

SINTESIS BARIUM BISMUT TITANAT TERPROTONASI (HBBT) SEBAGAI FOTOKATALIS UNTUK MENURUNKAN KADAR KROMIUM (VI)

Hesti Amalia, Diana Rakhmawaty Eddy, Iwan Hastiawan dan Atiek Rostika Noviyanti

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran,
Jl Raya Bandung-Sumedang Km. 21 Jatinangor, 45363, email: atiek.noviyanti@unpad.ac.id

ABSTRAK

SINTESIS BARIUM BISMUT TITANAT TERPROTONASI (HBBT) SEBAGAI FOTOKATALIS UNTUK MENURUNKAN KADAR KROMIUM (VI). Kromium (VI) merupakan salah satu limbah logam berat yang berbahaya bagi kesehatan. Reaktivitas suatu fotokatalitik terhadap pengurangan limbah logam berat telah banyak dilakukan. Aurivillius adalah nama yang diberikan pada oksida logam dengan rumus umum $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^2$. Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis dan konversi fasa Aurivillius $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) ke dalam bentuk terprotonasinya (HBBT) serta pengujian fotokatalisisnya terhadap penurunan kadar Cr(VI). Sintesis BBT dilakukan dengan metode reaksi kimia padat, protonasi BBT dengan menggunakan HCl pada suhu ruang. BBT dan HBBT masing-masing dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. Penurunan kadar Cr(VI) ditentukan dengan metode AAS. Penurunan kadar Cr(VI) dalam satu jam pertama penggunaan sebesar 95,43% pada konsentrasi 2,4 mg/L dan 55,18% pada konsentrasi 2,6 mg/L. Kadar penurunan Cr(VI) optimum yang dapat didegradasi oleh HBBT pada konsentrasi 2,4 mg/L adalah sebesar 98,47% dengan penggunaan selama dua jam dan pada konsentrasi 2,6 mg/L sebesar 99,59% dengan penggunaan selama tiga jam. Penurunan kadar Cr(VI) dengan menggunakan fotokatalis HBBT lebih baik jika dibandingkan dengan TiO_2 .

Kata kunci: Aurivillius, reaksi kimia padat, BBT, HBBT, fotokatalis.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF PROTONATED BARIUM BISMUTH TITANATE (HBBT) AS PHOTOCATALYST TO DECREASE THE CONCENTRATION OF CHROMIUM (VI). Chromium (VI) is one of the heavy metal waste that is harmful for health. A photocatalytic reactivity to decrease heavy metal wastes have been carried out. Aurivillius is the given name to the metal oxide with the general formula $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^2$. In this study the synthesis and conversion of Aurivillius phase $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) into the protonated form (HBBT) and photocatalyst test to decrease the concentration of Cr (VI) has been done. BBT synthesis performed by solid state reaction method, protonation BBT by using HCl at room temperature. BBT and HBBT each characterized by using XRD and SEM. In first hour used, the decreased levels of Cr(VI) is 95.43% at concentration 2.4 mg/L and 55.18% at concentration 2.6 mg/L. Optimum decreased of Cr(VI) degraded by HBBT at concentration 2.4 mg/L is 98.47% by two hours used and 99.59% at concentration 2.6 mg/L by three hours used. Decreasing levels of Cr(VI) is better using HBBT than TiO_2 .

Key words: Aurivillius, solid state reaction, BBT, orthorhombic, HBBT.

1. PENDAHULUAN

Barium bisnut titanat, $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT), merupakan senyawa Aurivillius lapis empat. Aurivillius adalah nama yang diberikan pada oksida logam dengan rumus umum $[\text{Bi}_2\text{O}_2]^{2+}[\text{A}_{n-1}\text{B}_n\text{O}_{3n+1}]^{2-}$ (lapisan bismut dan perovskit).

Akhir-akhir ini, Kudo dkk^[1], Yao dkk^[2-4] telah melaporkan adanya kemampuan fotokatalitik dari suatu padatan yang masing-masing digunakan untuk pengolahan air dan menghilangkan kontaminan organik. Zhang dkk^[5] juga melaporkan kemampuan fotokatalitik dari suatu lapis tipis senyawa Aurivillius lapis tiga $\text{Bi}_4\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ menggunakan doping La dalam mendegradasi senyawa organik. Berdasarkan hasil penelitian ini, maka sangat dimungkinkan fasa Aurivillius lain juga dapat memiliki aktivitas fotokatalitik.

Pada penelitian ini untuk pertama kalinya dilakukan uji fotokatalisis $\text{BaBi}_4\text{Ti}_4\text{O}_{15}$ (BBT) suatu fasa Aurivillius lapis empat. Sifat fotokatalisis BBT ditingkatkan dengan memodifikasinya menjadi bentuk protonasinya (HBBT). Aktivitas fotokatalitik HBBT dilakukan terhadap penurunan kadar Cr(VI) yang merupakan salah satu limbah yang berbahaya.

2. TEORI

Senyawa Aurivillius terdiri atas dua lapisan, lapisan bismut dan perovskit. Lapisan bismut mempunyai struktur fluorit tersusun dari jaringan segiempat datar oksigen dengan kation Bi^{3+} mengisi sisi atas dari sisi bawah segiempat tersebut secara bergantian membentuk tutup berbentuk piramida segiempat BiO_4 . Perovskit merupakan oksida campuran dengan rumus umum ABO_3 , di mana B adalah kation logam transisi dan A adalah kation berukuran besar umumnya kation golongan alkali tanah dan tanah jarang^[6]. Hampir semua oksida Aurivillius bersifat ferro elektrik dengan suhu *Curie* yang cukup tinggi.

Di alam terdapat dua bentuk oksida kromium, yaitu Cr(III) dan Cr(VI). Logam Cr(VI) bersifat karsinogenik sedangkan Cr(III) tidak. Tingkat toksisitas Cr(III) hanya sekitar 1/100 kalinya Cr(VI)^[7]. Cr(VI) mudah larut dalam air dan membentuk *divalent oxyanion* yaitu kromat (CrO_4^{2-}) dan dikromat ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$), sedangkan Cr(III) mudah diendapkan atau diabsorpsi oleh senyawa-senyawa organik dan anorganik pada pH netral atau alkalin.

Limbah logam berat Cr(VI) biasanya berasal dari industri pelapisan logam, industri cat dan industri penyamakan kulit (*leather tanning*). Beberapa upaya pengolahan limbah Cr(VI) yang telah dilakukan seperti reduksi kimia, *ion exchange*, adsorpsi dengan batu bara atau karbon aktif dan reduksi dengan bantuan bakteri memiliki kelemahan yaitu diperlukannya energi yang sangat tinggi dan/atau bahan kimia yang sangat banyak. Kelemahan inilah yang membuat metode fotokatalitik lebih prospektif dan lebih unggul untuk diaplikasikan^[7].

Teknologi fotokatalisis merupakan kombinasi dari proses fotokimia dan katalis yang terintegrasi untuk dapat melangsungkan suatu reaksi transformasi kimia. Reaksi transformasi tersebut berlangsung pada permukaan bahan katalis semikonduktor yang terinduksi oleh sinar.

3. TATA KERJA

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah barium karbonat (BaCO_3) dari Aldrich dengan kemurnian 99,98%, bismut oksida (Bi_2O_3), kristal anatase titanium oksida (TiO_2) keduanya dari Aldrich dengan kemurnian 99,999%, aseton p.a, aqua bideist, asam klorida (HCl) p.a dan kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Senyawa BBT disintesis dari pereaksi barium karbonat, bismut oksida, dan titanium oksida. Masing-masing pereaksi ditimbang dengan jumlah tertentu sesuai dengan perbandingan stoikiometri material yang akan disintesis. Campuran pereaksi digerus dengan menggunakan mortar dan pastel dengan penambahan aseton p.a setiap ± 15 menit. Pengerusan dilakukan untuk mempermudah reaksi kimia padat. Pengerusan akan memperkecil ukuran partikel sehingga menambah luas permukaan kontak antar pereaksi. Aseton digunakan sebagai bahan yang mempermudah pengadukan karena aseton merupakan cairan organik yang inert terhadap reaktan-reaktan yang dipakai. Selain itu aseton juga bersifat volatil, mudah menguap sehingga dapat dengan mudah memisahkan diri dari campuran reaktan tanpa perlu adanya proses pemisahan. Selanjutnya campuran pereaksi dibakar dalam *furnace* pada suhu 800, 900, 1000, dan 1100°C secara bertahap selama masing-masing 24 jam. Pengerusan ulang dilakukan pada setiap tahap pemanasan^[8].

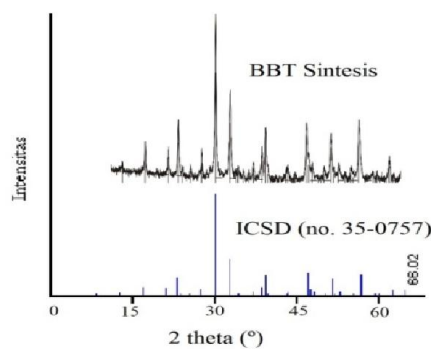
Konversi BBT ke dalam bentuk asamnya dilakukan dengan mereaksikan BBT sebanyak 0,5 gram ke dalam 100 mL HCl 1 M. Campuran

pereaksi kemudian diaduk pada suhu ruang sekitar 27°C selama 12 hari. Lalu produk dicuci sebanyak 2 kali dengan menambahkan 30 mL aquabidest dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 120°C selama 24 jam [9].

Uji fotokatalitik dilakukan pada reaktor dengan menggunakan lampu HPL-N 125W/542 E27 SG SLV dan menggunakan dua jenis katalis, yaitu HBBT dan TiO₂ yang telah diaktivasi. Aktivitas fotokatalitik diuji dengan mengukur penurunan konsentrasi Cr(VI) terhadap waktu irradiasi. Pengukuran konsentrasi dilakukan menggunakan AAS.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan – bahan yang akan digunakan dalam sintesis kimia padat ditimbang dengan tepat sesuai stoikiometri reaksinya. Jika tidak hasil sintesis yang didapat tidak akan sesuai. BBT yang disintesis telah berhasil terbentuk dan memiliki struktur ortorombik, hal ini berdasarkan pola difraksi hasil sintesis yang dibandingkan dengan pola difraksi senyawa sejenis pada *software* Reitica. Berdasarkan data base PDF diperoleh bahwa pola puncak-puncak difraksi hasil sintesis mirip dengan data ICSD (no. 35-0757) seperti pada Gambar 1.

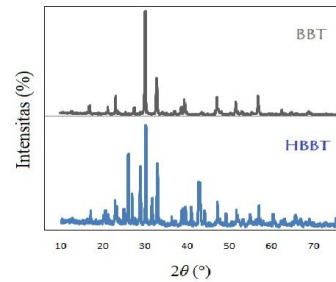


Gambar 1. Pola Difraksi BBT hasil sintesis dibandingkan dengan pola difraksi BBT Standar

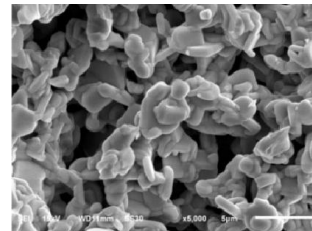
Proses protonasi dilakukan untuk memodifikasi struktur BBT menjadi padatan yang lebih kecil sehingga luas permukaannya lebih besar. Padatan BBT memiliki lapisan bismut oksida (Bi₂O₃)²⁺ yang dapat digantikan atau disubstitusi oleh proton. Ini dikarenakan lapisan bismut oksida lebih mudah larut dalam suasana asam dibandingkan lapisan perovskitnya.

Terjadinya proses protonasi pada fase Aurivillius dapat di lihat dari perbedaan hasil

difraktometer sinar-X fase Aurivillius sebelum dan sesudah protonasi. Pada umumnya difraksi sinar-X fase Aurivillius akan mengalami perubahan dikarenakan adanya perubahan struktur pada fase Aurivillius, dimana ada sebagian dari lapisan bismut oksida yang akan tersubstitusi oleh proton.

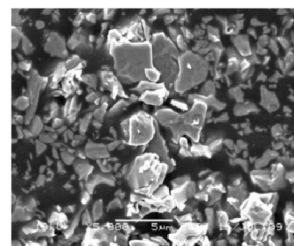


Gambar 2. Perbandingan Pola Difraksi BBT dan HBBT



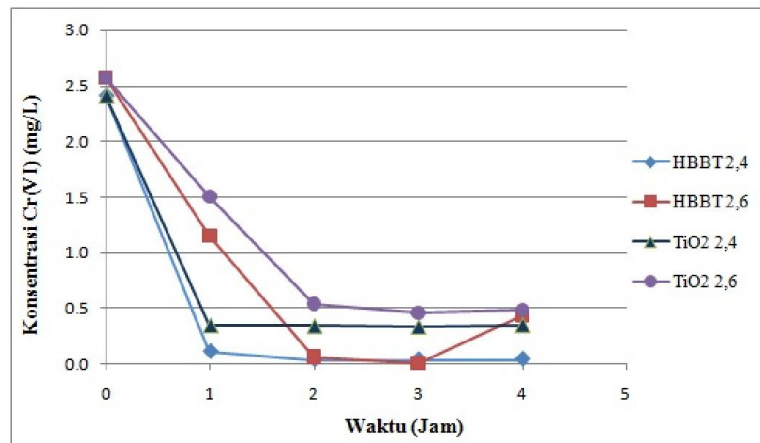
Gambar 3. Hasil SEM BBT Pembesaran 5000x

Dari Gambar 3 terlihat morfologi permukaan BBT sebelum diprotonasi berbentuk kristal tidak homogen dan tingkat aglomerasi yang tinggi.



Gambar 4. Hasil SEM HBBT Pembesaran 5000x

Sedangkan pada Gambar 4 terlihat morfologi HBBT mempunyai tingkat aglomerasi yang rendah dan ukuran partikel kristal lebih kecil dibandingkan dengan BBT hasil sintesis reaksi kimia padat. Hal ini menunjukkan bahwa luas permukaan HBBT semakin luas sehingga memungkinkan digunakan sebagai katalis padat.



Gambar 5. Penurunan Konsentrasi Cr(VI) Menggunakan Fotokatalis HBBT dan TiO₂

HBBT tersebut kemudian digunakan untuk uji fotokatalisis logam Cr(VI) pada konsentrasi awal Cr(VI) sebesar 2,4 dan 2,6 mg/L. HBBT dan TiO₂ yang telah diaktivasi ditimbang masing – masing sebanyak 5 g/L dan dilakukan fotokatalisis selama 4 jam dengan rentang waktu pengambilan larutan setiap 1 jam.

Hasil uji fotokatalitik (Gambar 5) menunjukkan bahwa jika konsentrasi awal Cr(VI) dinaikkan maka laju reduksinya turun. Semakin besar konsentrasi awal Cr(VI) berarti jumlah molekul yang berada pada larutan makin banyak pula dan kemampuan katalis untuk mengadsorpsi dan mereduksinya semakin kecil.

Pada konsentrasi awal Cr(VI) 2,4 mg/L, HBBT mampu menurunkan konsentrasi Cr(VI) hingga 95,43 %, sedangkan TiO₂ hanya sebesar 85,48 %. Pada konsentrasi awal Cr(VI) 2,6 mg/L, HBBT mampu menurunkan konsentrasi Cr(VI) hingga 55,18 %, sedangkan TiO₂ hanya sebesar 49,56 %. Hal ini menunjukkan bahwa penurunan konsentrasi Cr(VI) pada konsentrasi rendah mempunyai laju yang lebih cepat.

5. KESIMPULAN

HBBT dapat dipakai sebagai fotokatalis dalam penurunan konsentrasi logam Cr(VI) dengan penurunan kadar sebesar 95,43% pada konsentrasi awal Cr(VI) 2,4 mg/L dan 55,18% pada konsentrasi awal Cr(VI) 2,6 mg/L serta menunjukkan hasil yang lebih baik dibandingkan TiO₂.

6. UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terimakasih pada Dikti melalui Program Penelitian Hibah Bersaing No. 1039/UN6.RKT/KP/2012

7. DAFTAR PUSTAKA

1. KUDO, A. DAN HIJII, S., *Chem. Lett.* 28 (1999) 1103.
2. YAO, W.F., WANG, H., XU, X.H., DAN YANG, X.N., *Appl. Catal. A: Gen.* 251 (2003) 235.
3. YAO, W.F., WANG, H., XU, X.H., DAN HANG, SH.X., *Mater. Lett.* 57 (2003) 1899.
4. YAO, W.F., XU, X.H., WANG, H., DAN HOU, J.T., *Appl. Catal. B: Environ.* 52 (2004).
5. ZHANG, H., LÜ, M., LIU, S., WANG, L., XIU, Z., ZHOU, Y., QIU, Z., ZHANG, A., DAN MA, Q., *Materials Chemistry and Physics* 114 (2009) 716–721.
6. TAKAGAKI, A., LU, D., KONDO, J.N., HARA, M., HAYASHI, S. & DOMEN, K. *Chem. Mater.* 17, 2487-2489. 2005.
7. SLAMET, N., SAKUR, R. & DANUMULYO, W. *Makara, Teknologi*, Vol. 7, No. 1, April 2003.
8. KENNEDY, B.J., KUBOTA, Y., HUNTER, B.A., ISMUNANDAR AND KATO. *Solid State Com*, 126, 653. 2003.
9. NOVIYANTI, A. R. Thesis, Fakultas Teknik, Institut Teknologi Bandung, Indonesia (2005).