

PENGUNAAN KARBON BATU BATERAI SEBAGAI ELEKTRODA DALAM METODE ARC DISCHARGE UNTUK PEMBUATAN TiO₂ TERMODIFIKASI KARBON

(USE OF BATTERY CARBON AS ELECTRODES IN ARC DISCHARGE METHOD FOR FABRICATION OF CARBON-MODIFIED TiO₂)

Isya Fitri Andhika, Carissa Hertiningtyas, Ardian Aji, Alifia Desy, Teguh Endah Saraswati*, Patiha

Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Sebelas Maret, Jl. Ir. Sutami No. 36A Kentingan, Surakarta 57126 telp. (0271) 663375

*email: teguh@mipa.uns.ac.id

Received 09 February 2014, Accepted 27 August 2014, Published 01 September 2014

ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan TiO₂ termodifikasi karbon dengan metode *arc discharge* dalam media cair. Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap yaitu tahap fabrikasi dan karakterisasi. Tahap fabrikasi dilakukan dengan metode *arc discharge* yakni menggunakan elektroda grafit yang berasal dari batu baterai kering bekas dan medium cair suspensi TiO₂ dalam etanol 30, 50 dan 70 % kemudian dialirkan tegangan sebesar 20-40 V dan kuat arus sebesar 10-50 A. Nanokomposit yang terdapat di permukaan medium cair dikumpulkan lalu dikeringkan dan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitasnya, *scanning electron microscope* (SEM) untuk mengetahui struktur morfologi permukaan dari TiO₂ termodifikasi karbon dan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) untuk mengetahui unsur penyusun nanokomposit yang terbentuk. Data XRD menunjukkan bahwa fabrikasi TiO₂/Karbon paling efektif dilakukan dalam etanol 50% yang ditunjukkan dari terbentuknya puncak baru dengan intensitas TiC yang tinggi pada $2\Theta = 36,02^\circ$. Data SEM menunjukkan bahwa morfologi TiO₂/Karbon saling teragregasi dibanding morfologi dari TiO₂ awal. Sementara itu, data EDS menunjukkan keberadaan unsur karbon, titanium dan oksigen pada area yang sama yang mengindikasikan keberhasilan pembentukan material komposit antara TiO₂ dan karbon.

Kata Kunci: arc discharge, etanol, karbon, nanokomposit, TiO₂.

ABSTRACT

Fabrication with carbon-modified TiO₂ by arc discharge method in liquid medium has been studied. This research was performed in two steps including fabrication and characterization. This fabrication was done by arc discharge method with graphite electrodes from dry cell batteries and liquid medium suspension of TiO₂ in ethanol 30, 50 and 70 %. A strong current was applied to electrode as 10-50 A (20-40 V). Nanocomposites formed on the liquid medium surface were collected and characterized using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM) dan energy dispersive spectroscopy (EDS) to determine crystallinity, surface morphology and the constituent elements, respectively. XRD data shows that the most effective fabrication TiO₂/Karbon

by liquid medium in ethanol 50 % indicated from the formation of a new peak with high intensity of TiC on $2\Theta = 36.02^\circ$. SEM data shows that the morphology of each aggregated TiO₂/Karbon compared to the morphology of TiO₂. In addition, EDS data shows the presence of the element carbon, titanium and oxygen in the same area indicating that the successful formation of composite material between TiO₂ dan carbon.

Keywords: arc discharge, ethanol, carbon, nanocomposite, TiO₂.

PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO₂) telah banyak digunakan sebagai elektroda karena sifatnya yang stabil, tidak beracun, memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi serta murah (Silveyra *et al.*, 2005; Khakpash *et al.*, 2012). Titanium dioksida tersedia secara komersial dalam dua struktur kristal yaitu *anatase* dan *rutile*. *Rutile* memiliki kerapatan 4,2 g/cc, sementara *anatase* memiliki kerapatan 3,9 g/cc. Perbedaan ini dijelaskan oleh struktur kristal yang berbeda (Licciulli, 2002). Titanium dioksida, khususnya *anatase*, banyak digunakan sebagai fotokatalis untuk konversi energi dan aplikasi lingkungan. Hanya saja, aplikasi TiO₂ ini terbatas karena memerlukan cahaya UV yang mana hanya berkisar < 4 % dari cahaya matahari yang sampai ke bumi. Untuk mengoptimalkan kinerja TiO₂, maka perlu dilakukan proses modifikasi pada senyawa TiO₂.

Proses modifikasi senyawa TiO₂ dapat dilakukan dengan mengoptimasi komposisi *raw material* dan penambahan senyawa dopan tertentu. Salah satu senyawa dopan yang dapat digunakan untuk modifikasi TiO₂ adalah karbon (Subramani *et al.*, 2007). Dalam aplikasi proses pengolahan limbah cair, TiO₂ yang termodifikasi dengan karbon, diharapkan akan memiliki aktifitas fotokatalitik yang lebih baik karena selain sifat adsorpsi karbon yang berpotensi dalam penyerapan polutan juga sifat optik karbon. Grafit yang digunakan sebagai sumber karbon yang akan dapat melebarkan panjang gelombang kerja fotokatalitik dari TiO₂ pada area cahaya sinar tampak (Zhao *et al.*, 2010).

Metode sintesis modifikasi TiO₂ dengan karbon telah banyak dilakukan seperti proses *annealing*, hidrolisis, karbonisasi (Zhao *et al.*, 2010), dan hidrotermal (Zhong *et al.*, 2010), tetapi belum pernah dilakukan dengan metode *arc-discharge*. Dalam studi ini, dilakukan modifikasi TiO₂ menggunakan karbon dilakukan dengan metode *arc-discharge* termodifikasi. Metode ini menggunakan elektroda grafit dalam aliran arus dan tegangan yang tinggi (Ando *et al.*, 2004; Saraswati *et al.*, 2011) dalam media cair. Elektroda karbon yang digunakan dalam proses ini diperoleh dari elektroda grafit dari batu baterai kering bekas. Baterai kering yang biasa digunakan masyarakat dalam kehidupan sehari-hari

merupakan sarana yang dapat menyimpan energi kimia dan mengubahnya menjadi energi listrik. Komponen baterai kering adalah logam dan zat-zat kimia lain, maka berdasarkan Surat Keputusan Menteri Perindustrian Nomor : 148/MISK/1985, batu baterai kering dapat digolongkan ke dalam kategori Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) (Wawaruntu-Osman, 1996). Oleh karena itu, penggunaan elektroda batu baterai ini diharapkan dapat berperan dalam pemanfaatan kembali terhadap sampah baterai. Sedangkan untuk media cair yang digunakan adalah suspensi TiO_2 dalam etanol. Untuk mengetahui keberhasilan modifikasi TiO_2 dengan karbon, hasil material terfabrikasi diamati dan dikarakterisasi menggunakan *X-ray diffraction (XRD)*, *scanning electron microscope (SEM)* dan *energy dispersive spectroscopy (EDS)*.

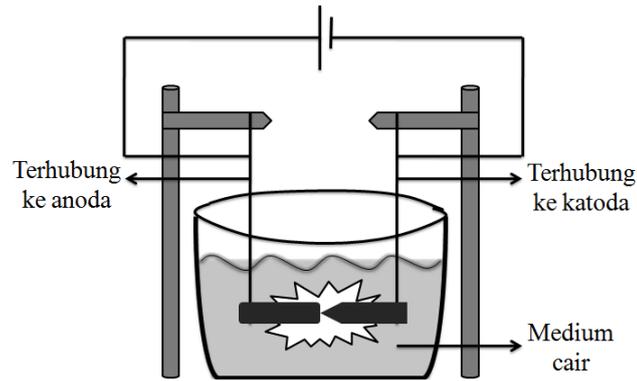
METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan diantaranya seperangkat alat *arcdischarge*, multimeter Vitara-Analog Multimeter model: YX-1000 A, *X-ray diffraction (XRD)* Bruker D8 Advance, dan *scanning electron microscope (SEM)* FEI Tipe INSPECT-s50 yang dilengkapi dengan *energy dispersive spectroscopy (EDS)*.

Bahan-bahan yang digunakan diantaranya baterai *dry cell* bekas, titanium dioksida (TiO_2) A-100 98 %, etanol 70 % (teknis) dan metilen biru (E.Merck).

Tahap Fabrikasi

Serbuk TiO_2 anatase sebesar 0,1 g yang disuspensi dalam etanol 30, 50 dan 70% dalam 250 mL sebagai medium cair dalam *arcdischarge* (Ando *et al.*, 2004). Dua buah elektroda grafit diset dalam suspensi TiO_2 dengan jarak yang dekat. Katoda dibuat tumpul dan anoda dibuat runcing untuk memudahkan terjadinya pijar api saat dialirkan tegangan listrik. Beker medium cair suspensi TiO_2 dalam *arcdischarge* direndam dalam beker berisi air yang berfungsi sebagai sistem pendingin agar etanol tidak mudah menguap. Voltase yang digunakan sebesar 20-40 V dengan arus sebesar 10-50 A. Hasil nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon didapatkan pada endapan yang melayang di permukaan medium cair yang selanjutnya dilakukan uji karakterisasi menggunakan XRD, SEM dan EDS. Skema dari percobaan ini ditampilkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Skema dari *setup* percobaan metode *arc discharge*.

Tahap Karakterisasi

Struktur nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon dapat dianalisa dengan *X-ray diffraction* (XRD, Bruker D8 Advance) untuk mengetahui data kristanilitas dan ukuran kristalnya, *scanning electron microscope* (SEM, FEI Tipe INSPECT-s50) yang dilengkapi dengan *energy dispersive spectroscopy* (EDS) untuk mengetahui morfologi permukaan dari TiO₂ termodifikasi karbon dan pemetaan unsur-unsur yang terbentuk.

PEMBAHASAN

Fabrikasi TiO₂ Termodifikasi Karbon dengan Metode *Arc Discharge*

Rangkaian alat *arc discharge* ditempatkan anoda dan katoda dimana jarak anoda dan katoda berdekatan namun tidak saling menempel. Anoda dan katoda tersebut direndam pada suspensi TiO₂ dalam etanol 30, 50 dan 70 % yang berfungsi sebagai medium cair. Kemudian dialirkan tegangan dan kuat arus tertentu ke dalam rangkaian alat *arc discharge* tersebut dimana ketika dialirkan tegangan tinggi dari anoda ke katoda terjadi loncatan ion-ion listrik yang ditandai dengan loncatan pijar api antar dua elektroda tersebut, akibat dari loncatan pijar api tersebut adalah grafit sebagai elektroda akan ter-evaporasi dan berinteraksi dengan TiO₂ yang terkandung dalam medium cair (suspensi). Interaksi tersebut akan menghasilkan nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon seiring dengan menurunnya suhu oleh lingkungan. Lingkungan disini berupa medium cair yang digunakan serta lingkungan sekitar.

Hasil menunjukkan terdapat padatan yang mengapung di permukaan dan mengendap di dasar medium cair. Padatan yang mengapung merupakan padatan yang memiliki energi permukaan tinggi sehingga ukurannya lebih kecil maka padatan yang mengapung itu yang memiliki struktur berukuran nano, di mana nanomaterial ditunjukkan dalam ukuran ≤ 100 nm (Lovestam, 2010). Padatan dikumpulkan kemudian dikeringkan

sehingga didapatkan massa kering untuk nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon dalam etanol 30, 50 dan 70% sesuai pada Tabel 1. Nanokomposit tersebut kemudian dilakukan uji karakterisasi.

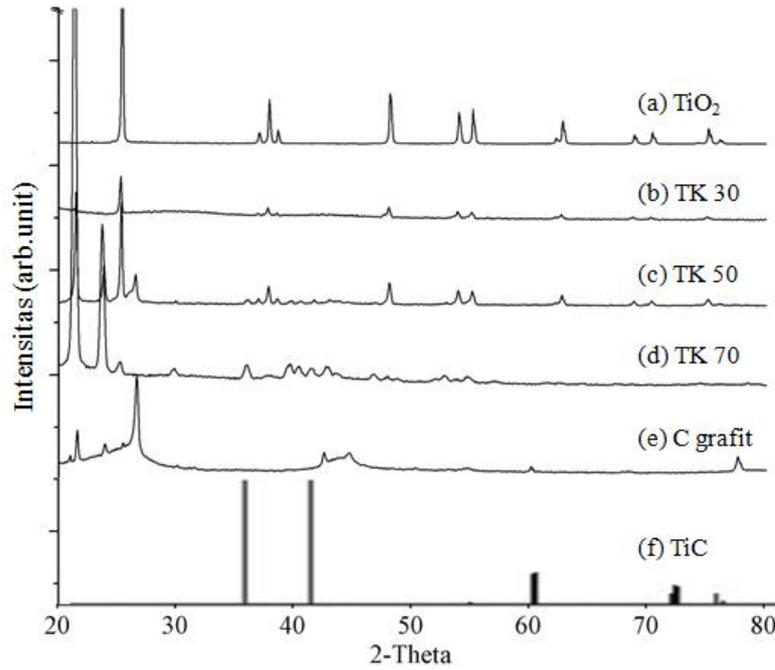
Tabel 1. Tabel massa nanokomposit dan endapan diperoleh dari berbagai kadar etanol

Kadar etanol (%)	Massa nanokomposit (g)	Massa endapan (g)
30	0,015	0,211
50	0,028	0,294
70	0,022	0,183

Tahap Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD, SEM dan EDS. Hasil karakterisasi pada XRD dapat dilihat dalam Gambar 2. Hasil karakterisasi diketahui bahwa TiO₂/Karbon dalam etanol 30 % (TK 30), TiO₂/Karbon dalam etanol 50 % (TK 50), dan TiO₂/Karbon dalam etanol 70 % (TK 70) secara berturut-turut menunjukkan puncak karbon yang semakin kristalin, hal ini ditunjukkan dengan puncak karbon yang meningkat tajam. Meningkatnya kristalinitas karbon menyebabkan kristalinitas TiO₂ semakin menurun. Hal ini mengindikasikan semakin banyak kadar etanol dalam media cair menunjukkan puncak dari karbon semakin kristalin. Dari Gambar 2 juga diketahui bahwa pada difraktogram nanokomposit TiO₂ termodifikasi karbon dalam etanol 50 % menunjukkan intensitas tertinggi ditemukan pada 2Θ sebesar 25,32° yang merupakan ciri utama dari TiO₂ (JCPDS No. 86-1157) diikuti beberapa puncak berasal dari karbon pada kisaran 20-25°. Puncak dengan intensitas lebih kecil juga ditemukan pada 26,62° yang merupakan ciri utama dari C grafit (JCPDS No.25-0284). Selain itu, ditemukan pula puncak baru pada 2Θ sebesar 36,02° yang diduga berasal dari karbida titanium (TiC) (JCPDS No.72-2496).

Beberapa hasil puncak-puncak inilah yang menandai keberhasilan terbentuknya material komposit TiO₂ termodifikasi karbon dalam etanol 50 %. Sedangkan difraktogram pada TiO₂ termodifikasi karbon dalam etanol 30 % dan 70 % juga ditemukan pula puncak baru yang menunjukkan keberhasilan terbentuknya nanokomposit TiO₂/karbon namun intensitas dari puncak baru ini tidak sebesar jika dalam etanol 50%. Hasil analisis XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dari puncak-puncak yang menunjukkan intensitas tinggi dimana dirumuskan dengan persamaan *Scherer* dalam persamaan 1.



Gambar 2. Difraktrogram hasil karakterisasi (a) TiO₂ (b) TiO₂/Karbon dalam etanol 30 % (TK 30) (c) TiO₂/Karbon dalam etanol 50% (TK 50) (d) TiO₂/Karbon dalam etanol 70 % (TK 70) (e) C grafit dan (f) TiC.

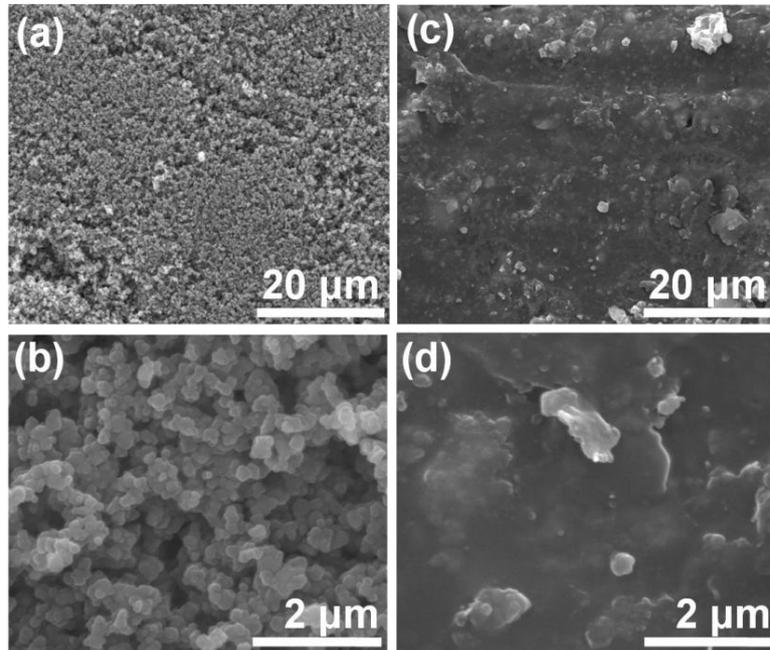
$$L = \frac{k \cdot \lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad (1)$$

Dimana L merupakan ukuran kristal, k merupakan konstanta yang digunakan sebesar 0,9. Sedangkan λ adalah panjang gelombang logam yang digunakan untuk uji XRD dan B merupakan *Full Width Half Maximum* (FWHM). Dari persamaan diatas didapatkan hasil karakterisasi nanokomposit dengan XRD yang menunjukkan ukuran kristal yang terbentuk berkisar antara 26-50 nm.

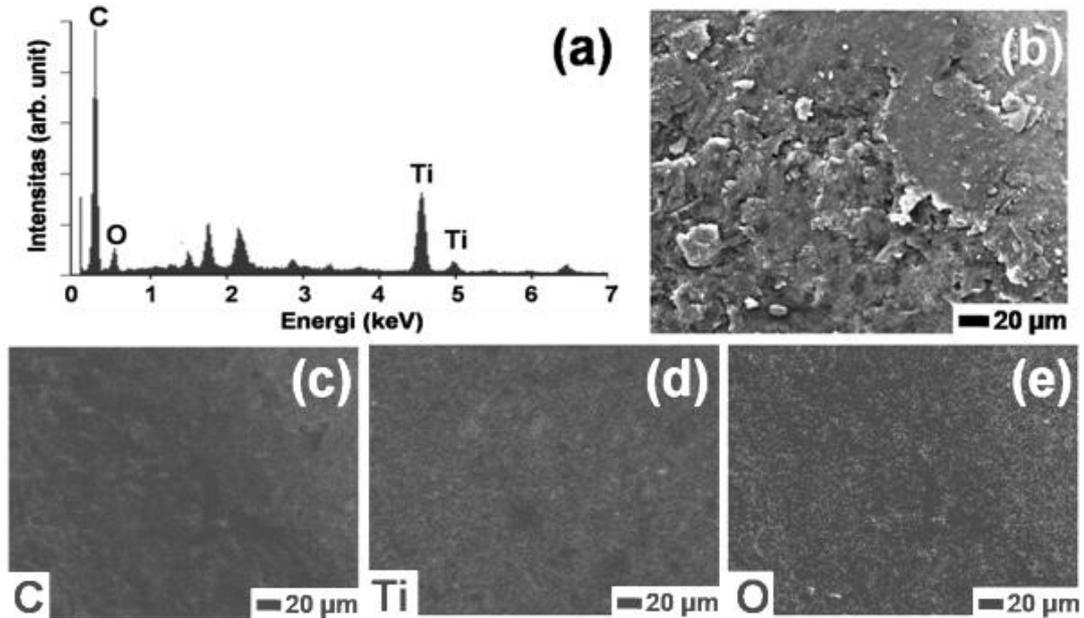
Hasil karakterisasi dengan SEM ditunjukkan pada Gambar 3 dimana (a) dan (b) adalah morfologi permukaan dari TiO₂, (c) dan (d) merupakan morfologi permukaan dari TiO₂/Karbon dalam etanol 50 %. Pada Gambar 3 (a) memperlihatkan bahwa struktur dari TiO₂ adalah *spherical* dan teratur sedangkan pada Gambar 3 (c) terlihat bahwa telah terjadi perubahan struktur pada TiO₂ dimana partikel TiO₂ teragregasi dan terselimuti karbon.

Pengamatan dengan *elemental mapping* ditunjukkan pada Gambar 4 dimana unsur karbon (C), titanium (Ti) dan oksigen (O) berhasil dikonfirmasi keberadaannya dari profil EDS dan pemetaan unsur ketiganya. Dalam Gambar 4 terlihat, warna C dan Ti cukup intens dibanding dengan unsur O. Hal ini menunjukkan oksida yang kemungkinan berasal dari titanium dioksida tidak lagi dominan setelah proses modifikasi terganti dengan senyawaan titanium karbida. Observasi material dengan SEM pada cukup luas pada Gambar 4 memperlihatkan bahwa baik unsur karbon, titanium dan oksigen terlihat

menyebarkan di setiap area menandakan keberhasilan proses fabrikasi dengan menghasilkan material yang homogen.



Gambar 3. Gambar SEM dari (a) TiO₂ pada 20 μm (b) TiO₂ pada 2 μm (c) TiO₂/Karbon dalam etanol 50 % pada 20 μm (d) TiO₂/Karbon dalam etanol 50 % pada 2 μm.



Gambar 4. Data *elemental mapping* dari (a) TiO₂/Karbon dalam etanol 50 %. Profil EDS (b) Gambar SEM dari profil EDS yang diambil (c) Pemetaan unsur karbon (d) Pemetaan unsur titanium (e) Pemetaan unsur oksigen.

KESIMPULAN

TiO₂ termodifikasi karbon telah berhasil difabrikasi menggunakan metode *arc discharge* dalam media cair suspensi TiO₂ menggunakan elektroda karbon dari batu baterai. Keberhasilan modifikasi ini dikonfirmasi dari perolehan data XRD dan SEM. Data XRD menunjukkan, fabrikasi TiO₂/Karbon yang dilakukan dalam etanol 50% memperlihatkan terbentuknya puncak baru TiC pada $2\Theta = 36,02^\circ$, selain puncak-puncak lain berasal dari TiO₂ anatase dan karbon. Dari data SEM diketahui bahwa bentuk partikel TiO₂/Karbon yang diperoleh dari proses fabrikasi berubah dari yang tadinya TiO₂ awal berbentuk bulat menjadi saling teragregasi dan terselimuti oleh karbon. Sebagai tambahan, dari data EDS dan pemetaan unsur, keberadaan unsur karbon, titanium dan oksigen berhasil pada area material yang teramati dengan SEM.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih ditujukan kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian Masyarakat Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi (DITLITABMAS DITJENDIKTI) yang telah memberikan dana penelitian ini melalui Program Kreativitas Mahasiswa-Penelitian (PKM-P) tahun anggaran 2014 dan semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Ando, Y., Zhao, X., Sugai, T., and Kumar, M., 2004. Growing Carbon Nanotubes, *Materials Today*, vol.7, no. 10, pp. 22-29.
- Khakpash, N., Simchi, A., and Jafari, T., 2012, Adsorption and Solar Light Activity of Transition-Metal Doped TiO₂ Nanoparticles as Semiconductor Photocatalyst, *Journal of Material Science: Mater Electron*, vol. 23, pp. 659-667.
- Licciulli, D.A and Lisi D., 2002, *Self-Cleaning Glass* diakses pada tanggal 9 Februari 2014, (<http://www.antonio.licciulli.unisalento.it/tesine2003/SELF%20CLEANING%20GLASS.pdf>).
- Lovestam, G., Rauscher, H., Roebben, G., Kluttgen, B.S., Gibson, N., Putaud, J., and Stamm, H., 2010, *Considerations on a Definition of Nanomaterial for Regulatory Purposes*, Joint Research Centre Reference Reports, European Commission, Joint Research Centre.
- Saraswati, T.E., Ogino, A., and Nagatsu, M., 2011, Surface Modification of Graphite Encapsulated Iron Nanoparticles by Plasma Processing, *Diamond and Related Material*, vol. 20, pp.359-363.
- Silveyra, R., Saenz, L.D.L.T., Flores, W.A., Martinez, V.C., and Elguezabal, A.A., 2005, Doping of TiO₂ with Nitrogen to Modify The Interval of Photocatalytic Activation Towards Visible Radiation, *Catalysis Today*, vol. 107-108, pp. 602-605.

- Subramani, A.K., Byrappa, K., Anada, S., Ray, K.M.L., Ranganathaiah, C., and Yoshimura, M., 2007, Photocatalytic Degradation of Indigo Carmine Dye Using TiO₂ Impregnated Activated Carbon, *Bulletin Material Science*, vol. 31, pp. 37-41.
- Wawaruntu -Osman, and Osmaliana, 1996, *Sikap dan Perilaku Masyarakat terhadap Baterai Kering Bekas*, Tesis, Depok, Pascasarjana Universitas Indonesia.
- Zhao, L., Chen, X., Wang, X., Zhang, Y., Wei, W., Sun, Y., Antonietti, M. and Titirici M., 2010, One-Step Solvothermal Synthesis of a Carbon@TiO₂ Dyade Structure Effectively Promoting Visible-Light Photocatalysis, *Advanced Material*, vol. 22, no. 30, pp. 3317-3321.
- Zhong, J., Chen, F., and Zhang J., 2010, Carbon-Deposited TiO₂: Synthesis, Characterization, and Visible Photocatalytic Performance, *Journal of Physics Chemistry*, vol. 114, no. 2, pp. 933–939.