

MODIFIKASI KARBON AKTIF DARI CANGKANG JENGKOL DENGAN TiO₂ UNTUK FOTODEGRADASI RHODAMIN B

MODIFICATION OF ACTIVATED CARBON FROM SHELLS OF JENGKOL WITH TiO₂ FOR PHOTODEGRADATION OF RHODAMINE B

Widya Rachmah Sari*, Noor Hindryawati, RR Dirgarini Julia Nurlianti Subagyono
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mulawarman
Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua, Samarinda, 75123, Indonesia
*E-mail: widywidya13@gmail.com

Received: 08 March 2019, Accepted: 01 August 2019

ABSTRACT

Modifying activated carbon from jengkol shells with TiO₂ to degrade Rhodamine B by UV irradiation has been done. Modification of KA-TiO₂ photocatalyst using the impregnation method. The photodegradation test of dyes was carried out with several parameters such as the variation of KA-TiO₂ catalyst weight and contact time. Photocatalyst characterization using X-ray diffraction (XRD), while for dye concentration using UV-Vis spectrophotometry. Diffractogram XRD shows that the activated carbon material after modification with TiO₂ metal is characterized by the emergence of typical TiO₂ peaks. The results showed that the highest percentage of Rhodamine B degraded by KA-TiO₂ was 94.11% with a contact time of 120 minutes and a catalyst weight of 1.5 grams.

Keywords: *Activated Carbon, TiO₂, Dyestuffs, Photodegradation, UV*

PENDAHULUAN

Senyawa zat warna tekstil yang dihasilkan umumnya dibuat dari senyawa azo. Jenis zat warna azo yang biasanya dipakai oleh para pengrajin tekstil adalah zat warna *Rhodamin B* yang merupakan zat warna mudah didapatkan dan relatif murah [1].

Metode fotokatalitik degradasi merupakan metode yang dapat mempercepat laju reaksi oksidasi maupun reduksi melalui reaksi fotokimia [2]. Metode tersebut efektif digunakan karena dapat menguraikan zat warna menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti H₂O dan CO₂ [3]. Metode ini dapat dilakukan dengan menggunakan katalis semikonduktor. Semikonduktor TiO₂ memiliki energi celah senilai 3,2 eV yang cocok digunakan untuk proses katalisis, tidak beracun, harganya terjangkau dan melimpah di alam [4].

Salah satu usaha untuk membuat fotokatalisis dengan cara distribusi ukuran lebih baik adalah dengan mendispersikan partikel semikonduktor pada material pendukung padat seperti kaca, silika, karbon aktif, lempung dan zeolit [5]. Karbon aktif merupakan padatan pendukung yang baik untuk mendispersikan semikonduktor karena karbon aktif memiliki fungsi ganda yaitu sebagai absorben serta

sebagai fotokatalis [1]. Karbon aktif dapat dibuat dari limbah biomassa mengandung karbon, salah satunya adalah limbah cangkang jengkol.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dilakukan penelitian mengenai proses fotodegradasi dengan penggunaan KA-TiO₂ menggunakan dua variasi yaitu berat dan waktu untuk degradasi zat warna *Rhodamin B*.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Peralatan yang digunakan terdiri dari peralatan gelas kaca, *bulp*, *hot plate*, labu alas leher 1, pipa kondensor, *shaker*, reaktor uji fotokatalitik, lampu UV (himawari 10 watt), *magnetic Stirrer*, batang pengaduk, spatula, neraca analitik, ayakan 100 mesh, oven, *furnace*, *ultrasonic cleaner* (Delta D86H), sonikator, reaktor fotokatalis, FT-IR Shimadzu NPCCA-601, XRD Shimadzu 700 dan Spektrofotometer UV-Vis Evolution 201.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah cangkang jengkol, aquades, larutan HCl 4 N, padatan TiO₂ (*Merck German*), padatan

Rhodamin B, larutan *methylene blue*, limbah kain tenun Samarinda (LKTS) berwarna merah.

Prosedur Penelitian

Preparasi karbon aktif dengan cangkang jengkol

Preparasi karbon aktif dari cangkang jengkol dimulai dari tahap karbonisasi dan aktivasi. Karbonisasi cangkang jengkol dilakukan dengan cara dibakar dengan tanur pada suhu 350°C selama 1 jam dan aktivasi karbon aktif menggunakan paparan gelombang ultrasonik pada suhu 30°C selama 60 menit dan dilanjutkan dengan pencucian karbon aktif menggunakan aquades hingga pH netral [6].

Preparasi TiO₂

TiO₂ diaktifasi dengan cara dipanaskan pada temperatur 500°C menggunakan oven selama 2 jam.

Pembuatan modifikasi karbon aktif dengan logam TiO₂

Modifikasi fotokatalisis KA-TiO₂ dibuat dengan perbandingan TiO₂ dan Karbon aktif (5:1) [7]. TiO₂ dan karbon aktif selanjutnya dicampurkan ke dalam aquades, kemudian diletakkan dalam sonikator selama 30 menit dengan suhu 60°C dan disaring. Setelah itu KA-TiO₂ dikeringkan dalam oven dengan suhu 150°C selama 6 jam.

Karakterisasi KA-TiO₂

Penentuan luas permukaan karbon aktif

Rumus menentukan luas permukaan karbon aktif sebagai berikut.

$$X_m = \frac{(C_0 - C_e) \times V \text{ larutan (L)}}{\text{Massa karbon aktif (gram)}}$$

Keterangan:

C₀ = Konsentrasi awal

C_e = Konsentrasi akhir

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

Keterangan:

S = luas permukaan adsorben (m²/g)

X_m = berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)

N = bilangan Avogadro (6,002 x 10²³ mol⁻¹)

A = luas permukaan oleh satu molekul *methylene blue* (197.10⁻²⁰ m²)

M_r = massa molekul relatif *methylen blue* (319,86 g/mol) [8]

Pengujian luas permukaan dimulai dengan pengujian angka gelombang adsorpsi maksimum dan pembuatan kurva standar dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis [8].

Sebanyak 50 mL larutan *methylene blue* 300 ppm ditambahkan pada karbon aktif 0,3 gram ke dalam gelas kimia dan ditutup aluminium foil. Selanjutnya dihomogenkan dengan menggunakan *shaker* selama 60 menit. Kemudian disaring dan filtratnya diukur menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Hasil absorbansi digunakan untuk menentukan konsentrasi.

Fotodegradasi pada zat warna Rhodamin B

KA-TiO₂ sebanyak 1, 1,5 dan 2 gram dimasukkan ke dalam masing-masing 10 mL sampel zat warna *Rhodamin B* 100 ppm. Campuran kemudian dilakukan penyinaran lampu UV 10 watt dalam ruang tertutup dengan waktu kontak diatur selama berturut-turut yaitu 60; 120; 180 menit yang didapatkan dengan pengadukan menggunakan *shaker* agar reaksi fotokatalitik merata. Kemudian larutan KA-TiO₂ dan *Rhodamin B* dipisahkan dengan cara sentrifugasi selama 20 menit. Konsentrasi *Rhodamin B* selanjutnya diukur dengan menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang maksimum [9].

Pengolahan Data

Penentuan Persen Degradasi *Rhodamin B* dengan menggunakan rumus berikut.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100\%$$

Keterangan:

% Degradasi = nilai persen degradasi *Rhodamin B*

C₀ = konsentrasi awal *Rhodamin B*

C = konsentrasi akhir *Rhodamin B* pada t menit

Setelah didapatkan nilai persen degradasi, kemudian dibuat grafik waktu kontak *versus* persen degradasi dan grafik berat katalis *versus* persen degradasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Karbon Aktif dari Cangkang Jengkol

Preparasi karbon aktif dari cangkang jengkol dimulai dari proses karbonasi yang bertujuan untuk mengubah limbah cangkang jengkol menjadi karbon, karbonasi dilakukan pada suhu 350°C selama 1 jam, karena pada suhu tersebut dapat menghasilkan karbon dengan nilai persen rendemen optimum. Pada penelitian ini, tahap karbonasi menghasilkan produk karbon berwarna hitam pekat dan tidak berbau dengan nilai persen rendemen sebesar 18,15%.

Pada proses aktivasi karbon, digunakan paparan gelombang ultrasonik pada suhu 30°C selama 30 menit. Karena aktivasi tersebut dapat

mengangkat zat pengotor/oksida logam yang menutupi pori sehingga dapat dihasilkan karbon dengan luas permukaan yang lebih besar [6].

Modifikasi dan Karakterisasi Karbon aktif dengan Logam TiO₂

Sebelum karbon aktif dimodifikasi dengan TiO₂, dilakukan preparasi TiO₂ terlebih dahulu untuk menghilangkan *moisture* yang ada di dalam TiO₂. Suhu pemanasan 500°C mampu menghilangkan *moisture* di dalam TiO₂ dan merubah struktur TiO₂ yang masih dalam bentuk amorf menjadi kristalin agar struktur TiO₂ yang digunakan memiliki aktivitas fotokatalis yang baik [10].

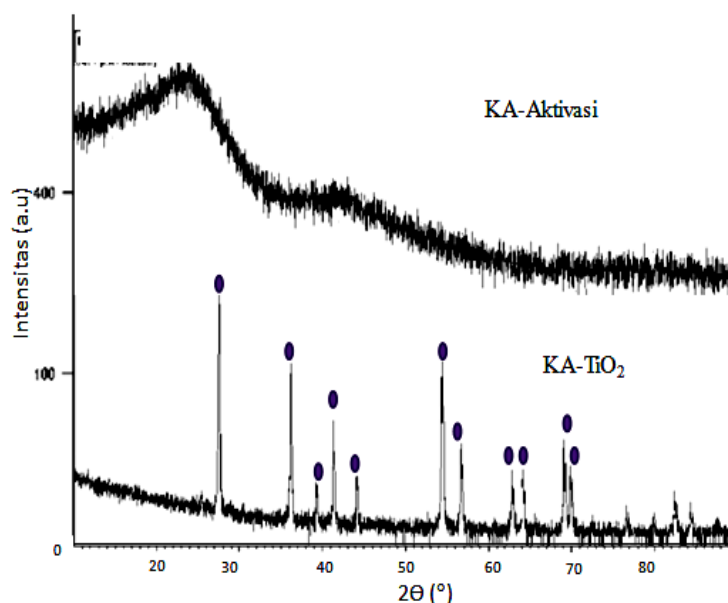
Modifikasi karbon aktif dengan logam TiO₂ dilakukan dengan perbandingan karbon aktif dan TiO₂ 1:5. Perbandingan tersebut merupakan perbandingan optimum yang dapat memberikan produk dengan karakteristik kimia dan fisika yang paling baik[7]. Selanjutnya proses refluks dilanjutkan dengan sonikator agar pencampuran material lebih maksimal dan mengurangi terjadinya penggumpalan. Luas permukaan material karbon sebelum dan sesudah diaktivasi serta karbon aktif termodifikasi TiO₂ ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil luas permukaan karbon sebelum dan sesudah aktivasi serta karbon aktif termodifikasi TiO₂

| Sampel | Luas Permukaan (m ² /g) |
|---------------------|------------------------------------|
| Karbon | 55,633 |
| Karbon aktif (KA) | 118,871 |
| KA-TiO ₂ | 80,521 |

Berdasarkan data pada tabel 1, aktivasi karbon meningkatkan luas permukaan material 53% lebih besar dari luas permukaan sebelum aktivasi. Namun, setelah dilakukan modifikasi dengan TiO₂ (KA-TiO₂) luas permukaan material menjadi berkurang sebesar 32% dengan nilai luas permukaan 80,521 m²/g yang menandakan bahwa TiO₂ telah tersisipkan pada material karbon aktif. Untuk mengetahui berhasil atau tidaknya pembuatan komposit KA-TiO₂ maka dilakukan karakterisasi menggunakan XRD.

Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui perbandingan struktur kristal katalis antara karbon aktif sebelum modifikasi dan karbon aktif yang telah dimodifikasi dengan TiO₂.



Gambar 1. Difraktogram karbon aktif sebelum modifikasi dan setelah dimodifikasi dengan TiO₂ (nilai 2θ)

Pada pola difraksi karbon aktif sebelum modifikasi tidak menunjukkan adanya puncak tajam, yang menandakan bahwa karbon aktif tidak berbentuk kristal, tetapi berbentuk amorf sesuai dengan data JCPDS, No. 00-023-0064.

Pada KA-TiO₂ diperoleh data yang menunjukkan bahwa karbon aktif telah terimpregnasi dengan baik oleh TiO₂, hal ini ditunjukkan adanya

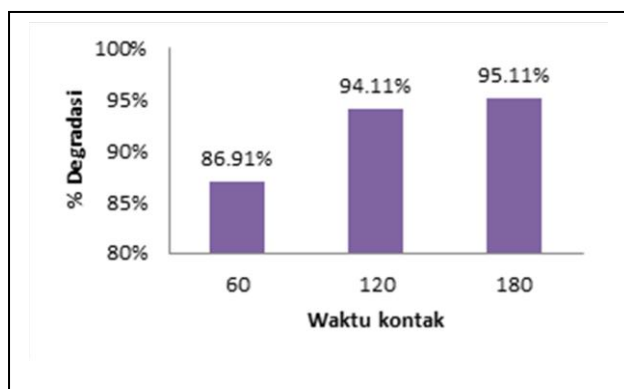
puncak-puncak pada difraktogram yang menandakan keberadaan TiO₂ dengan struktur rutil.

Pada kedua data XRD yang didapatkan maka dapat disimpulkan bahwa material karbon aktif telah berhasil dimodifikasi dengan logam TiO₂, yang ditandai dengan adanya perubahan struktur karbon aktif yang amorf menjadi kristalin ketika dilakukan penambahan logam TiO₂ dan adanya puncak khas

TiO₂ pada sampel karbon aktif termodifikasi pada hasil pembacaan aplikasi *MATCH!*. Difraksi dari TiO₂ rutil terdapat pula pada data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) atau ICDD (*The International Centre for Diffraction Data*) no. 21-1276.

Fotodegradasi pada Zat Warna Rhodamin B menggunakan KA-TiO₂

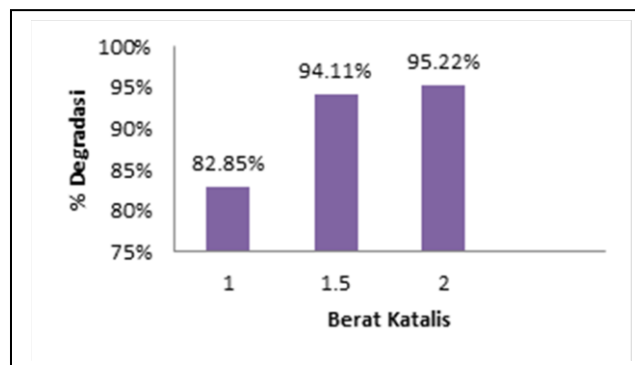
Dari gambar 2. didapatkan data persentase degradasi yang meningkat seiring dengan bertambahnya waktu kontak yang diberikan. Pada waktu kontak 60 menit, didapatkan persentase degradasi sebesar 86,91% dan terus meningkat hingga waktu kontak 120 menit mencapai 94,11%. Peningkatan nilai persen degradasi disebabkan oleh lama penyinaran yang merupakan salah satu faktor penyebab kenaikan persen degradasi zat warna. Semakin lama waktu penyinaran maka akan meningkatkan energi *foton* yang dihasilkan [11].



Gambar 2. Kurva waktu optimum degradasi Rhodamin B dengan berat katalis 1,5 gram dan konsentrasi Rhodamin B 100 ppm

Selanjutnya, dilakukan variasi berat katalis (%) untuk melihat efektifitas dari katalis dalam mendegradasi zat warna Rhodamin B, seperti yang dapat dilihat pada gambar 3.

Dari gambar 3 dapat dilihat bahwa pada variasi berat katalis 1 gram memiliki persentase degradasi terendah yakni senilai 82,85%, dan 1,5 gram memiliki persentase degradasi yang meningkat menjadi 94,11%, sedangkan untuk variasi berat katalis 2 gram memiliki kenaikan persentase degradasi yang tidak berbeda jauh yaitu 95,22%. Dengan jumlah berat katalis 1 gram tidak efektif mendegradasi zat warna karena situs aktif pada katalis tidak cukup untuk proses fotodegradasi zat warna dengan waktu 120 menit. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada uji fotodegradasi zat warna Rhodamin B menunjukkan keadaan berat optimum katalis pada 1,5 gram.



Gambar 3. Kurva berat optimum degradasi Rhodamin B 100 ppm selama 120 menit

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa modifikasi karbon aktif dengan logam TiO₂ ditandai dengan puncak khas TiO₂ berbentuk rutil.

Fotodegradasi zat warna Rhodamin B 100 ppm diperoleh berat katalis optimum 1,5 gram dengan lama penyinaran selama 120 menit dengan persentase degradasi sebesar 94,11%.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Cahyadi, W. 2008. *Analisis & aspek kesehatan bahan tambahan pangan*. Bumi aksara: Jakarta.
- [2] Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi, Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, IPB, Bogor*.
- [3] Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S. 2006. Modifikasi zeolit alam lampung dengan fotokatalis tio₂ melalui metode sol-gel dan aplikasinya untuk penyisihan fenol. *Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia..*
- [4] Joshi, A., & Shirivastva, J. 2010. *Electrochemistry: Nanoelectrochemistry*. Inggris: Royal Society of Chemistry Publishing.
- [5] Tayade, R., Kulkarni, Jasra. 2007. Enhanced photocatalytic activity of TiO₂-Coated NaY and HY zeolites for the degradation of methylene blue in water. *Ind. Eng. Chem. Res.* 46:369-37.
- [6] Hariati. 2017. Pembuatan Karbon Aktif dari Cangkang Jengkol (*Pithecellobium lobatum*) Melalui Bantuan Gelombang Ultrasonik Sebagai Bahan Penyimpan Energi Elektrokimia. *Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA UNMUL*.

- [7] Riyani, K., dan Setyaningtyas, T. 2011. Pengaruh karbon aktif terhadap aktivitas fotodegradasi zat warna pada limbah cair industri tekstil menggunakan fotokatalis TiO₂. *FMIPA Kimia Universitas Jenderal Soedirman*. 6(2), 113–122.
- [8] Labanni. 2015. Sintesis dan karakteristik karbon nanopori ampas Tebu (*Saccharum officinarum*) dengan aktivator ZnCl₂ melalui iradiasi ultrasonik sebagai bahan penyimpan energi elektrokimia. *Jurnal: Jurusan Kimia, Universitas Hasanuddin, Makassar*.
- [9] Indramawan, R. 2016. Preparasi dan karakterisasi komposit CuO-zeolit alam untuk fotodegradasi zat warna Congo Red dengan sinar ultraviolet. *Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*.
- [10] Rofiatun, N. 2013. Preparasi dan karakterisasi titanium dioksida dalam lingkungan basa kuat natrium hidroksida. *Skripsi, Yogyakarta: Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta*.
- [11] Andari, D.N., dan Wardhani, S. 2014. Fotokatalis TiO₂-Zeolit untuk degradasi metilen biru. *Chem. Prog.*