

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOKOMPOSIT TiO_2/C -DOTS BERBAHAN DASAR TEMPURUNG KELAPA SEBAGAI FOTOKATALIS ZAT WARNA *RHODAMINE B*

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COCONUT SHELL-BASED TiO_2/C -DOTS NANOCOMPOSITES AS RHODAMINE B DYE PHOTOCATALYST

Niken Ristyaningsih*, Universitas Negeri Yogyakarta
Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Universitas Negeri Yogyakarta
nikenristyaningsih.2020@student.uny.ac.id

Abstrak. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakterisasi material TiO_2 , *carbon nanodots* (C-dots), dan nanokomposit TiO_2/C -dots menggunakan uji spektrofotometer *ultraviolet-visible* (UV-Vis), *X-ray diffraction* (XRD), *fourrier transform infrared* (FTIR), dan *particle size analyzer* (PSA), serta mengetahui efektivitas TiO_2 dan nanokomposit TiO_2/C -dots sebagai fotokatalis zat warna *rhodamine b*. Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis, C-dots diketahui memiliki puncak absorbansi pada panjang gelombang 281 nm, sedangkan TiO_2 dan nanokomposit TiO_2/C -dots memiliki puncak absorbansi pada panjang gelombang masing-masing 387,41 nm dan 382,90 nm dengan *band gap* 3,24 eV dan 3,19 eV. Penambahan C-dots dinilai mampu menurunkan nilai *band gap* pada TiO_2 . Karakterisasi XRD menunjukkan C-dots memiliki struktur amorf, sedangkan TiO_2 dan nanokomposit TiO_2/C -dots memiliki struktur. Karakterisasi FTIR menunjukkan C-dot memiliki gugus fungsi C=C, O-H, CO₂, C-H dan C-O, TiO_2 memiliki gugus fungsi CH₂ dan Ti-O-Ti, sedangkan nanokomposit TiO_2/C -dots memiliki gugus tambahan CO₂ yang merupakan bagian dari C-dots. Karakterisasi PSA menunjukkan ukuran partikel dominan pada C-dots sebesar 211,6 nm, ukuran partikel dominan pada TiO_2 sebesar 300 nm, dan ukuran partikel dominan pada nanokomposit TiO_2/C -dots sebesar 261,4 nm. Hasil fotokatalis pada *rhodamine b* menunjukkan TiO_2 mampu mendegradasi 85,41% pada waktu penyinaran 180 menit, sedangkan nanokomposit TiO_2/C -dots dinilai lebih efektif dengan kemampuan degradasi hingga 88,27% pada waktu penyinaran 180 menit.

Kata Kunci: C-dots, TiO_2 , Nanokomposit TiO_2/C -dots, Fotokatalis, *Rhodamine B*

Abstract. This study aims to determine the characterization of TiO_2 , carbon nanodots (C-dots), and TiO_2/C -dots nanocomposites using ultraviolet-visible (UV-Vis), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR), and particle size analyzer (PSA) spectrophotometer tests, as well as to determine the effectiveness of TiO_2 and TiO_2/C -dots nanocomposites as photocatalysts of rhodamine b dye. Based on the results of UV-Vis characterization, C-dots are known to have an absorbance peak at a wavelength of 281 nm, while TiO_2 and TiO_2/C -dots nanocomposites have an absorbance peak at a wavelength of 387.41 nm and 382.90 nm, respectively, with a band gap of 3.24 eV and 3.19 eV. The addition of C-dots is considered capable of reducing the band gap value in TiO_2 . XRD characterization shows that C-dots have an amorphous structure, while TiO_2 and TiO_2/C -dots nanocomposites have a structure. FTIR characterization shows that C-dots have C=C, O-H, CO₂, C-H and C-O functional groups,

TiO₂ has CH₂ and Ti-O-Ti functional groups, while TiO₂/C-dots nanocomposites have additional CO₂ groups which are part of C-dots. PSA characterization shows that the dominant particle size in C-dots is 211.6 nm, the dominant particle size in TiO₂ is 300 nm, and the dominant particle size in TiO₂/C-dots nanocomposites is 261.4 nm. The photocatalyst results on rhodamine b show that TiO₂ is able to degrade 85.41% at 180 minutes of irradiation time, while TiO₂/C-dots nanocomposites are considered more effective with a degradation ability of up to 88.27% at 180 minutes of irradiation time.

Key Word: *C-dots, TiO₂, TiO₂/C-dots Nanocomposite, Photocatalyst, Rhodamine B*

PENDAHULUAN

Pengelolaan limbah yang tidak dilakukan dengan baik dapat menimbulkan dampak negatif terhadap lingkungan, mulai dari pencemaran air, udara, hingga makhluk hidup. Berbagai senyawa organik dan senyawa kompleks seperti partikel padat yang sulit terurai, garam, zat warna, logam berat, serta amonia terkandung di dalamnya. Zat pewarna pada industri tekstil merupakan salah satu bahan yang paling banyak digunakan. Penggunaan zat warna tersebut dapat menghasilkan kontaminan yang berbahaya, dimana sekitar 50% zat warna yang tidak terserap pada proses pewarnaan ketika kegiatan tekstil berlangsung akan berubah menjadi polutan dan menimbulkan dampak yang signifikan ketika tercemar ke lingkungan. Rh-B merupakan salah satu zat warna yang sering digunakan dalam dunia tekstil. Meskipun Rh-B digunakan secara luas dalam industri, terdapat banyak kekhawatiran terkait dampak lingkungan yang dihasilkan dari limbah selama proses pewarnaan berlangsung. Limbah tersebut dapat menimbulkan bahaya bagi lingkungan hingga makhluk hidup jika tidak dikelola dengan baik, karena Rh-B merupakan bahan kimia yang berikatan dengan klorin (Cl) dan dapat menyebabkan sifat *toxic* jika masuk ke dalam tubuh manusia (Mawarni et al., 2021).

Salah satu metode alternatif yang banyak diaplikasikan pada pengolahan limbah yaitu proses fotokatalisis. Fotokatalis merupakan serangkaian proses kimia yang berlangsung dengan suatu material yang disebut katalis, dimana katalis tersebut dapat aktif dengan bantuan sinar atau cahaya (Tussa'adah & Astuti, 2015). Salah satu contoh katalis yang paling banyak digunakan yaitu Titanium Dioksida (TiO₂). Namun, penggunaan TiO₂ murni secara langsung dapat menurunkan aktivitas fotokatalis karena mudah mengalami aglomerasi, sulit untuk didaur ulang, dan sulit dipisahkan dari larutan. Untuk mengatasi kelemahan tersebut maka diperlukan modifikasi pada struktur material yang digunakan seperti doping nonlogam. Penambahan material nonlogam seperti *carbon* pada pembuatan komposit TiO₂/*carbon nanodots* (C-dots) dapat meningkatkan tepi pita valensi serta menurunkan energi celah pita dari TiO₂. C-dots merupakan material yang berukuran nanometer, dengan ciri sifat fisik yang unik seperti memiliki serapan spektrum cahaya yang luas, sifat fotoluminensi yang kuat dan intens, stabilitas tinggi, dan larut dalam air. Keistimewaan tersebut dapat memberikan potensi yang besar untuk meningkatkan efisiensi aktivitas fotokatalitik pada TiO₂ terutama untuk menguraikan senyawa organik atau polutan.

METODE

Sintesis C-dots

Tempurung kelapa yang sudah dipecah menjadi bagian-bagian kecil dikarbonasi menggunakan oven pada suhu 250 °C selama 5 jam dan karbonasi *furnace* selama 30 menit pada suhu 450 °C. Hasil pemanasan dihaluskan menggunakan mortar hingga dihasilkan serbuk. Sebanyak 13,3 g serbuk dilarutkan ke dalam 400 mL aquades kemudian sonikasi selama 1 jam. Hasil sonikasi disaring dan dimasukkan ke dalam microwave hingga kering dan diperoleh serbuk C-dots.

Sintesis Nanokomposit TiO₂/C-dots

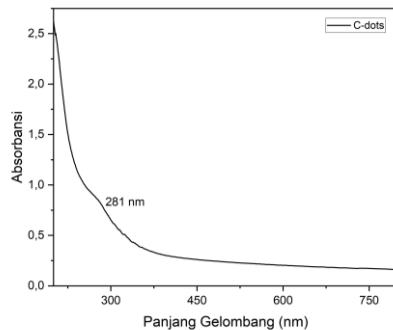
Sebanyak 1 g TiO₂ dan 10 mg C-dots dilarutkan ke dalam aquades masing-masing 30 mL untuk disonikasi selama 30 menit. Kedua larutan dicampurkan menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam kemudian masukkan ke dalam oven hingga kering dan diperoleh serbuk nanokomposit TiO₂/C-dots.

Uji Fotokatalis

Melarutkan 5 mg serbuk Rh-B ke dalam 500 mL aquades, selanjutnya memasukkan masing-masing 0,25 g TiO₂ dan 0,25 g nanokomposit TiO₂/C-dots ke dalam 75 ml Rh-B. Melakukan *stirring* menggunakan *magnetic stirrer* pada *black chamber* yang sudah dilengkapi dengan 2 lampu UV. Memulai *stirring* selama 30 menit tanpa sinar UV dalam keadaan gelap untuk kemudian diambil sampelnya. Melanjutkan *stirring* dengan sinar UV untuk kemudian mengambil sampel pada menit ke 45, 90, 135, dan 180 menit. Sentrifugasi hasil fotokatalis selama hingga dihasilkan larutan yang jernih.

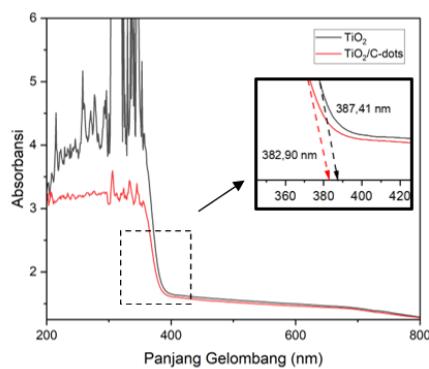
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi UV-Vis



Gambar 1. Hasil Karakterisasi UV-Vis C-dots

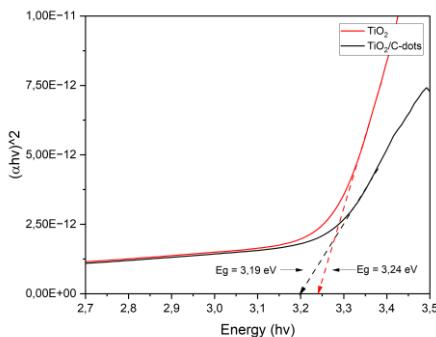
Hasil karakterisasi UV-Vis dari sampel C-dots berbahan dasar tempurung kelapa pada Gambar 1 menunjukkan bahwa puncak yang diperoleh berupa *shouldering peak* atau puncak bahu. *Shouldering peak* berada pada panjang gelombang 281 nm dengan absorbansi 0,829. Puncak absorbansi pada panjang gelombang tersebut menunjukkan transisi elektron $\pi \rightarrow \pi^*$ (*core*) yang merupakan ikatan C = C.



Gambar 2. Hasil Karakterisasi UV-Vis TiO₂ dan Nanokomposit TiO₂/C-dots

TiO₂ memiliki panjang gelombang serapan 387,41 nm. Panjang gelombang tersebut telah sesuai dengan teori yang menyatakan bahwa TiO₂ berada pada rentang panjang gelombang 200 hingga 400 nm. Sedangkan, panjang gelombang serapan pada nanokomposit TiO₂/C-dots yaitu 382,90 nm. Pergeseran panjang gelombang menyebabkan penurunan nilai

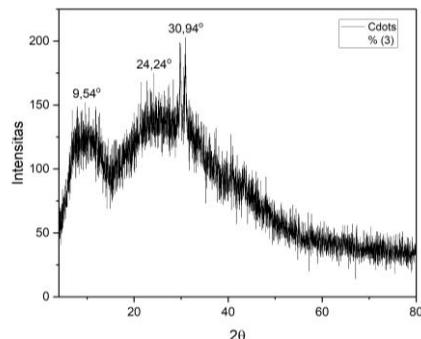
band gap dimana semakin kecil nilai *band gap*, maka semakin banyak elektron yang bergerak di daerah eksitasi.



Gambar 3. *Band Gap* TiO_2 dan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$

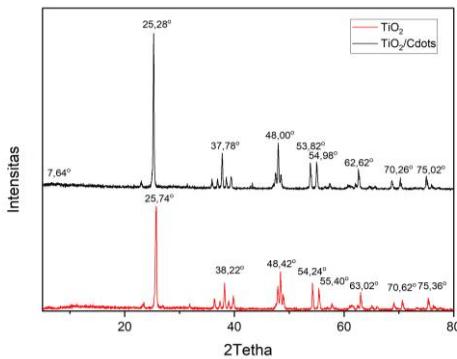
Berdasarkan metode Tauc Plot diperoleh nilai *band gap* dari TiO_2 sebesar 3,24 eV. Nilai tersebut menandakan bahwa TiO_2 memiliki fasa *anatase* dengan *band gap* sekitar 3,2 eV. Sedangkan, *band gap* dari nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$ yaitu 3,19 eV. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa penambahan C-dots pada TiO_2 menyebabkan penurunan nilai *band gap* yang dihasilkan.

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)



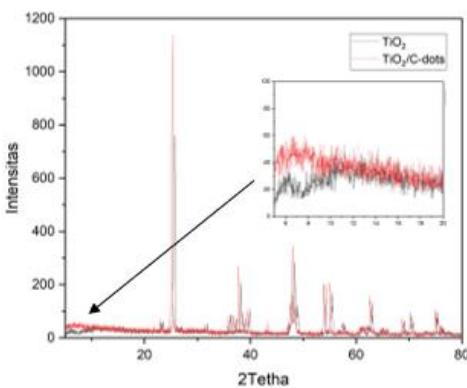
Gambar 4. Hasil Karakterisasi XRD C-dots

Hasil dari karakterisasi XRD menunjukkan bahwa C-dots yang telah disintesis memiliki struktur amorf. Hal tersebut ditandai dengan hasil difraktogram yang tidak memiliki puncak spesifik atau puncak khas pada sudut tertentu melainkan berupa gunung atau bukit pada rentang sudut hamburan $10 - 35^\circ$. Berdasarkan persamaan Scherrer, pada sudut hamburan (2θ) $9,54^\circ$; $24,22^\circ$, dan $30,94^\circ$ diketahui bahwa ukuran rata-rata C-dots yaitu sekitar 1,63 nm.



Gambar 5. Hasil Karakterisasi XRD TiO_2 dan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$

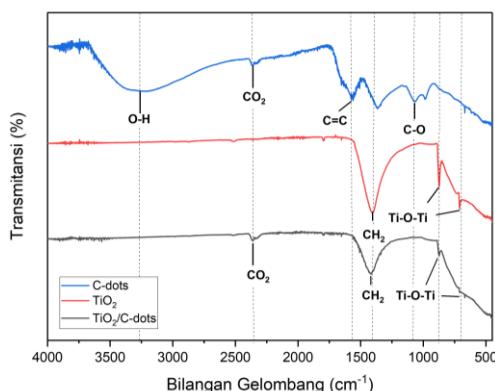
TiO_2 memiliki struktur kristal dengan puncak 2θ pada $25,28^\circ$; $37,78^\circ$; $48,00^\circ$; $53,82^\circ$; $54,98^\circ$; $62,62^\circ$; $70,26^\circ$; dan $75,02^\circ$. Puncak-puncak tersebut telah sesuai dengan data yang dilaporkan oleh Hastuti (2012) mengenai pola difraksi dari TiO_2 dan puncak fasa pada data JCPDS No. 21-12766. Berdasarkan pola difraksi tersebut juga dapat diketahui bahwa rata-rata ukuran partikel TiO_2 yaitu 40,78 nm. Sedangkan, untuk hasil karakterisasi XRD nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$ menunjukkan struktur kristal dengan pola difraksi pada sudut $25,74^\circ$; $38,22^\circ$; $48,42^\circ$; $54,24^\circ$; $55,40^\circ$; $63,02^\circ$; $70,62^\circ$; dan $75,36^\circ$ dengan rata rata ukuran partikel 42,81 nm.



Gambar 6. Gabungan XRD TiO_2 dan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$

Terdapat perbedaan pada sudut hamburan sekitar $2-10^\circ$ yang diduga merupakan puncak dari C-dots berupa gunung atau bukit.

Karakterisasi Fourier Transform Infra Red (FTIR)



Gambar 7. Hasil Karakterisasi FTIR C-dots, TiO_2 , dan Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$

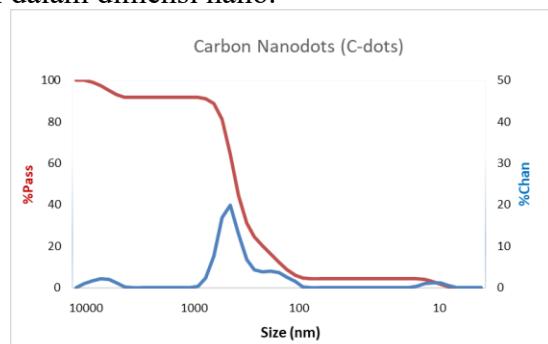
Hasil karakterisasi FTIR pada C-dots menunjukkan terdapatnya gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang $3264,41 \text{ cm}^{-1}$ dan beberapa gugus fungsi karbon seperti CO_2 pada bilangan

gelombang $2363,69\text{ cm}^{-1}$, gugus fungsi C=C pada bilangan gelombang $1577,70\text{ cm}^{-1}$, gugus fungsi C-H pada bilangan gelombang $1368,30\text{ cm}^{-1}$, dan gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang $1070,69\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsi C=C merupakan penyusun *core* dari C-dots, sedangkan gugus fungsi O-H, CO₂, C-H, dan C-O merupakan *surface state*. Deretan gugus fungsi yang terdeteksi tersebut menandakan adanya oksidasi parsial dari permukaan C-dots. Gugus fungsi O-H berfungsi sebagai pusat ikatan antar molekul, gugus fungsi C=C berfungsi sebagai *backbone* atau inti dari ikatan karbon yang dimiliki C-dots, sedangkan gugus fungsi C-H dan C-O saling berikan untuk meningkatkan stabilitas C-dots ketika terdispersi dalam air (Nulloh et al., 2022)

TiO₂ memiliki gugus fungsi CH₂ pada bilangan gelombang $1409,18\text{ cm}^{-1}$ (Alosfur et al., 2019) dan gugus fungsi Ti-O-Ti pada bilangan gelombang $871,32\text{ cm}^{-1}$ dan $710,68\text{ cm}^{-1}$. Gugus fungsi tersebut telah sesuai dengan hasil karakterisasi FTIR pada penelitian sebelumnya yang menyatakan bahwa Ti-O-Ti berada pada rentang bilangan gelombang $400 - 800\text{ cm}^{-1}$ dan mendakan adanya senyawa TiO₂ (Anggraini et al., 2019). Sedangkan pada nanokomposit TiO₂/C-dots terdapat gugus fungsi CO₂ pada bilangan gelombang $2361,54\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan bagian *surface state* dari Cdots. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa hasil spektrum FTIR nanokomposit TiO₂/C-dots membuktikan adanya penggabungan C-dots pada TiO₂.

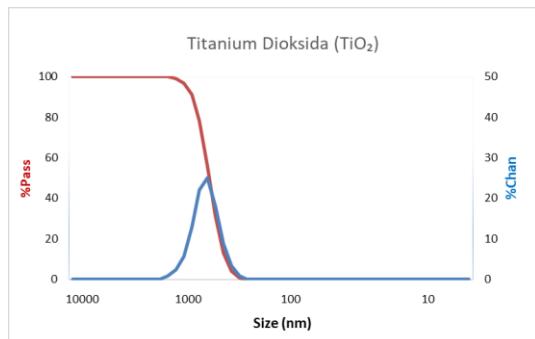
Karakterisasi Particle Size Analyzer (PSA)

PSA merupakan metode karakterisasi material yang digunakan untuk mengidentifikasi distribusi ukuran partikel dalam dimensi nano.



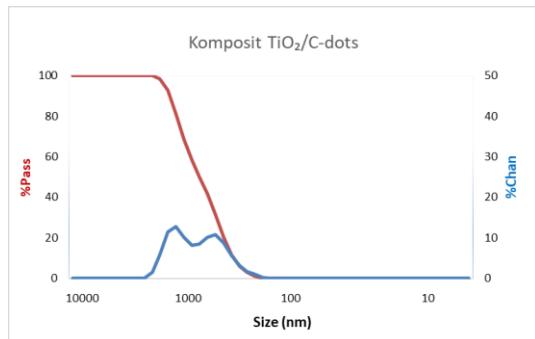
Gambar 8. Hasil Karakterisasi PSA C-dots

Hasil uji PSA pada sampel C-dots menunjukkan distribusi ukuran partikel pada puncak pertama sebesar $2,41\text{ nm}$ dengan volume $4,4\%$, puncak kedua sebesar $211,6\text{ nm}$ dengan volume $87,2\%$ dan puncak ketiga sebesar 3450 nm dengan volume $8,4\%$. Ukuran tersebut merupakan ukuran ideal dari C-dots yaitu sekitar $1-10\text{ nm}$. Sedangkan, ukuran lainnya merupakan bongkahan dari C-dots.



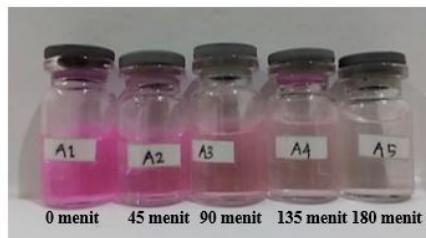
Gambar 9. Hasil Karakterisasi PSA TiO₂

TiO_2 menunjukkan distribusi ukuran partikel pada puncak 300 nm dengan volume 100%. Sedangkan, nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$ pada Gambar 22 menunjukkan ukuran partikel pada puncak 261,4 nm dengan volume 50,1% dan puncak kedua sebesar 632 nm dengan volume 49,9%. Perubahan ukuran partikel pada nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$ diduga merupakan pengaruh dari penambahan C-dots.

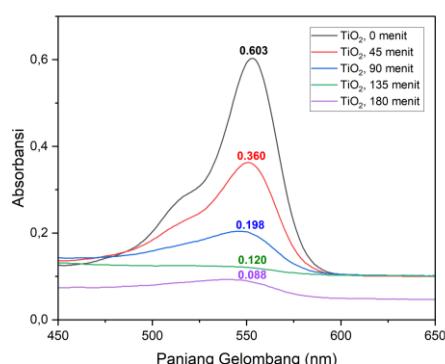


Gambar 10. Hasil Karakterisasi PSA Nanokomposit $\text{TiO}_2/\text{C-dots}$

Hasil Fotokatalis



Gambar 11. Sampel Hasil Fotokatalis TiO_2

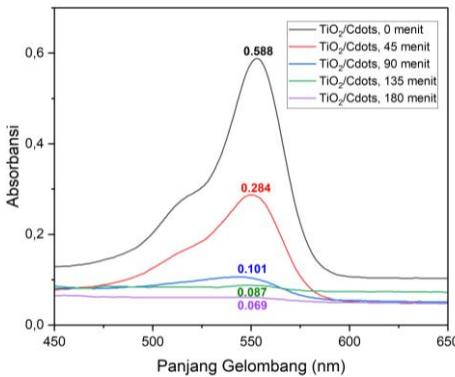


Gambar 12. Hasil Uji UV-Vis Fotokatalis TiO_2

Hasil fotokatalis TiO_2 menunjukkan perubahan warna yang signifikan dimana semakin lama waktu penyinaran lampu UV, limbah yang dihasilkan akan semakin jernih. Berdasarkan hasil uji UV-Vis, nilai absorbansi belum mencapai minimum. Dengan demikian, diperlukan penambahan material fotokatalis lain berupa C-dots pada TiO_2 agar mendapatkan hasil yang lebih maksimal.



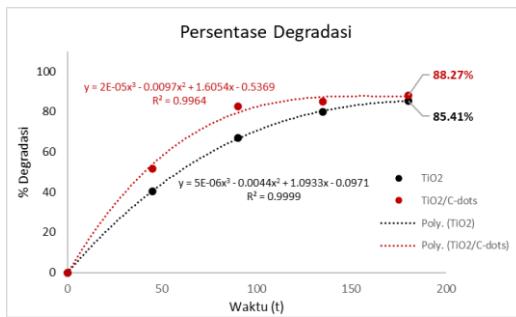
Gambar 13. Sampel Hasil Fotokatalis Nanokomposit TiO₂/C-dots



Gambar 14. Hasil Uji UV-Vis Fotokatalis Nanokomposit TiO₂/C-dots

Setelah penambahan C-dots menjadi nanokomposit TiO₂/C-dots, nilai abosrbansi yang diperoleh turun mendekati nilai maksimum dibandingkan absorbansi hasil fotokaalis menggunakan TiO₂ murni. Hal tersebut sejalan dengan penurunan nilai *band gap* yang dihasilkan. Berdasarkan nilai absorbansi tersebut untuk mengetahui efektivitas suatu katalis, maka dapat diketahui melalui persentase degradasi yang dihasilkan.

Penurunan absorbansi terjadi karena interaksi antara sinar UV dengan material katalis TiO₂ dan nanokomposit TiO₂/C-dots. Ketika material katalis tersebut terkena sinar dari lampu UV, elektron-elektron pada atom akan tereksitasi menuju tingkat yang lebih tinggi. Elektron tersebut akan berperan sebagai katalis yang akan bereaksi dengan molekul atau ion di sekitarnya dan menghasilkan radikal superoksida. Radikal superoksida berinteraksi dengan air dan menghasilkan hidrogen peroksida. Hidrogen peroksida berinteraksi kembali dengan elektron hingga terbentuk radikal hidroksil. Pada saat yang sama, *hole* akan berinteraksi dengan air menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil inilah yang akan menguraikan senyawa polimer atau organik. Dengan demikian katalis TiO₂ dan nanokomposit TiO₂/C-dots mampu mendegradasi larutan Rh-B menjadi lebih jernih



Gambar 13. Persentase Degradasi Hasil Fotokatalis

Berdasarkan grafik, ditunjukkan bahwa persentase degradasi Rh-B menggunakan katalis TiO₂ sebesar 85,41%, sedangkan nanokomposit TiO₂/C-dots sebesar 88,27% pada waktu penyinaran masing-masing 180 menit. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa penambahan C-dots pada TiO₂ sebagai material nanokomposit mampu meningkatkan aktivitas fotokatalis.

SIMPULAN

Hasil karakterisasi C-dots menunjukkan puncak bahu pada panjang gelombang 281 nm, memiliki struktur amorf, memiliki gugus fungsi O-H, CO₂, C=C, C-H, dan C-O seta memiliki

distribusi ukuran partikel 211,6 nm. Karakteristik TiO₂ menunjukkan puncak pada panjang gelombang 387,41 nm, memiliki struktur kristal, memiliki gugus fungsi CH₂ dan Ti-O-Ti seta memiliki distribusi ukuran partikel 300 nm. Sedangkan, nanokomposit TiO₂/C-dots menunjukkan puncak pada panjang gelombang 382,90 nm, memiliki struktur kristal, memiliki gugus fungsi CH₂, CO₂ dan Ti-O-Ti seta memiliki distribusi ukuran partikel 261,4 nm. Berdasarkan uji UV-Vis, nanokomposit TiO₂/C-dots lebih efektif sebagai material fotokatalis Rh-B dibandingkan dengan TiO₂ karena berhasil mendegradasi larutan Rh-B hingga 88,27% dalam jangka waktu 180 menit.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dosen Pembimbing serta Laboran dan pihak-pihak lain yang telah membimbing serta memfasilitasi penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Hastuti, E. (2012). Analisa Difraksi Sinar X TiO₂ dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersensitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*, 2010, 93–100.
<https://doi.org/10.18860/neu.v0i0.2416>
- Mohan, S & Ghandhimathi, R. (2009). Solid waste characterisation and the assessment of the effect of dumping site leachate on groundwater quality: a case study. *International Journal of Environment and Waste Management*, 3(1/2), 65–77.
doi:10.1504/ijewm.2009.024700
- Nulloh, M. R., Rohmaniar, R. A., Haryadi, & Adhitasari, A. (2022). Pemanfaatan Nanomaterial Carbon Nanodots Berbahan Dasar Limbah Tepung Aren (*Arenga Pinnata*) Sebagai Absorben CO₂ Pada Pemurnian Biogas (p. 7).
- Tussa'adah, R., & Astuti. (2015). Sintesis Magterial Fotokatalis TiO₂ untuk Penjernihan Limbah Tekstil. *Jurnal Fisika Unand*, 4(1), 91–96.
- Anggraini, P. D., Setiawan, A., & Mayangsari, N. E. (2019). Sintesis dan Karakterisasi TiO₂-Karbon Aktif Tempurung Kelapa sebagai Photocatalyst Agent dalam Pengolahan Limbah Cair Batik. *National Conference Proceeding on Waste Treatment Technology Program*, 2623, 99–104.