

Karakterisasi Hasil Sintesis Fotokatalis TiO₂ dengan Metode Sol-Gel dan Hidrothermal untuk Aplikasi Limbah Petroleum

Manja Nanda Resa, Hasmalina Nasution, Zumrotun Nasihah, Tengku Finalia, Laila Rahmadanis, Prasetya, Rahmadini Syafri, Sri Hilma Siregar

Program Studi Kimia, FMIPA dan Kesehatan, Universitas Muhammadiyah Riau, Jl. Tuanku Tambusai No.72 Pekanbaru, Indonesia, 28124

*Correspondence e-mail: hasmalinanst@umri.ac.id

Abstract

Petroleum waste (crude oil) has become one of the sources of pollution in the sea. The pollution caused comes from several factors, oil spills from tankers, deliberate disposal of irresponsible industries. The layer of crude oil on the surface of the air holds back gas exchange from the atmosphere and reduces the solubility of oxygen in the waters so that it interferes with the respiration and photosynthesis processes in phytoplankton which are food producers in the sea. This study aims to characterize the synthesized TiO₂ photocatalyst material using two methods, namely Sol-Gel (SG) and Hydrothermal (HD) which will then be used for applications in petroleum waste. To determine effectiveness of TiO₂ photocatalyst in reducing crude oil spills on the sea surface based on fatty oil parameter tests. The synthesis of TiO₂ was carried out by the solgel method (SG) and the hydrothermal method (HD) at various temperatures of 300 °C, 500 °C, and 700 °C. Characterization of the material formed using the SEM-EDX instrument, showed that in general it is spherical in shape, and is composed of C, O and Ti elements. The maximum effectiveness of SG-300, SG-500, and SG-700 was able to reduce fat oil content by 57.19%, 66.14% and 41.42% while HD-300, HD-500, and HD-700 were able to reduce fatty oil content. maximum of 60.87%, 56.41% and 45.68% in the 120 minute irradiation time. The results showed that the photodegradation process in petroleum waste treatment using TiO₂ material was able to reduce the fat oil content.

Keywords: Photocatalyst, TiO₂, petroleum, Solgel, Hydrothermal

Abstrak

Limbah Petroleum (minyak Mentah) telah menjadi salah satu sumber pencemaran di Laut. Pencemaran yang ditimbulkan berasal dari beberapa factor tumpahan minyak dari tanker, pembuangan sengaja dari industry yang tidak bertanggung jawab. Lapisan minyak mentah yang berada di permukaan udara menahan pertukaran gas dari atmosfer dan mengurangi kelarutan oksigen dalam perairan sehingga mengganggu proses respirasi dan fotosintesis pada fitoplankton yang merupakan produsen makanan di laut. Penelitian ini bertujuan melakukan karakterisasi material Fotokatalis TiO₂ yang disintesis dengan menggunakan dua metode yaitu Sol-Gel (SG) dan Hidrothermal (HD) yang selanjutnya akan digunakan untuk aplikasi pada limbah petroleum. Pada penelitian ini, bertujuan untuk mengetahui efektivitas fotokatalis TiO₂ dalam mengurangi tumpahan minyak mentah pada permukaan air laut berdasarkan uji parameter minyak lemak. Sintesis TiO₂ yang dilakukan dengan metode solgel (SG) dan metode hidrotermal (HD) pada variasi suhu 300 °C, 500 °C, dan 700 °C. Karakterisasi material yang terbentuk menggunakan instrumen SEM-EDX, menunjukkan bahwa pada umumnya berbentuk seperti bola (bulat), dan tersusun atas unsur C, O dan Ti. Efektivitas maksimal SG-300, SG-500, dan SG-700 mampu menurunkan kadar minyak lemak sebesar 57,19%, 66,14% and 41,42% sedangkan HD-300, HD-500, dan HD-700 mampu menurunkan kadar minyak lemak maksimal sebesar 60,87%, 56,41% and 45,68% dalam rentang waktu penyinaran 120 menit. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada proses fotodegradasi pada pengolahan limbah petroleum menggunakan material TiO₂ mampu menurunkan kadar minyak lemak.

Kata kunci Fotokatalis, TiO₂, petroleum, Solgel, Hidrotermal

1. Pendahuluan

Pencemaran minyak di perairan paling sering terjadi dibandingkan di darat dan sangat memprihatinkan. Lingkungan laut merupakan suatu sistem yang terus menerus berubah secara dinamis, selain menyediakan tempat rekreasi yang indah dan suatu laboratorium untuk mempelajari segala kehidupan di dunia. Tetapi dalam persepsi umum sejak dahulu laut selalu dipandang sebagai tempat terakhir yang cocok untuk pembuangan limbah yang dihasilkan manusia dan anggapan bahwa volume lautan dunia sangat luas

Received: 12 Maret 2022, Accepted: 24 Agustus 2022 - Jurnal Photon Vol.12 No.2

DOI: <https://doi.org/10.37859/jp.v12i2.3473>

PHOTON is licensed under a [Creative Commons Attribution-ShareAlike 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

mempunyai kemampuan yang tidak terbatas untuk menyerap limbah tersebut (Kuncowati, 2010).

Polusi dari tumpahnya minyak di laut merupakan sumber pencemaran laut yang selalu menjadi fokus perhatian masyarakat luas, karena akibatnya sangat cepat dirasakan oleh masyarakat sekitar pantai dan sangat signifikan merusak makhluk hidup di sekitar pantai tersebut. Pencemaran minyak semakin banyak terjadi sejalan dengan semakin meningkatnya permintaan minyak untuk dunia industri yang harus diangkut dari sumbernya yang cukup jauh, meningkatnya jumlah anjungan-anjungan pengeboran minyak lepas pantai. Dan juga karena semakin meningkatnya transportasi laut (Kuncowati, 2010).

Aplikasi bioremediasi polutan minyak bumi di laut dapat dibantu dengan penambahan dispersan yang dapat mengemulsikan minyak. Namun cara ini hanya dapat mengurangi 50% minyak yang tumpah di laut, termasuk dispersi alami, Dispersan juga berpotensi menimbulkan dampak negatif terhadap beberapa organisme laut. Besarnya dampak yang ditimbulkan juga tergantung dari jenis organisme yang terpapar, dosis dan waktu pemaparan, jenis dispersan, dan minyak yang didispersikan (Lestari, 2017).

Berdasarkan permasalahan diatas, maka dilakukan penelitian dan pengujian aktivitas terhadap fotokatalis TiO_2 sebagai fotodegradasi limbah tumpahan minyak mentah (*Crude Oil*) dilaut menggunakan metode Hydrothermal – Sol-gel. Menurut Wardiyati (2014), titanium dioksida (TiO_2) merupakan bahan semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalis, sel surya, sensor biologis dan gas, serta pigmen cat. Sebagai bahan fotokatalis, TiO_2 telah memperlihatkan kinerja yang baik dalam mendegradasi berbagai polutan organik dalam air seperti pestisida dan pelarut organik, zat pewarna tekstil, bahkan dapat digunakan untuk membunuh mikroba dalam air.

Pada penelitian ini, bertujuan untuk mengetahui efektivitas fotokatalis TiO_2 yang disintesis dengan metode sol gel dan hidotermal pada variasi suhu 300 °C, 500 °C dan 700 °C dalam mengurangi substansi limbah *petroleum* pada permukaan air laut berdasarkan uji parameter minyak lemak.

2. Metodologi

2.1. Preparasi Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan erlenmeyer, beaker glass, cawan crucible, kertas saring whatman no.42, magnetik stirrer, reaktor batch, Lampu UV ($\lambda = 352$), dan Lampu UV ($\lambda = 253$), XRD, dan SEM. Bahan yang digunakan antara lain $TiCl_4$, TTIP, etanol, Isopropil alcohol, HCl, N-Heksan, Na_2SO_4 , aquadest

2.2. Sintesis Material TiO_2

Dalam proses sintesis sol-gel, larutan prekursor terdiri dari $TiCl_4$ (*Titanium tetrachlorida*) dan etanol absolut dengan perbandingan 1: 10 diaduk pada kecepatan 1200 rpm selama 4 jam pada suhu kamar untuk meningkatkan homogenitas dan stabilitas bubur. Sol yang terbentuk didiamkan dalam kondisi suhu kamar selama 18 jam, disonikasi selama 30 menit dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 7 jam. Serbuk yang disiapkan kemudian dikenakan suhu kalsinasi yang tinggi pada 300 °C, 500 °C, dan 600 °C selama 2 jam untuk mendapatkan TiO_2 (Dodoo-Arhin, D. et al. 2018).

Dalam teknik hidrothermal, 10 mL TTIP (*Titanium Isopropoksida*) ditambahkan ke 100 mL isopropil alkohol dengan pengadukan magnet konstan pada 1200 rpm selama sekitar 10 menit untuk homogenitas. 10 mL air suling ditambahkan perlahan dengan kecepatan 2 mL / menit dan larutan selanjutnya diaduk pada 1200 rpm selama 10 menit. Larutan yang dihasilkan kemudian didiamkan pada kondisi suhu kamar selama 24 jam. Setelah sonikasi sol selama 10 menit dipindahkan ke autoclave pada suhu 120 °C selama 8 jam. Kemudian didinginkan, setelah pendinginan hingga suhu kamar TiO_2 yang telah disiapkan dikalsinasi pada suhu 300 °C, 500 °C dan 600 °C selama 2 jam untuk mendapatkan TiO_2 (Dodoo-Arhin, D. et al. 2018).

2.3. Karakterisasi TiO_2

Received: 12 Maret 2022, Accepted: 24 Agustus 2022 - Jurnal Photon Vol.12 No.2

DOI: <https://doi.org/10.37859/jp.v12i2.3473>

PHOTON is licensed under a [Creative Commons Attribution-ShareAlike 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

TiO₂ yang telah disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk menentukan sifat struktur kristal, mikrostruktur, permukaan dan porositas. Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terdapat pada komposit, sedangkan karakterisasi SEM untuk mengetahui morfologi material yang berhasil disintesis.

2.4. Uji Fotodegradasi

a. Variasi massa

Uji fotodegradasi dilakukan terhadap sampel simulasi dengan perbandingan minyak : oli (1:20 v/v) didalam 1,5 L air kemudian campuran diaduk secara magnetis selama 30 menit. Kemudian tambahkan 0.4 g, 0.8 g dan 1.2 g masing-masing TiO₂ yang berhasil disintesis. Campuran tersebut kemudian dimasukkan kedalam fotoreaktor untuk diaduk dan disinari dibawah lampu UV selama 1,5 jam. Langkah tersebut kemudian diulangi untuk variasi tanpa sinar UV. Selanjutnya dilakukan pengujian minyak lemak mengikuti prosedur SNI 6989.10:2011.

b. Variasi waktu

Sampel simulasi dengan perbandingan yang sama ditambahkan TiO₂ yang berhasil disintesis dengan massa optimum. Campuran tersebut kemudian dimasukkan ke dalam fotoreaktor untuk diaduk dan disinari dibawah lampu UV dengan variasi selama 1 jam, 1,5 jam dan 2 jam. Langkah tersebut kemudian diulangi untuk variasi tanpa sinar UV. Selanjutnya dilakukan pengujian minyak lemak mengikuti prosedur SNI 6989.10:2011.

2.5. Uji Parameter

a. Parameter minyak lemak

Sampel yang sudah ditreatment kemudian dilakukan analisa minyak lemak sesuai dengan prosedur SNI 6989.10:2011 mengenai pengujian minyak dan lemak secara gravimetri. Kadar minyak dan lemak yang tersisa didalam sampel dihitung dengan persamaan:

$$\text{kadar minyak lemak (mg. L}^{-1}\text{)} = \frac{W_1 + W_2}{V} \times 1000 \quad (1)$$

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Sintesis TiO₂

Sintesis TiO₂ dilakukan dengan metode Sol Gel dan Hidrothermal dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Muhammadiyah Riau, Pekanbaru. Rendemen hasil sintesis TiO₂ dari beberapa variasi suhu kalsinasi ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Rendemen Hasil Sintesis

Variasi Kalsinasi	Solgel	Hidrotermal
300 °C	87.87 %,	90.92 %,
500 °C	79.88 %	88.01 %
700 °C	87.44 %,	93.62 %

Proses sol-gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid membentuk fasa cair kontinyu. Sintesis TiO₂ dengan metode sol-gel diawali dengan melarutkan TiO₂. Kemudian diaduk menggunakan stirer dengan kecepatan stabil selama 4 jam hingga membentuk endapan

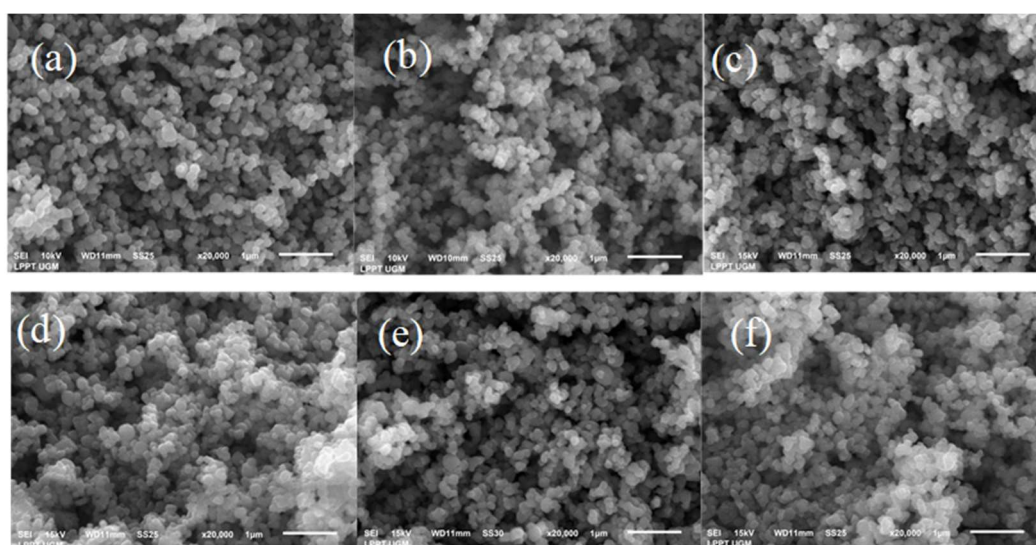
gel berwarna putih, setelah diaduk dидiamkan selama 18 jam. Endapan yang terbentuk, kemudian di oven selama 3 jam pada suhu 100 °C, dan kemudian dikalsinasi pada suhu yang berbeda. Proses kalsinasi bertujuan untuk memperoleh fasa kristal logam oksida.

Perlakuan hidrotermal bertujuan memicu pertumbuhan inti kristal, serta membentuk keseragaman susunan partikel. Perlakuan hidrotermal dapat menghasilkan struktur *anatase* dan meningkatkan kristalinitas kristal serta memperkecil ukuran kristal.

Suhu kalsinasi yang digunakan pada penelitian ini adalah 300 °C, 500 °C dan 700 °C. Pelepasan air bebas (H₂O) dan terikat (OH) berlangsung sekitar suhu 100 °C hingga suhu 300 °C, Pelepasan gas-gas berlangsung sekitar suhu 500 °C -600 °C dan pada tahap ini disertai terjadinya pengurangan berat yang cukup berarti, Pada suhu lebih tinggi, sekitar 700 °C – 800 °C struktur kristalnya sudah terbentuk.

3.2. Hasil Karakterisasi

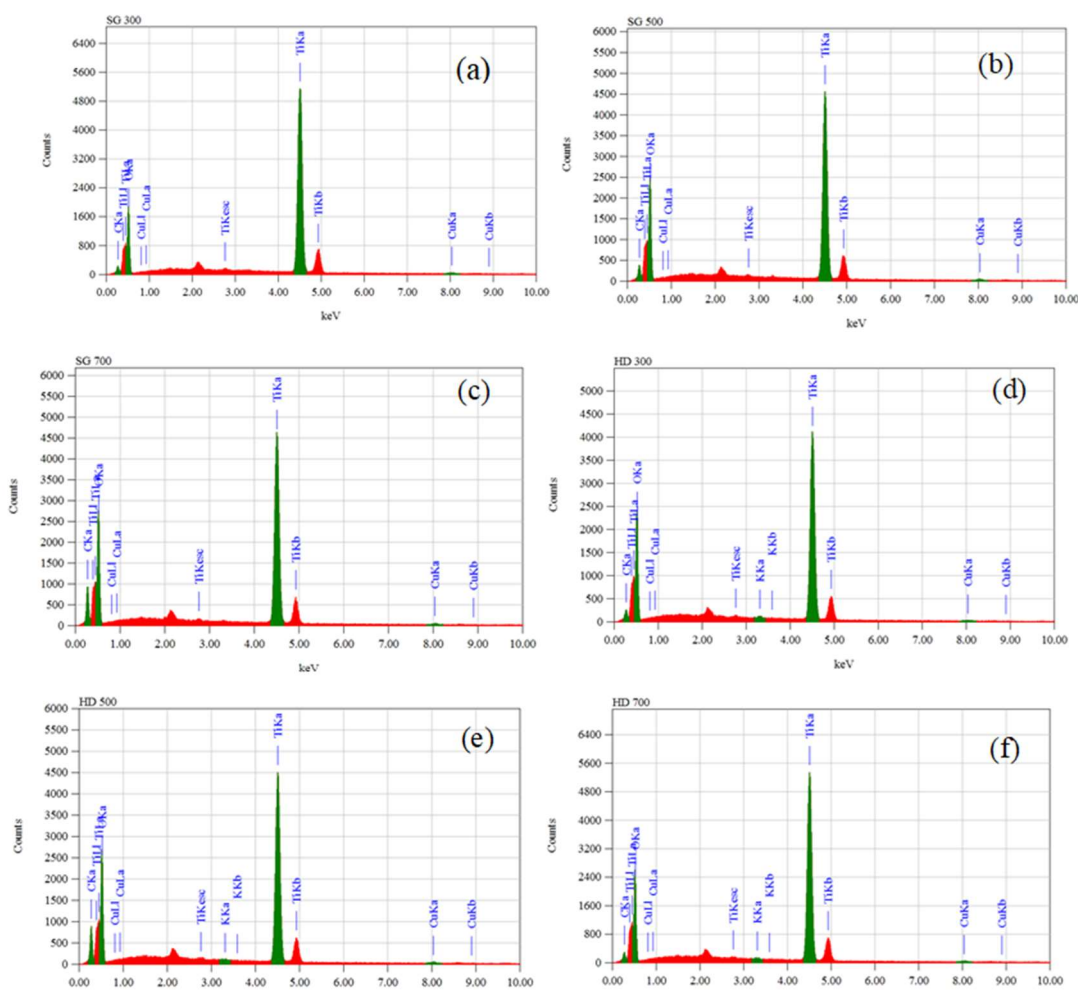
Hasil karakterisasi SEM terhadap material fotokatalis TiO₂ yang berhasil disintesis dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Hasil karakterisasi SEM (a) SG-300, (b) SG-500, (c) SG-700, (d) HD-300, (e) HD-500, (f) HD-700

Gambar tersebut menunjukkan morfologi dari material fotokatalis SG-300, SG-500, SG-700, HD-300, HD-500 dan HD-700 menggunakan instrumen SEM pada perbesaran 20.000 x. Tujuan dilakukan pengujian SEM adalah untuk mengetahui struktur mikro dari spesimen uji atau material uji. Dari hasil, terlihat bahwa material fotokatalis yang disintesis dengan metode sol gel dan hidrotermal pada umumnya berbentuk seperti *spherical* (bulat). Ketiga variasi temperatur yang digunakan mampu mempertahankan bentuk partikel yang dimiliki oleh serbuk TiO₂. Namun, variasi suhu kalsinasi yang digunakan memberikan perbedaan ukuran partikel. Menurut Listanti, *et.al* (2018), hal ini terjadi dikarenakan tingginya suhu kalsinasi, dimana jika suhu kalsinasi semakin tinggi maka kemungkinan terjadi aglomerasi akan semakin besar dan ukuran partikel juga akan semakin besar yang mendekati ~100 nm

Proses kalsinasi merupakan peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi penyusutan komponen, dan diikuti oleh pertumbuhan grain serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat/kompak (Widianti, 2015). Hasil karakterisasi EDX dapat dilihat pada Gambar 2 berikut



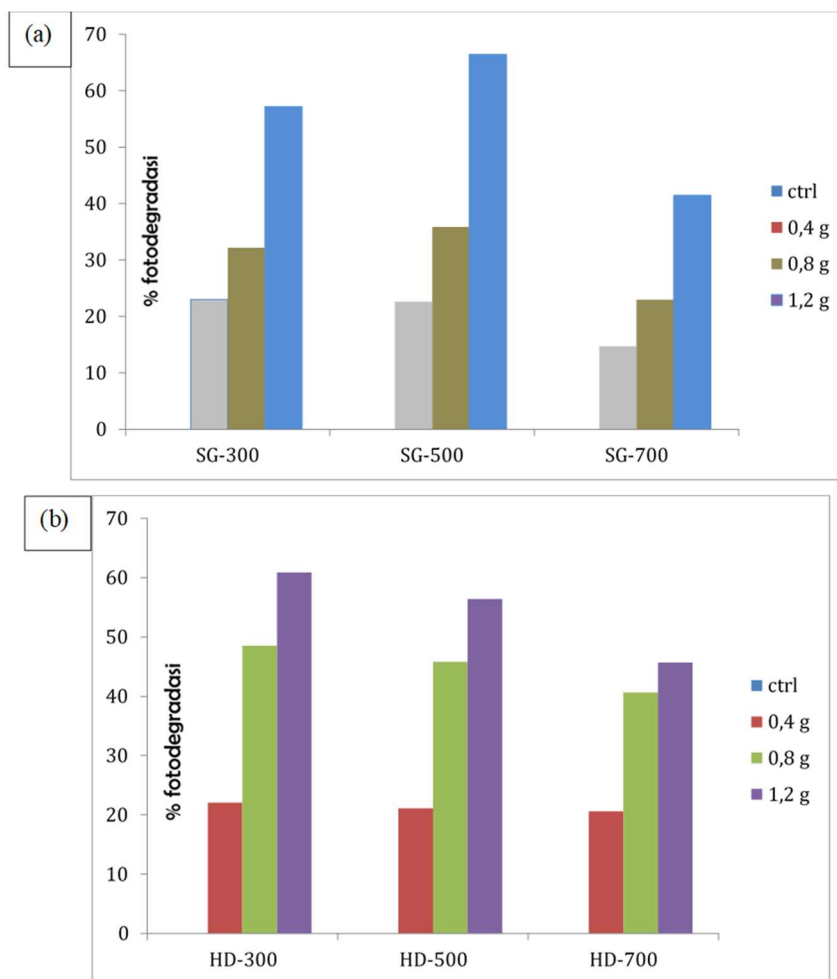
Gambar 2. Hasil karakterisasi EDX (a) SG-300, (b) SG-500, (c) SG-700, (d) HD-300, (e) HD-500, dan (f) HD-700.

Berdasarkan hasil pengamatan EDX (*Energy Dispersion X-Ray Spectroscopy*) terlihat bahwa pada material fotokatalis TiO_2 yang berhasil disintesis mengandung komponen unsur Ti, O, dan sedikit C. Menurut Wiyono *et. al* (2018), unsur lain yang terdapat pada material fotokatalis salah satunya adalah karbon yang berasal dari persenyawaan karbon sisa pelarut organik yang tidak teroksidasi pada saat proses kalsinasi. Pada proses sintesis, pelarut organik yang digunakan ialah etanol dan isopropil alkohol.

Pada SG-300, mengandung unsur C sebesar 2,39 %, Ti sebesar 57,39 %, dan O sebesar 38,39 %. Pada SG-500, mengandung unsur C sebesar 4,17 %, Ti sebesar 49,09 %, dan O sebesar 44,95 %. Pada SG-700, mengandung unsur C sebesar 9,78 %, Ti sebesar 44,21 %, dan O sebesar 44,60 %. Sedangkan pada HD-300, mengandung unsur C sebesar 2,74 %, Ti sebesar 48,71 %, dan O sebesar 47,70 %. Pada HD-500, mengandung unsur C sebesar 9,28 %, Ti sebesar 44,42 %, dan O sebesar 44,58 %, dan pada HD-700, mengandung unsur C sebesar 2,62 %, Ti sebesar 52,25 %, dan O sebesar 43,73 %.

2.3. Hasil Uji Fotodegradasi

Hasil analisis pengaruh variasi massa fotokatalis terhadap kadar minyak lemak sisa dapat dilihat pada **Gambar 3**.

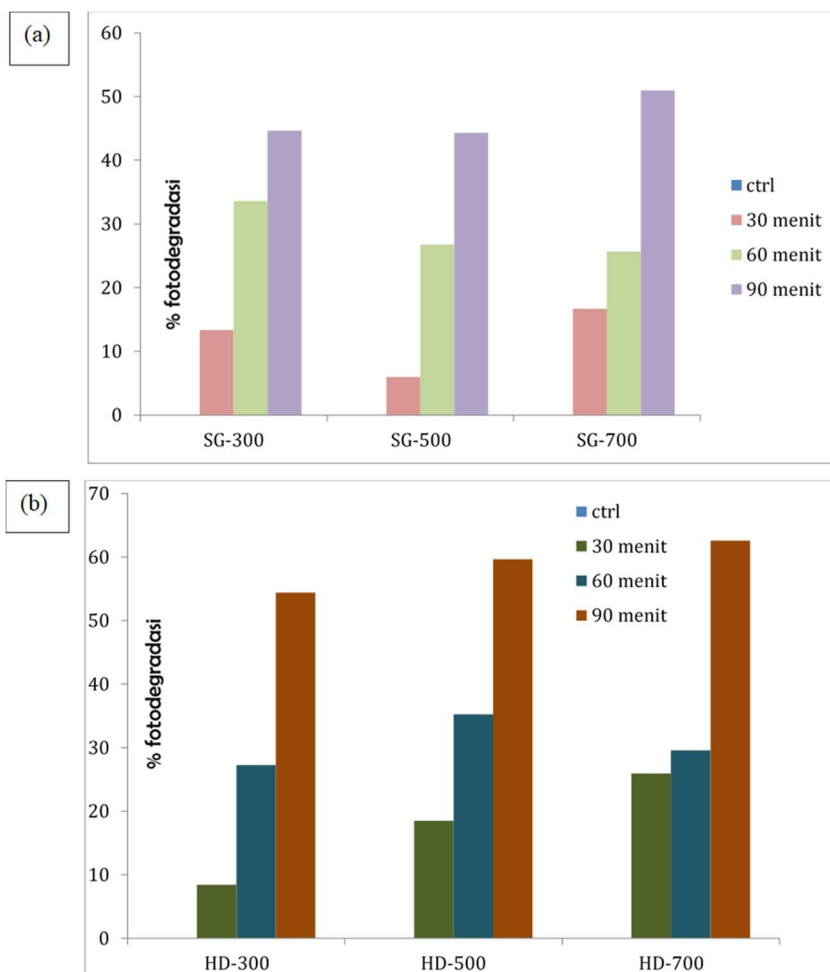


Gambar 3. Variasi massa fotokatalis terhadap kadar minyak lemak sisa

Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada fotokatalis jika dikenai suatu energi foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya hole (lubang elektron) yang dapat berinteraksi membentuk radikal. Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa target (Kurniadi, 2000).

Hasil analisis fotodegradasi dengan pengaruh variasi massa terhadap kadar minyak lemak, terlihat bahwa mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya massa fotokatalis yang digunakan. Ini disebabkan oleh semakin banyak OH^* yang terlibat dalam proses fotodegradasi sampel tersebut.

Hasil analisis pengaruh variasi waktu fotokatalis terhadap kadar minyak lemak sisa dapat dilihat pada **Gambar 4**. dibawah ini



Gambar 4. pengaruh variasi waktu fotokatalis terhadap kadar minyak lemak sisa/

Berdasarkan hasil analisis pada variasi waktu menunjukkan %fotodegradasi yang meningkat seiring dengan lamanya waktu penyinaran fotokatalis, artinya semakin lama waktu kontak, kadar minyak lemak pada sampel yang digunakan semakin menurun. Peningkatan %fotodegradasi seiring dengan semakin lama waktu kontak yang digunakan, dipengaruhi oleh banyaknya energi yang dihasilkan untuk eksitasi elektron yang disebabkan oleh penyinaran dengan sinar UV pada panjang gelombang 365 nm.

4. Kesimpulan

Material fotokatalis TiO_2 yang disintesis menggunakan metode sol-gel dan hidrotermal memiliki morfologi berbentuk seperti *spherical* (bulat), dan tersusun atas unsur Ti, O, dan sedikit C. Aktivitas yang dihasilkan oleh fotokatalis SG-300, SG-500, SG-700, HD-300, HD-500 dan HD-700 masing-masing mampu menurunkan kadar minyak lemak hingga 44.65 %, 44.32 %, 50.98 %, 54.41 %, 59.68 % dan 62.56 % dalam waktu selama 2 jam. Hal ini menunjukkan bahwa, proses fotokatalitik dapat digunakan untuk meminimalkan dampak senyawa minyak mentah pada perairan yang terkontaminasi.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan Terimakasih kepada Ditjen Belmawa Dikti ristek atas pendanaan PKM-RE penelitian ini, LPPM Universitas Muhammadiyah Riau dan Laboratorium Universitas Gadjah Mada, serta seluruh teman-teman Prodi KIMIA - UMRI yang bersedia berpartisipasi dalam penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Dodoo-Arhin, D., Buabeng, F. P., Mwabora, J. M., Amaniampong, P. N., Agbe, H., Nyankson, E., et al. (2018). The effect of titanium dioxide synthesis technique and its photocatalytic degradation of organic dye pollutants. *Heliyon*, 4(7), e00681. doi:10.1016/j.heliyon.2018.e00681
- Kuncowati, K. (2010). Pengaruh Pencemaran Minyak Terhadap Ekosistem Laut. *Jurnal Aplikasi Pelayaran dan Kepelabuhanan*, 1(1), 18-22.
- Kurniadi, T. (2000). Studi Fotodegradasi dan Biodegradasi PET Beraditif Benzofenon Naftalen dan Kitin., Skripsi FMIPA Universitas Diponegoro.
- Lestari, I. (2017). Degradasi Senyawa Organik Pada Palm Oil Mill Secondary Effluent Menggunakan Fotokatalis Ti. O₂. *Jurnal Citra Widya Edukasi*, 9(2), 143-152
- Wardiyati, S., Fisli, A. & Yusuf, S. (2014). Sintesis Nanokatalis TiO₂ Anatase dalam Larutan Elektrolit dengan Metode Sol Gel. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 15(3), 153-157.
- Wiyono, E., Mahatmanti, F. W. & Priatmoko, S. (2018). Pengaruh Jenis Prekursor dan Suhu Kalsinasi Terhadap Karakteristik Komposit TiO₂-SiO₂ dan Aplikasinya dalam Degradasi Rhodamin B. *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*, 41 (1), 45-50.