

Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Sintesis Kadmium Sulfida (CdS) Menggunakan Metode Presipitasi Untuk Penanganan Metilen Biru Secara Fotokatalisis

EVA ASADAH¹, EKO PRABOWO HADISANTOSO¹, DAN SONI SETIADJI^{1*}

¹Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung,
Jl. A.H. Nasution No.105 A Cipadung Cibiru, Bandung Jawa Barat

* alamat email korespondensi: evaasadah23@gmail.com

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p>Kata Kunci: CdS; fotokatalisis; metilen biru; nanokristal; presipitasi</p>	<p>Kadmium sulfida (CdS) merupakan salah satu bahan semikonduktor yang banyak diaplikasikan sebagai katalis, sensor, dan bahan obat-obatan. Metode presipitasi berhasil dilakukan untuk mensintesis CdS menggunakan CdSO₄ sebagai prekursor dan Na₂S sebagai agen pengendap. Variasi kalsinasi pada suhu 200, 300 dan 400°C dilakukan untuk mengetahui pengaruh perubahan suhu terhadap ukuran kristal, kristalinitas dan celah pita. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis CdS yang dapat diaplikasikan dalam penanganan limbah metilen biru secara fotokatalisis. Karakterisasi CdS hasil sintesis dilakukan menggunakan XRD dan UV-DRS. Hasil karakterisasi menggunakan XRD menghasilkan ukuran kristal yang ditentukan menggunakan metode <i>Debye Scherrer</i> dan didapatkan ukuran kristal antara 31-35 nm yang termasuk skala nanokristal. Kristalinitas CdS hasil sintesis ditentukan menggunakan metode Landi dan didapatkan kristalinitas antara 44-50%. Hasil karakterisasi menggunakan UV-DRS menghasilkan penurunan celah pita dengan nilai antara 2,29-2,33 eV. Aplikasi CdS untuk penanganan metilen biru secara fotokatalisis dengan beberapa variasi yaitu variasi massa CdS, waktu penyinaran, konsentrasi metilen biru dan pH metilen biru. Persen dekolonisasi terbesar dihasilkan pada suhu 200°C sebesar 95,37% dengan menggunakan massa CdS sebanyak 75 mg terhadap 10 mL larutan metilen biru 10 ppm pada pH 7 dengan waktu penyinaran 180 menit.</p>
<p>Keywords: CdS; methylene blue; nanocrystal; photocatalysis; precipitation</p>	<p><i>Cadmium Sulfide (CdS) is one of the semiconductor materials this widely applied as catalysts, sensors, and medicinal materials. Precipitation method for synthesizing CdS successfully performed using CdSO₄ as a precursor and Na₂S as a precipitate agent. The variation calcination was at 200, 300, and 400°C conducted to determine the effect of temperature changes on the crystal size, crystallinity, and band gap. This study aims to synthesize CdS which is being applied towards the treatment of methylene blue waste by photocatalysis. The characterization of the synthesized CdS carried out using XRD and UV-DRS. The result of characterization using XRD has resulted in the crystal size determined using the method by Debye Scherrer and obtained crystal sizes between 31-35 nm belong to the nanocrystal scale. The crystallinity of the synthesized CdS was determined using the Landi method. And the crystallinity was between 44-50%. The result of characterization using UV-DRS has resulted in a decrease in the bandgap with a value between 2,29-2,33 eV. Application of CdS for photocatalytic treatment of methylene blue with several variations, namely variations in CdS mass, irradiation time, methylene blue concentration, and pH of methylene blue. The highest percentage of decolorization was produced at 200°C at 95,37% by using a mass of 75 mg CdS against 10 mL of 10 ppm methylene blue solution at pH 7 with an irradiation time of 180 minutes.</i></p>

PENDAHULUAN

Kadmium merupakan bahan alami yang terdapat dalam kerak bumi. Kadmium murni berupa logam berwarna putih perak dan lunak, namun bentuk ini tak ditemukan di lingkungan. Umumnya kadmium terdapat dalam kombinasi

dengan elemen lain seperti Oksigen (CdO), klorida (CdCl₂) atau belerang (CdS).

Kadmium Sulfida merupakan senyawa anorganik dengan rumus CdS. Kadmium sulfida merupakan senyawa yang tidak larut dalam air. Kadmium sulfida memiliki wujud padatan berwarna kuning. Sebagai senyawa yang mudah

diisolasi dan dimurnikan, ini adalah sumber utama kadmium untuk beberapa aplikasi komersial. CdS yang bersifat semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai katalis pada pengolahan limbah cair terutama pada limbah organik warna kuning cerahnya dapat dibuat dengan pengendapan dari garam kadmium (II) terlarut dengan ion sulfida. Kadmium sulfida memiliki struktur kubik yang stabil [1].

Dalam beberapa tahun terakhir perkembangan proses fotokatalisis diteliti secara berkala untuk mengurangi krisis energi dan pencemaran lingkungan. Namun stabilitas fotokatalis masih belum memuaskan. Untuk mengatasi masalah ini penelitian mengenai fotokatalis harus lebih ditingkatkan [2]. Kadmium Sulfida (CdS) adalah salah satu katalis yang menjanjikan. Sejumlah penelitian telah menunjukkan bahwa CdS memiliki kemampuan penyerapan cahaya yang tinggi, daerah permukaan yang luas dan aktivitas tinggi dalam proses fotokatalisis. Meskipun CdS memiliki potensi tinggi dalam proses fotokatalisis, CdS tanpa pemurnian masih menghasilkan kinerja yang kurang baik. Penghilangan pengotor pada CdS mampu mempersempit celah pita dan memungkinkan penyerapan cahaya yang lebih banyak [3].

Pada sintesis CdS banyak metode yang dapat digunakan seperti menggunakan metode presipitasi, ekstraksi, sol-gel dan hidrotermal. Metode presipitasi adalah metode pengendapan yang dilakukan dengan cara melarutkan zat aktif dalam pelarut. Lalu ditambahkan larutan lain yang dapat mengendapkan larutan tersebut. Hal ini menyebabkan larutan menjadi jenuh dan terjadi nukleasi yang cepat sehingga membentuk senyawa baru. Senyawa baru hasil pengendapan dilakukan pengeringan dan kalsinasi [4]. Kalsinasi dapat memperkuat struktur dan menghilangkan pengotor-pengotor organik. Selain itu kalsinasi dapat mempengaruhi fase, komposisi, ukuran kristal dan energi celah pita. Metode presipitasi menjadi metode yang paling banyak digunakan karena prosesnya yang sederhana, mudah dan biaya yang lebih murah. Selain itu, dengan proses yang sederhana ini dapat menghasilkan partikel yang lebih kecil hingga menjadi ukuran nano [5].

Pewarna sintetis seperti metilen biru banyak digunakan dalam pewarna medis dan pewarna serat di industri tekstil. Dalam konsentrasi tinggi pewarna metilen biru dapat menyebabkan masalah kulit yang serius, iritasi mata, dan mengurangi

aliran darah ke ginjal. Kemudian limbah pewarna yang dibuang ke badan air dapat mengganggu kemampuan fotosintesis biota dalam air karena menghalangi penetrasi sinar matahari ke dalam air dan mengurangi kadar oksigen dalam sistem perairan [6]. Selain itu, teknik pengolahan air konvensional tidak dapat menghilangkan zat warna secara efisien karena struktur kimianya yang kompleks dan sifatnya yang konstan terhadap zat pengoksidasi juga cahaya. Fotokatalisis adalah metode yang dapat digunakan untuk mengurai zat warna menjadi molekul sederhana (CO_2 dan H_2O) dengan bantuan cahaya sehingga tidak akan membahayakan lingkungan [7]. Bahan untuk sintesis fotokatalis dan adsorben bisa berasal dari limbah ataupun berasal dari bahan komersial.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis CdS dengan bahan baku Kadmium Sulfat dan Natrium Sulfida menggunakan metode presipitasi. Metode presipitasi dapat dibuat dengan mereaksikan prekursor dengan agen pengendap yang selanjutnya dilakukan kalsinasi pada suhu yang berbeda untuk mengetahui pengaruhnya terhadap fase, komposisi, ukuran kristal dan energi celah pita. Material yang terbentuk akan diaplikasikan sebagai katalis padat dalam proses fotokatalisis pewarna sintetis. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui efek fotodegradasi pada zat warna metilen biru menggunakan fotokatalis CdS dengan spektrofotometer UV-Vis.

EKSPERIMEN

Lokasi Penelitian dan Sampel

Pada penelitian ini dilakukan sintesis CdS dari kadmium sulfat dan natrium sulfida dengan metode presipitasi yang digunakan sebagai fotokatalis dalam mendegradasi zat warna metilen biru.

Material

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah CdSO_4 (p.a), Metilen Biru (p.a), HCl (p.a), Na_2S (teknis), BaCl_2 (teknis), NaOH (teknis), kertas saring whatman dan aquades.

Alat-alat yang akan digunakan meliputi gelas ukur 25 mL, gelas kimia 250 mL, labu ukur 25 mL, 100mL dan 250 mL, pipet tetes, pipet

volume 10 mL, Labu Erlenmeyer, buret, corong kaca, gelas sloki, batang pengaduk, cawan porselen 30 mL, tang krus, spatula, kem, statif, botol semprot, tabung falcon, kuvet plastik, *stirrer magnetic*, *hot plate*, oven, tanur, sentrifugasi dan neraca analitik.

Instrumentasi

X-Ray Diffraction (XRD), *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS)* dan spektrofotometer UV-Vis.

Sintesis Kadmium Sulfida

CdS disintesis dengan dua larutan prekursor. Larutan pertama yaitu kadmium sulfat dengan konsentrasi 1 M sebanyak 80 mL diaduk selama 10 menit kemudian larutan kedua yaitu natrium sulfida dilakukan hal yang sama untuk konsentrasi 1 M sebanyak 80 mL. Untuk pembuatan larutan CdSO₄ 1 M dan Na₂S 1 M. Larutan kedua dicampurkan tetes demi tetes pada larutan pertama disertai pengadukan menggunakan magnetic stirrer pada suhu ruang selama 30 menit kemudian disaring. Selanjutnya filtrat ditambahkan kembali 80 mL larutan natrium sulfida disertai pengadukan selama 30 menit kemudian disaring. Residu pertama dan kedua dicuci menggunakan aquades hingga pH netral dan bebas sulfat. Filtrat ditambahkan BaCl₂ hingga tidak terbentuk lagi endapan putih. Endapan dipanaskan pada suhu 80°C dengan waktu 2 jam. Setelah itu dilakukan kalsinasi dengan 3 variasi suhu yaitu 200, 300 dan 400°C selama 1 jam.

Karakterisasi sampel CdS

Sampel CdS hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk mengetahui struktur kristal dan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS)* untuk mengetahui celah pita.

Uji Aktivitas Fotokatalis CdS

Uji aktivitas fotokatalis CdS dilakukan terhadap zat warna metilen biru. Sebelum dilakukan uji aktivitas fotokatalis, dilakukan pembuatan larutan standar metilen biru untuk

kemudian data yang didapatkan diolah lebih lanjut dan disajikan dalam bentuk kurva kalibrasi. Pengujian awal uji aktivitas fotokatalis yaitu variasi massa CdS dengan memasukkan sebanyak 15, 30, 45, 60 dan 75 mg ke dalam 10 mL larutan metilen biru 10 ppm. Sampel uji selanjutnya disinari menggunakan sinar tampak selama 3 jam, lalu dilakukan sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 10 menit untuk memisahkan larutan metilen biru dengan fotokatalis [8]. Larutan metilen biru hasil perlakuan fotokatalis kemudian diukur absorbansinya menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Visible sehingga dapat ditentukan persen degradasi dan jumlah mol terdegradasinya. Adapun persen degradasi ditentukan melalui persamaan berikut:

$$\text{Persen Degradasi} = \frac{A_0 - A}{A_0} \times 100\%$$

Dengan:

A₀ = Konsentrasi awal larutan metilen biru

A = Konsentrasi larutan metilen biru setelah perlakuan fotokatalis[9]

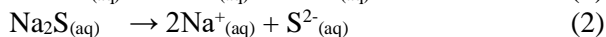
CdS yang menunjukkan aktivitas fotokatalis paling baik diuji lebih lanjut meliputi variasi waktu penyiaran, variasi konsentrasi metilen biru dan variasi pH.

HASIL DAN PEMBAHASAN

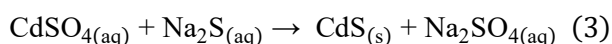
Sintesis Kadmium Sulfida (CdS)

Pada tahap sintesis ini digunakan kadmium sulfat sebagai prekursor dan natrium sulfida sebagai agen pengendap. Pemilihan kadmium sulfat sebagai prekursor karena jika dibandingkan dengan kadmium klorida atau kadmium nitrat [10] kadmium sulfat memiliki keberadaan yang lebih banyak dan harga yang relatif lebih murah. Hal pertama yang dilakukan yaitu melarutkan prekursor dan agen pengendap menggunakan aquades. Kedua bahan ini merupakan bahan yang dapat larut dalam air, adapun nilai kelarutan CdSO₄ terhadap air 875 g/L dan kelarutan Na₂S terhadap air sebesar 611g/L[11]. Hal kedua yang dilakukan adalah pengadukan selama 10 menit. Karena kedua bahan ini mudah larut dalam air maka hanya dilakukan pengadukan tanpa kenaikan suhu untuk mempercepat reaksi menjadi homogen. Pemilihan aquades sebagai pelarut

dipilih karena aquades mudah diperoleh, harganya relatif terjangkau dan juga aquades dapat melarutkan senyawa ion. Proses pelarutan prekursor dan agen pengendap sesuai dengan persamaan (1) dan (2)



Selanjutnya larutan natrium sulfida ditambahkan larutan kadmium sulfat tetes demi tetes yang bertujuan untuk mengendapkan ion Cd^{2+} untuk bereaksi membentuk endapan CdS. Penambahan larutan kadmium sulfat demi tetes disertai dengan pengadukan selama 30 menit bertujuan untuk menghasilkan partikel-partikel dengan ukuran yang lebih kecil dan mencegah aglomerasi (penggumpalan) [12]. Setelah direaksikan maka larutan berangsur berubah warna menjadi jingga seperti pada **Gambar 1**, yang mengindikasikan terbentuknya endapan CdS. Pengendapan antara Cd^{2+} dari CdSO_4 dan S^{2-} dari Na_2S membentuk CdS dapat dilihat melalui persamaan (3)



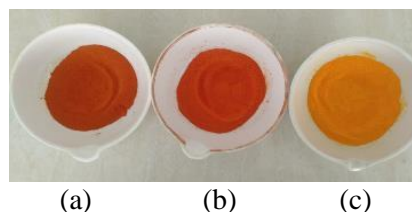
Gambar 1. Larutan CdS hasil reaksi.

Endapan yang telah terbentuk selanjutnya disaring dan filtrat diteteskan kembali ke dalam larutan natrium sulfida untuk memastikan semua Cd^{2+} dari CdSO_4 telah habis bereaksi dengan S^{2-} dari Na_2S . Endapan kemudian dicuci menggunakan aquades hingga pH dari filtrat mencapai netral. Hal ini dilakukan untuk menghentikan reaksi dan menstabilkan endapan [13]. Selain itu pencucian dilakukan untuk menghilangkan kandungan sulfat yang masih tersisa pada endapan [14]. Untuk memastikan bahwa endapan terbebas dari sulfat maka pada filtrat hasil pencucian ditambahkan BaCl_2 untuk mengetahui keberadaan sulfat. Penambahan BaCl_2 pada filtrat dilakukan hingga tidak terbentuk lagi endapan putih yang mengindikasikan bahwa

endapan terbebas dari kandungan sulfat. Adapun reaksi pengujian endapan terbebas dari kandungan sulfat ditujukan pada persamaan (4).



Setelah proses pencucian selesai dan air tidak menetes lagi selanjutnya endapan CdS dikeringkan dalam oven dengan suhu 80°C selama 2 jam. Pemanasan ini berfungsi untuk menghilangkan kadar air yang masih terkandung dalam endapan [14]. Langkah yang terakhir dari sintesis ini yaitu mengkalsinasi endapan yang telah selesai di oven dengan 3 suhu yang berbeda, yaitu CdS-1 dengan suhu 200°C , CdS-2 dengan suhu 300°C dan CdS-3 400°C semua dilakukan dalam waktu 1 jam. CdS hasil kalsinasi berupa padatan berwarna jingga. Semakin tinggi suhu kalsinasi, warna yang dihasilkan semakin terang seperti yang ada pada **Gambar 2**. Hasil ini mengindikasikan bahwa semakin tinggi suhu kalsinasi maka banyak senyawa organik yang terkandung di dalam sampel menghilang [15].



Gambar 2. Hasil kalsinasi (a) CdS-1 (b) CdS-2 dan (c) CdS-3.

Karakterisasi sampel Kadmium Sulfida (CdS)

Untuk mengkonfirmasi CdS hasil sintesis maka dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk menentukan fase, struktur dan ukuran kristal. Sedangkan karakterisasi menggunakan *UV Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-DRS) bertujuan untuk menentukan celah pita dari CdS.

X-Ray Diffraction (XRD)

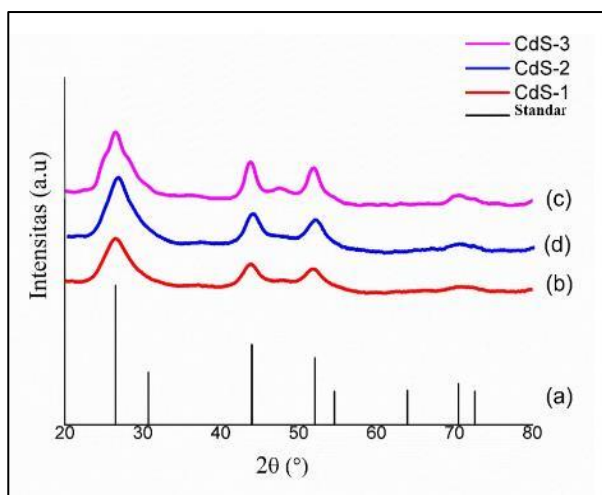
Karakterisasi menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) bertujuan untuk mengetahui fase, struktur dan ukuran kristal hasil sintesis [16]. Fase hasil sintesis ditentukan melalui pengukuran menggunakan radiasi $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0,154 \text{ nm}$) pada 2θ diantara $20-80^\circ$. Perbandingan puncak-puncak antara literatur dengan CdS hasil

sintesis dapat dilihat pada **Tabel 1**. Perbandingan puncak ini yang menentukan apakah sampel yang disintesis merupakan sampel yang diharapkan. Dari **Tabel 1** dapat dilihat bahwa 2θ yang disintesis menyerupai 2θ pada standar. Hal ini mengindikasikan bahwa CdS berhasil disintesis.

Difraktogram yang dihasilkan dari hasil pengukuran berupa puncak difraksi dengan intensitas tertentu melalui tahap *refinement* (penghalusan) yang kemudian dibandingkan dengan data standar yang diperoleh dari *Crystallography Open database* (COD) seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3**.

Tabel 1. Data 2θ Standar dan Hasil Sintesis

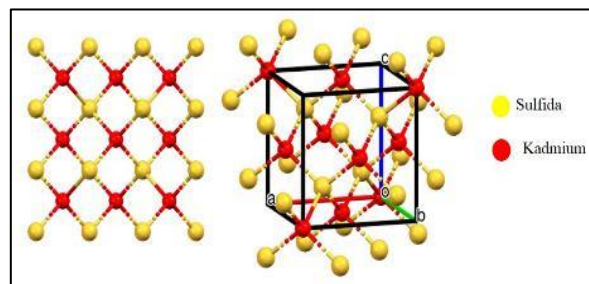
No.	2θ Kadmium Sulfida ($^{\circ}$)			
	Standar	CdS-1	CdS-2	CdS-3
1.	26,52	26,55	26,46	26,51
2.	30,71	30,75	-	30,80
3.	43,98	44,08	43,71	43,92
4.	52,10	52,17	51,83	51,91
5.	54,60	54,68	55,02	54,58
6.	63,96	64,06	64,04	63,69
7.	70,49	70,60	-	70,17
8.	86,94	87,09	87,53	86,91



Gambar 3. Pola Difraksi Hasil Sintesis.

Berdasarkan **Gambar 3** menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis merupakan senyawa CdS. Puncak-puncak difraksi yang diolah melalui aplikasi *Xpert High Score Plus* dan *Origin* memiliki keidentikan dengan *database* standar CdS dengan kode ICOD 01-075-0581. Keidentikan dari difraktogram ini ditunjukkan pada 3 puncak yang memiliki intensitas tertinggi

yaitu pada 2θ 26, 43 dan 54. Puncak CdS-3 memiliki kemiripan yang paling bagus dibandingkan dengan CdS-1 dan CdS-2 yang menandakan bahwa puncak yang paling mendekati standar memiliki kemurnian yang tinggi[17]. CdS hasil sintesis memiliki fase kristal dengan grup ruang F-43m yaitu kubus berpusat muka seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Struktur CdS hasil Sintesis

Selain menentukan fasa dan struktur sampel, hasil dari karakterisasi XRD dapat diolah untuk mengetahui ukuran partikel. Pengolahan hasil lebih lanjut menggunakan persamaan *Debye Scherrer*. Ukuran kristal dan persen kristalinitas dari sampel CdS dapat dilihat pada **Tabel 2**. Semua hasil sintesis termasuk ke dalam ukuran nano karena berada pada kisaran 1-100 nm. Semakin tinggi suhu kalsinasi menyebabkan ukuran kristal semakin besar, hal ini dikarenakan dalam senyawa CdS suhu kalsinasi yang terlalu tinggi akan menyebabkan senyawa CdS bereaksi dengan oksigen dan merubah senyawa CdS menjadi senyawa CdO [19]. Suhu kalsinasi yang tinggi menyebabkan semakin besar pula persen kristalinitasnya. Hal ini disebabkan karena pada suhu tinggi pergerakan antar partikel-partikel akan lebih reaktif dari pada suhu rendah sehingga dengan pergerakan yang cepat tersebut mengakibatkan aglomerasi dan ukuran yang dihasilkan akan lebih besar [20].

Tabel 2. Ukuran Kristal dan Kristalinitas CdS.

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Persen Kristalinitas (%)
CdS-1	31,65	44,74
CdS-2	32,45	46,37
CdS-3	34,10	50,70

Pada parameter kisi umumnya terdapat tiga konstanta yaitu a, b dan c. Selain itu diperoleh alpha (α), beta (β) dan gamma (γ) seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3** yang merujuk pada

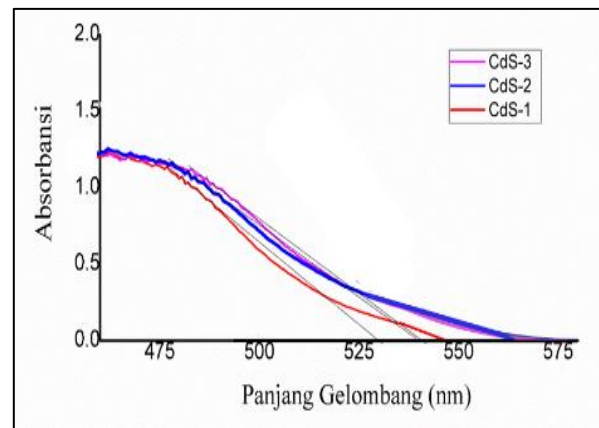
dimensi fisik satuan sel satuan dalam kisi kristal. Parameter kisi yang telah ditentukan menggunakan metode Le Bail selanjutnya dilakukan pencocokan. Keberhasilan pencocokan dengan metode Le Bail dapat ditentukan berdasarkan nilai kesesuaian atau Goodnes-of-Fit (GoF), hasil faktor profil (Rp) dan faktor profil berbobot (RwP) [20]. Dari data yang ada pada **Tabel 3** menunjukkan adanya kesesuaian antara data terhitung dan terukur cukup baik.

Tabel 3. Parameter Kisi CdS.

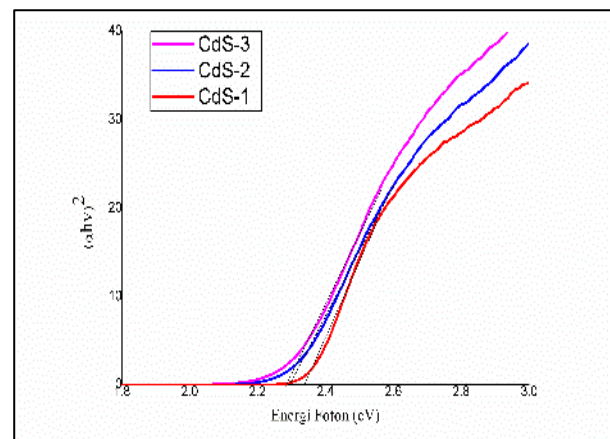
Parameter Kisi	Standar	CdS-1	CdS-2	CdS-3
Bentuk	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
Grup ruang	F-43m	F-43m	F-43m	F-43m
a (Å)	5,8180	5,8100	5,8140	5,8200
b (Å)	5,8180	5,8100	5,8140	5,8200
c (Å)	5,8180	5,8100	5,8140	5,8200
α (°)	90,00	90,00	90,00	90,00
β (°)	90,00	90,00	90,00	90,00
γ (°)	90,00	90,00	90,00	90,00
Goodness-of-Fit (%)	<4 %	1,66 %	2,12 %	1,68 %
Rp (%)	< 20 %	14,04 %	13,99 %	14,05 %
RwP (%)	< 20 %	17,76 %	16,20 %	17,83 %

Karakterisasi UV-Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-DRS)

Karakterisasi menggunakan *UV-Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-DRS) bertujuan untuk menentukan celah pita dari masing-masing CdS hasil sintesis. Hasil yang didapatkan pada karakterisasi ini yaitu absorbansi, reflektivitas dan panjang gelombang [21]. Dalam penentuan celah pita bisa dilakukan dengan dua metode, yaitu metode *absorbance edge* dan metode *taue plot*. Dalam metode *absorbance edge* data yang digunakan digambarkan seperti yang ada pada **Gambar 5**. Metode *taue plot* digunakan untuk menentukan Nilai celah pita fotokatalis yang berlaku untuk semikonduktor [22]. Data yang digunakan dibuat grafik hubungan antara transmitansi ($\alpha h\nu^2$) terhadap energi celah pita (eV) seperti pada **Gambar 6**. Dengan melakukan ekstrapolasi dari bagian linear grafik transmitansi ($\alpha h\nu^2$) terhadap energi celah pita (eV) yang membentuk garis lurus menuju sumbu x ($h\nu$), maka diperoleh nilai energi yang dinamakan celah energi atau *band gap*.



Gambar 5. Grafik Hasil Uji UV-DRS Metode *absorbance edge*.



Gambar 6. Grafik Hasil UV-DRS Metode *taue plot*.

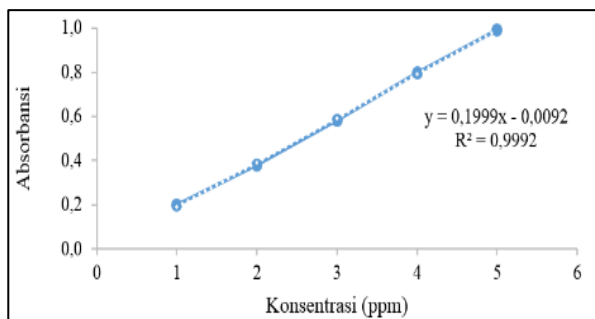
Berdasarkan data pada **Tabel 4** menunjukkan bahwa celah pita hasil sintesis mengalami penurunan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Syahputra dkk diketahui bahwa celah pita dari CdS sebesar 2,50 eV. Hal ini menunjukkan bahwa suhu kalsinasi dapat mempengaruhi celah pita yang terbentuk. Suhu kalsinasi akan menyebabkan pembentukan kristal semakin cepat sehingga memungkinkan untuk terjadinya aglomerasi. Aglomerasi akan mempengaruhi pergeseran serapan dan juga menyebabkan timbulnya celah pita baru antara pita valensi dan pita konduksi sehingga dapat menurunkan nilai Eg. Semakin kecil celah pita yang terbentuk maka energi yang dibutuhkan untuk terjadinya eksitasi elektron semakin kecil [23]. Hal ini akan membuat adsorpsi cahaya dari sampel akan menjadi lebih besar. Kenaikan adsorpsi sinar akan memberikan potensi aplikasi fotokatalisis yang lebih baik.

Tabel 4. Nilai Celah Pita Hasil Sintesis

Sampel	Metode		Rata-rata (eV)
	absorbance edge (eV)	taue plot (eV)	
CdS-1	2,32	2,35	2,34
CdS-2	2,30	2,28	2,29
CdS-3	2,29	2,27	2,28

Aplikasi CdS dalam Penurunan Intensitas Zat Warna Metilen Biru

Pada proses ini CdS yang telah terbentuk diuji untuk penurunan intensitas zat warna metilen biru. Terdapat beberapa tahap dimulai dengan pembuatan kurva kalibrasi sampai pengujian sampel dengan beberapa variasi yaitu massa, waktu kontak, konsentrasi dan pH. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan kinerja CdS yang optimal. **Gambar 7** merupakan kurva kalibrasi yang akan digunakan sebagai pembanding dari proses degradasi zat warna metilen biru.

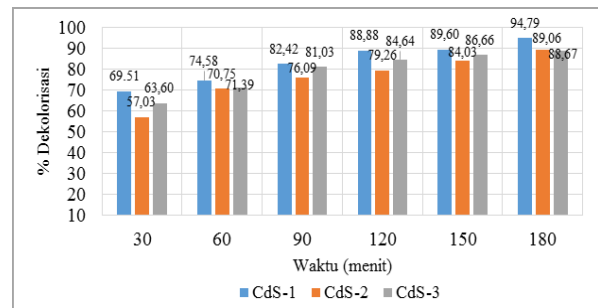


Gambar 7. Kurva Deret Standar Metilen Biru

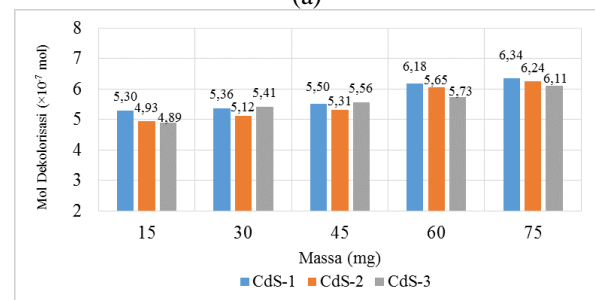
Aplikasi fotokatalis pada **Gambar 8** menunjukkan bahwa penurunan suhu kalsinasi memiliki peranan dalam meningkatkan kualitas fotokatalis. Semakin besar massa CdS menghasilkan proses fotokatalisis yang lebih baik. Hal ini disebabkan karena seiring dengan bertambahnya massa fotokatalis maka semakin banyak area serapan energi. Sehingga radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang dihasilkan akan semakin banyak. Radikal ini yang akan memecah metilen biru menjadi molekul yang lebih sederhana dan ramah lingkungan [24].

Aplikasi fotokatalis pada **Gambar 9** menunjukkan bahwa penurunan suhu kalsinasi memiliki peranan dalam meningkatkan kualitas fotokatalis. Pengaruh waktu penyinaran pada hasil persen dekolorisasi disebabkan semakin lama penyinaran menyebabkan semakin banyak energi yang diperoleh elektron untuk eksitasi. Maka

semakin banyak jumlah ($\bullet\text{OH}$) yang terbentuk. Semakin banyak jumlah hidroksi radikal dalam larutan dapat meningkatkan proses pemutusan ikatan pada metilen biru. Terputusnya ikatan tersebut dapat menyebabkan hilangnya warna biru dalam larutan. sehingga akan menurunkan intensitas warna metilen biru.

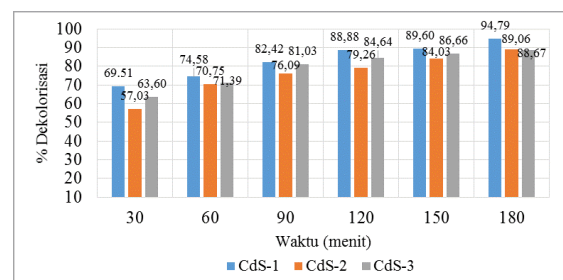


(a)

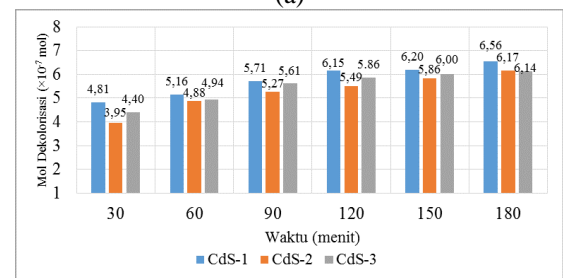


(b)

Gambar 8. Grafik Pengaruh Massa CdS terhadap (a) Persen Dekolorisasi dan (b) Mol Dekolorisasi Metilen Biru.



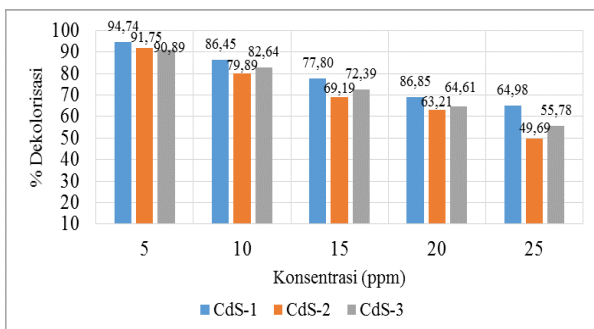
(a)



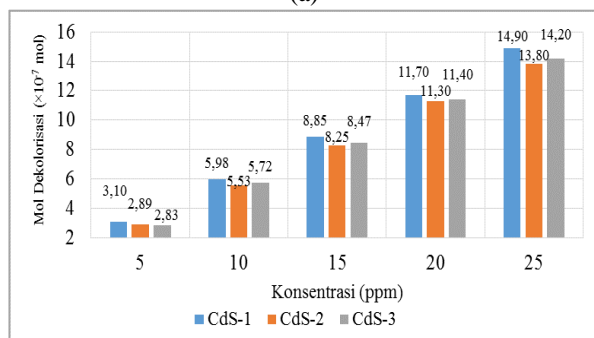
(b)

Gambar 9. Grafik Pengaruh Waktu penyinaran terhadap (a) Persen Dekolorisasi dan (b) Mol Dekolorisasi Metilen Biru.

Aplikasi fotokatalis pada **Gambar 10** menunjukkan bahwa penurunan suhu kalsinasi memiliki peranan dalam meningkatkan kualitas fotokatalis. Pengaruh konsentrasi metilen biru terhadap degradasi zat warna metilen biru yaitu konsentrasi yang semakin tinggi akan menghambat radiasi cahaya untuk masuk ke dalam larutan dan mengenai permukaan katalis karena tertutup oleh partikel-partikel senyawa target. Selain itu konsentrasi yang tinggi menyebabkan lebih banyak senyawa target yang harus diuraikan menjadi senyawa sederhana. Sedangkan terjadi peningkatan mol dekolorisasi pada konsentrasi yang lebih tinggi. Hal ini dipengaruhi oleh semakin meningkatnya konsentrasi metilen biru menyebabkan lebih massa metilen harus diubah menjadi molekul yang lebih sederhana.



(a)

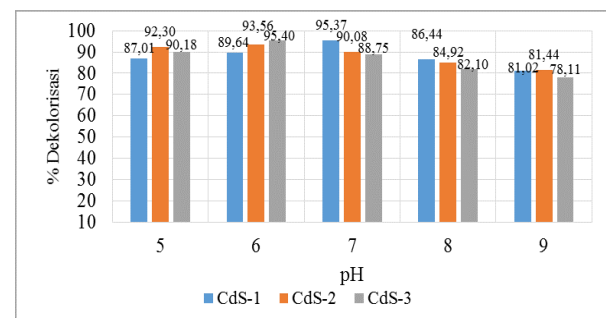


(b)

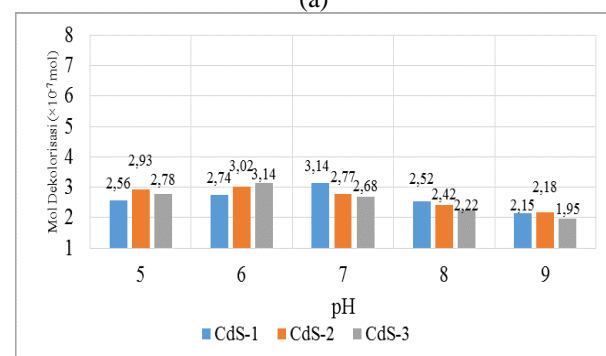
Gambar 10. Grafik Pengaruh Konsentrasi terhadap (a) Persen Dekolorisasi dan (b) Mol Dekolorisasi Metilen Biru

Aplikasi fotokatalis pada **Gambar 11** menunjukkan bahwa penurunan suhu kalsinasi memiliki peranan dalam meningkatkan kualitas fotokatalis. pH berperan penting dalam mendegradasi zat warna metilen biru. Dalam kasus ini pH yang semakin tinggi menyebabkan degradasi metilen biru menjadi menurun. Menurut Fereitas dkk ketika pH dalam suasana basa

permukaan katalis dapat menghasilkan lebih banyak radikal hidroksil yang merupakan oksidator dan merupakan sumber degradasi zat warna metilen biru [25]. Namun pada kasus ini tidak terjadi kenaikan degradasi metilen biru. Hal ini dikarenakan CdS memiliki kelemahan sifat yaitu sedikit larut dalam suasana basa [26]. Walaupun dalam kasus ini katalis CdS tidak laut. Kondisi inilah yang menyebabkan kinerja dari katalis dalam suasana basa menurun. CdS dalam kondisi basa memerlukan waktu yang lebih lama untuk memaksimalkan kinerjanya dalam mendegradasi zat warna metilen biru. pH netral menjadi nilai yang paling optimum karena saat kondisi netral katalis dapat bekerja secara optimum untuk mendegradasi zat warna metilen biru.



(a)



(b)

Gambar 11. Grafik Pengaruh pH terhadap (a) Persen Dekolorisasi dan (b) Mol Dekolorisasi Metilen

SIMPULAN

Hasil sintesis CdS menggunakan prekursor CdSO_4 dan agen pengendap Na_2S dengan menggunakan metode presipitasi menunjukkan bahwa penurunan suhu kalsinasi menghasilkan CdS yang lebih baik dari segi ukuran kristal, celah pita dan hasil fotokatalisis dengan ukuran kristal antara 31-35 nm. Setra persen kristalinitas antara 44-50%. Sedangkan, hasil analisis UV-DRS

menunjukkan ukuran celah pita memiliki nilai antara 2,90-2,33 eV. Kondisi optimum dari sintesis CdS dalam mendegradasi zat warna metilen biru terjadi pada suhu 200°C. Dengan massa CdS 75 mg, waktu penyinaran 180 menit, konsentrasi 5 ppm dan pH 7 dengan jumlah mol terdecolorisasi sebanyak $3,10 \times 10^{-7}$ mol dan persentase decolorisasi 95,37%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Laboratorium Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung yang telah memberikan fasilitas penelitian ini.

REFERENSI

- [1] Kumar. Atul, C. Prathiba dan Velleila. Poonam, "A Comparative Study On The Treatment Methods of Textile Dye Effluents," *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, vol. 4, no. 1, pp. 763-771, 2012.
- [2] Kiure. Sanjeev dan Tonny. Azereety, "Visible light induced photocatalytic degradation of Methylene blue and Rhodamine B from the catalyst of CdS nanowire," *Chemical Physics Letters*, 2017.
- [3] Atep. Alzaidien, S "Adsorption of Methylene Blue From Aquous Solution Onto a Low-Cost Natural Jordanian Tripoli," *American Journal of Applied Sciences*, vol. 06, pp. 1047-1058, 2009.
- [4] Maldonado. Hosokawa, Herry. Makio, N. Kiyoshi dan Nelly. Tjuisy. Y, *Nanoparticle Technology Handbook*, Osaka Jepang: eBook ISBN, 2007.
- [5] Qi Xiao Chels, "reparation and Visible Light Photocatalytic," *Journal Youngest Physic*, ada kaderesa vol. 1, no. 4, pp. 71-80, 2007.
- [6] Ijatama, Sumarlan, "Optimasi Fotodegradasi Metil Oranye Menggunakan Fotokatalis TiO₂/Al₂O₃ Montmorilonit," *J. Pijar MIPA*, vol. 10, no. 1, pp. 22-28, 2015.
- [7] P.W. Atkins, *Physical Chemistry*, Bandung: Penerbit Erlangga 2017
- [8] Yequil. Kiao. K, Belly. Sharifah. A dan Weeno. L. Chein, "Precipitation of high crystalinty nonocrystal by ionik liquid," *Biomass and Bioenergy*, vol. 81, pp. 584-591, 205.
- [9] F, Kuchenmeister, *Acute Exposure Guideline Levels for Selected Airborne Chemicals*, National Research Council, Division on Earth and Life Studies, Board on Environmental Studies and Toxicology, Committee on Toxicology, Committee on Acute Exposure Guideline Levels, 2006.
- [10] Maldy. Motkata, F "Synthesis and structural characterization of CdS nanoparticles,," pp. 1457-1465, 2019.
- [11] Cecilia. Housecroft, E and Aqmaldy. Sharpe, G, *Inorganic Chemistry*, 2nd ed., London: Pearson Education Limited, 2005.
- [12] Jhond. Eksteen. J, Alery. Oray, E. "A conceptual process for copper extraction," Vol.7 No.1 pp. 53-66, 2017.
- [13] N. Satarehshenas. S. H. Hossni dan G. Ahmadi. "Optimization and kinetic Development for Photocatalytic Dye Degradation" *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2017
- [14] Neilan. Qutub. "synthesis of CdS nanoparticles using different sulfide ion precursors;," Vol.1 p. 22, 2016.
- [15] M. Abdullah. Khoirul, "Review : Karakterisasi nanomaterial," *nanosais and nanoeknologi*, vol. II, pp. 1-10, 2009.
- [16] Herman. Poernomo, "Informasi umum kalsinasi," *Badan Tenaga nuklir nasional, Pusat teknologi akselelator dan proses bahan*, 2012.
- [17] Michael. Design, "Temperature-Depended" *Phase Transition*, USA: inc, 2009.
- [18] A. Gaber. A, R. Mouracch dan A. Y. Abdelatif, "Influence of calcintion temperature on the structur and porosity of nanocrystaline CdS synthesize by a conventional precipitation metod," *international journal of electrochemical science* 9, pp. 81-95, 2013.
- [19] Borne. Fereitas, M dan Ferly. Rosalem,S., "Electrochemical recovery of cadmium from spent Ni-Cd batteries", Vol.2 p. 5, 2004.
- [20] A. syahputra, R., "Uji Degredasi Senyawa Organik Congo Red Menggunakan Elektroda Fe₂O₃ Secara Fotokatalisis di Bawah Radiasi Sinar Ultra Violet Visible," *Universitas Halu Oleo*, 2016.
- [21] Keen. Tanong, "Recovery of metals from a mixture of various spent batteries by a," Vol.1 pp. 95-107, 2016.

- [22] M. Maldonado, M. D. Oleksiak, S. Chinta and J. D. Rimer, "Controlling Crystal Polymorphism in Organic-Free Synthesis of Na-Zeolites," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 135, p. 2641–2652, 2013.
- [23] Mega. Gratzel "Review : Dye-Sensitized Solar Cells," *Journal of Photochemistry and Photobiology*, vol. 4, no. 1, pp., pp. 145-153, 2003.
- [24] Effendy, "Logam, Aloi, Semikonduktor dan Superkonduktor,," Malang: Banyumedia Publishing 2010.
- [25] D. Haliday., *Fisika Modern*, Jakarta: Erlangga, 1990.
- [26] Jhony. Herman. "heterogenous photocatalysis fundamental and application to the removal of various type of aqueous pollutants," *Catal today*, vol. 1 %, pp. 115 - 129, 1999.