan. Dari perhitungan metode *Scherrer* berdasarkan data XRD tersebut diperoleh ukuran butir nanopartikel untuk temperatur *annealing*  $600^\circ\text{C}$ ,  $650^\circ\text{C}$ , dan  $700^\circ\text{C}$  masing-masing diperoleh sebesar 29 nm, 42 nm, dan 47 nm. Terlihat bahwa semakin tinggi temperatur *annealing* semakin besar ukuran butir nanopartikel  $\text{TiO}_2$ . Hal ini disebabkan karena temperatur *annealing* yang tinggi dapat meningkatkan distribusi ion-ion PEG. Ion-ion PEG akan bermigrasi ke kisi-kisi struktur kristal sehingga menyebabkan terjadinya penggumpalan atom-atom titania, seperti terlihat pada Gambar 5b dan 5c. Dari hasil optimasi pemakaian PEG dan temperatur *annealing* tersebut di atas terlihat bahwa kondisi optimum diperoleh untuk nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesa dengan pemakaian PEG sebanyak 12 ml dan temperatur *annealing*  $600^\circ\text{C}$ .

#### Daftar Pustaka

- Abdullah, M. 2008. *Pengantar Nanosains*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Bandung.
- Agustina, T.E. 2009. Alternatif Pengolahan Air Limbah Industri Tekstil dengan Teknologi Bersih Hemat Energi: Suatu Tinjauan Pustaka. *Prosiding Added Value of Energy Resources (AVOER) 2009*. Palembang, 27-28 Juli 2009, 169-176.
- Agustina, T.E. dan Badewasta, H. 2009. Pengolahan Limbah Cair Industri Batik Cap Khas Palembang dengan Proses Filtrasi dan Adsorpsi. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia 2009*. Bandung, 19-20 Oktober 2009.

#### 4. Simpulan dan saran

Berdasarkan hasil analisa dapat disimpulkan bahwa semakin banyak jumlah pemakaian PEG 200 akan semakin kecil ukuran nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan, akan tetapi pada penggunaan PEG 18 ml teramati adanya gumpalan partikel. Selain itu, semakin tinggi temperatur *annealing* semakin besar ukuran butir nanopartikel  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan, sehingga pemakaian temperatur *annealing* yang rendah lebih baik di dalam sintesis nanopartikel dengan metode *simple heating*. Kondisi optimum sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dicapai dengan penggunaan PEG 200 sebanyak 12 ml dan temperatur *annealing*  $600^\circ\text{C}$ , dimana diperoleh nanopartikel  $\text{TiO}_2$  berukuran 29 nm.

#### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi yang telah mendanai penelitian ini melalui Hibah Bersaing tahun 2011.

- Agustina, T.E. 2011. "Pengolahan Air Limbah Pewarna Sintetis dengan Metode Adsorpsi Menggunakan Karbon Aktif". *Jurnal Rekayasa Sriwijaya*, No. 1 Vol. 20, 36-42.
- Agustina, T.E, Nurisman, E., Prasetyowati, Haryani, N., Cundari, L., Novisa, A. dan Khristina, O. 2011. Pengolahan Air Limbah Pewarna Sintetis dengan Menggunakan Reagen Fenton. *Prosiding Added Value of Energy Resources (AVOER) 2011*. Palembang, 26-27 Oktober 2011, 260-266
- Agustina, T.E. 2012. Degradasi Pewarna Sintetis Procion Biru Menggunakan Metode Fotokatalisis dengan bantuan Sinar Matahari. *Prosiding Added Value of Energy Resources (AVOER) 2012*. Palembang, 28-29 November 2012.
- Arslan-Alaton, I. 2004. "Advanced oxidation of textile industry dyes". In Parson, S. *Advanced Oxidation Processes for Water and Wastewater Treatment* (pp 302-328). IWA Publishing, London, UK.
- Astuti, F. 2004. *Pengolahan Limbah Cair Industri Batik dengan Koagulan dan Penyaringan*. Tesis. Program Pascasarjana Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta
- Kahovec, J., Fox, R.B., and Hatada, K. 2002. "Nomenclature of regular single-strand organic polymers". *Pure and Applied Chemistry*, 74. 1921-1956.
- Kuixiong, G. 1993. *Polyethylene glycol as an embedment for microscopy and histochemistry*. CRC Press, Oxfordshire, UK.
- Goldstein, J. 2003. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer. New York, USA
- Linerlinah, Abdullah, M dan Khairurrijal. 2009. "Sintesis nanokatalis CuO/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> untuk mengubah metanol menjadi hidrogen untuk bahan bakar kendaraan fuel cell". *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi, Edisi khusus*, 90-95.
- Manurung, R. 2002. "Perombakan Zat Warna Azo Reaktif dengan Proses Anaerob-Aerob." *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 14 No.6.
- Mujiadi, S. dan Nieke, K. 2001. "Kemampuan Koagulan Poli Aluminium Kloride untuk Menurunkan Warna Effluent Pengolahan Limbah PT Sier." *Jurnal Purifikasi*, 2, 271-276.
- Nguyen, V. 2009. "Research on TiO<sub>2</sub>-Based Photocatalyst Thin Film and Its Application in a Pilot-Scale Supply Water Treatment System". *Environment Asia*, 2. issue 1, 35-40.
- Pavasupree, S., Ngamsinlapasathian, S., Nakajima, M., Suzuki, Y., Yoshikawa, S. and Kawahata, R. 2006. "Synthesis, characterization, photocatalytic activity and dye sensitized solar cell performance of nanorods/nanoparticles TiO<sub>2</sub> with mesoporous structure". *J. Photochem. Photobio. A: Chem.*, 184, 163-169
- Perdana, F. A. 2009, Sintesis dan karakterisasi partikel nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dengan template PEG 1000, Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya
- Purwadi, T. 30 Juni 2004. Teknik Peresapan Alami : UPL Jenggot Jadi Percontohan di Jateng. Suara Merdeka
- Sudarjanto, G. 2008. *Penyisihan Zat Warna CIRO-16 serta Kinetikanya Menggunakan Kombinasi Proses Kontak Stabilisasi dan Adsorpsi Karbon Aktif Jenis Granular*. Thesis. Institut Teknologi Bandung, Bandung
- Sugiarto, A.T. 2009. Pengolahan Air Limbah dengan Teknologi Bersih. <http://task-list.blogspot.com/2008/03/pengolahan-air-limbah-dengan-teknologi.html>, diakses tanggal 6 Mei 2009.
- Utami, A. 22 September 1994. Industri-industri Penghasil Limbah B3. KOMPAS