

Variasi Penambahan CTABr Sebagai *Template* Terhadap Pembentukan TiO₂ Anatase Dari Senyawa Natrium Titanat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis

(Variation of CTABr as a *Template* for the Formation of TiO₂ Anatase from Natrium Titanate Compound and Application as a Photocatalyst)

Widya Puspita Dewi, Tanti Haryati, Suwardiyanto, Yudi Aris Sulistiyo, Novita Andarini
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember (UNEJ)
Jln. Kalimantan 37, Jember 68121
E-mail: tanti@unej.ac.id

Abstrak

TiO₂ anatase mesopori (ukuran pori 2-50 nm) memiliki aktivitas fotokatalitik yang besar. Metode sintesis kimia padat dapat digunakan sebagai alternatif untuk memperoleh TiO₂ anatase dari natrium titanat dengan menggunakan prekursor yang murah berupa TiO₂ *rutile* komersial. Surfaktan CTABr (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) mampu menghasilkan TiO₂ anatase mesopori dengan kemampuannya sebagai *template* atau agen pembentuk pori. Penelitian ini bertujuan mengetahui pengaruh variasi penambahan CTABr terhadap distribusi ukuran pori, volume total pori, luas permukaan TiO₂ dan aktivitas fotokatalitik TiO₂ hasil sintesis. Sintesis dilakukan menggunakan metode reaksi kimia padat dengan penambahan variasi perbandingan mol CTABr dan tanpa penambahan CTABr sebagai pembanding. Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Powder Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan *Gas Sorption Analyser (GSA)* untuk mengetahui struktur, morfologi dan sifat pori TiO₂. TiO₂ anatase mesopori hasil sintesis diaplikasikan sebagai fotokatalis dalam mendegradasi metilen biru. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa TiO₂ anatase mesopori berhasil didapatkan dengan morfologi partikelnya berbentuk seperti balok, sisi tidak seragam serta ukuran partikel berkisar 200-500 nm. Variasi penambahan CTABr tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap distribusi ukuran pori, volume total pori, luas permukaan dan aktivitas fotokatalitik dari TiO₂ anatase mesopori, dengan hasil distribusi pori mayoritas pada 2 nm dan aktivitas fotokatalitik sekitar 77%.

Kata Kunci: CTABr, natrium titanat, TiO₂ mesopori, fotokatalisis.

Abstract

Mesoporous anatase TiO₂ (pore size 2-50 nm) has a large photocatalytic activity. solid-phase synthesis method can be used as an alternative to obtain anatase TiO₂ from sodium titanate using cheap precursor of commercial rutile TiO₂. CTABr (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) surfactant is able to produce mesoporous anatase TiO₂ with its ability as a template or pore-forming agent. This study aims to determine the effect of variations in the addition of CTABr on pore size distribution, total pore volume, surface area of TiO₂ and photocatalytic activity of synthetic TiO₂. Synthesis was carried out using the method of solid chemical reaction with the addition of CTABr mole ratio variations and without the addition of CTABr as a comparison. Characterization using XRD (*X-Ray Powder Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*) and *Gas Sorption Analyser (GSA)* determine the structure, morphology and pore properties of TiO₂. Synthesized mesoporous TiO₂ was applied as a photocatalyst to degrade methylene blue. The results of this study indicate that mesoporous TiO₂ was successfully obtained by particle morphology shaped like a beam, non-uniform sides and particle size ranging from 200-500 nm. The addition of CTABr variation did not have a significant effect on the pore size distribution, total pore volume, surface area and photocatalytic activity of mesoporous anatase TiO₂, with the results of majority pore distribution at 2 nm and photocatalytic activity around 77%.

Keywords: CTABr, sodium titanate, mesoporous anatase TiO₂, photocatalysis.

PENDAHULUAN

TiO₂ (Titanium dioksida) dalam bentuk kristal anatase mesopori (ukuran pori 2-50 nm) memiliki aktivitas fotokatalitik yang besar. Hal ini dikarenakan luas permukaannya yang tinggi sehingga sisi aktif per unitnya lebih besar [1]. Energi *band-gap* TiO₂ anatase paling besar dibandingkan bentuk kristal *rutile* dan *brookite* yaitu 3,2 eV [2], serta distribusi pori yang homogen merupakan karakteristik yang ideal untuk berbagai aplikasi, salah satunya adalah fotokatalisis [3].

Metode sintesis yang sering digunakan untuk menghasilkan TiO₂ anatase mesopori yaitu sol-gel dan hidrotermal. Metode sol-gel dapat dibuat pada suhu rendah,

tetapi kristanilitas yang dihasilkan rendah [4], sedangkan metode hidrotermal masih diperlukan pengaturan kondisi suhu, tekanan tinggi, dan mineralizer untuk mempercepat kristalisasi [5]. Sintesis TiO₂ anatase mesopori umumnya banyak menggunakan prekursor TiX₄ seperti Ti(SO₄)₂ [3] dan TiCl₄ [6]. Harga prekursor-prekursor tersebut relatif mahal [7], sehingga dibutuhkan metode alternatif lain yang lebih murah dan mudah.

Metode alternatif lain yang dapat digunakan adalah sintesis kimia padat (*Solid State Synthesis*). Sujaridworakun, dkk. [8] melaporkan TiO₂ anatase berhasil disintesis dari natrium titanat menggunakan metode sintesis kimia padat dengan perbandingan variasi mol reaktan TiO₂

rutile: Na_2CO_3 dan suhu kalsinasi. TiO_2 anatase ukuran kristal 102 nm dan luas permukaan $16,7 \text{ m}^2/\text{g}$ dengan aktivitas fotokatalitik terbaik untuk mendegradasi metilen biru dalam larutan berair tanpa iradiasi UV dengan kecepatan degradasi sebesar $32,0 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$ didapatkan pada perbandingan 1; 1,58 (m/m), suhu sintesis $850 \text{ }^\circ\text{C}$ dan suhu kalsinasi $600 \text{ }^\circ\text{C}$. TiO_2 anatase juga dilaporkan berhasil disintesis dari natrium titanat menggunakan metode sintesis kimia padat dengan variasi perbandingan mol reaktan, suhu sintesis, lama pemanasan dan suhu kalsinasi. TiO_2 anatase diperoleh dari bahan awal TiO_2 *rutile* dan natrium karbonat dengan perbandingan mol reaktan 1:2 $\text{TiO}_2:\text{Na}_2\text{CO}_3$ pada suhu sintesis $850 \text{ }^\circ\text{C}$ dan suhu kalsinasi $600 \text{ }^\circ\text{C}$ [9]. Metode ini menggunakan prekursor yang relatif murah yaitu TiO_2 *rutile* komersial yang digunakan sebagai pigmen dalam cat, dan terdapat banyak di alam.

TiO_2 anatase mesopori telah dikembangkan dengan berbagai metode menggunakan *template* untuk membentuk struktur pori. Surfaktan dengan konsentrasi tertentu dalam larutan, akan membentuk struktur *template* yang merupakan media untuk pembentukan struktur mesopori [10]. Surfaktan yang biasa digunakan pada sintesis TiO_2 anatase mesopori adalah *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTABr) seperti yang dilaporkan Peng, dkk. [3] dan Rahmawati [11]. CTABr merupakan surfaktan kationik yang dapat terionisasi sepenuhnya dalam air dengan bagian aktif pada permukaannya mengandung muatan positif [12]. CTABr mampu mereduksi ukuran kristal menjadi lebih kecil sehingga pori yang terbentuk akan semakin banyak [6].

Surfaktan CTABr sebagai *template* dilaporkan digunakan pada penelitian Nurhayati [13] dengan memvariasikan molarnya menggunakan metode sol gel yang diikuti perlakuan hidrotermal. Hasil menunjukkan semakin meningkatnya konsentrasi dari surfaktan CTABr menyebabkan rata-rata ukuran pori yang semakin besar. Pada CTABr 1,25 w/w% didapatkan rata-rata ukuran pori 29,59 nm dan pada CTABr 1,5 w/w% rata-rata ukuran pori sebesar 37,38 nm. Rahmawati, dkk. [11] juga melaporkan variasi CTABr untuk mengetahui pengaruh sebagai media pencetak pori, dengan variasi konsentrasi 4,8,12 dan 16 mM menghasilkan luas permukaan tertinggi pada konsentrasi 12 mM sebesar $16,5057 \text{ m}^2/\text{g}$ dan distribusi porinya banyak berada pada kisaran 45 angstrom menunjukkan dengan variasi konsentrasi CTABr termasuk dalam kategori mesopori. CTABr pada penelitian Peng, dkk. [3] menggunakan metode hidrotermal dengan perbandingan mol $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2:\text{CTABr}:\text{H}_2\text{O}$ (1: 0,12 : 100) dan variasi suhu kalsinasi didapatkan ukuran pori 2,5 nm dan persen degradasi 97% dengan aktifitas fotokatalitik terbaik dihasilkan pada suhu kalsinasi $400 \text{ }^\circ\text{C}$.

Berdasarkan hasil penelitian Sujaridworakun, dkk.[8] dan Suwardiyanto [9] pada penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO_2 anatase dari natrium titanat dengan perbandingan mol reaktan ($\text{TiO}_2:\text{Na}_2\text{CO}_3$) 1:4, suhu sintesis $800 \text{ }^\circ\text{C}$ dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu $500 \text{ }^\circ\text{C}$, karena pada penelitian sebelumnya sudah dilaporkan TiO_2 anatase berhasil disintesis menggunakan metode sintesis kimia padat tersebut. Penambahan surfaktan *Cetyltrimethylammonium Bromide* (CTABr) dengan variasi

rasio $\text{TiO}_2:\text{CTABr}:\text{H}_2\text{O}$ dilakukan karena belum ada penelitian sebelumnya yang melakukan sintesis TiO_2 anatase mesopori dari natrium titanat, dengan harapan mampu menghasilkan TiO_2 anatase mesopori dengan ukuran pori yang semakin besar dengan semakin meningkatnya konsentrasi CTABr [13]. Selain itu, dibuat juga sampel pembanding yaitu TiO_2 tanpa penambahan CTABr untuk mengetahui peran CTABr sebagai agen pembentuk pori. Variasi penambahan CTABr dalam sintesis TiO_2 mesopori juga dilihat pengaruhnya terhadap aktivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi metilen biru.

METODE PENELITIAN

Peralatan

Alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya yaitu peralatan gelas, spatula, mortar + pestel, *ball* pipet, oven (Memmert), desikator, neraca analitik (*Ohaus Analytical Plus*), botol semprot, penangas listrik, set alat sentrifugasi, tungku *furnice* (Barnstead Thermolyne 1400), magnet stirer dan anak stirer, pH universal MColorpHast™, set alat *X-Ray Powder Diffraction* (XRD; X'pertPRO PANalytical), set alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM; JEOL JBM 636OLA), *Gas Sorption Analyser* (GSA) merk *Quantachome TouchWin V1.1*, set alat fotokatalis, lampu UV GEN.STAR 15 Watt dan spektrofotometer UV-Vis Hitachi U-2900.

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya yaitu, padatan TiO_2 *rutile* teknis, padatan Na_2CO_3 teknis, HCl (Merck,37%), HNO_3 65%, Na_2SO_4 p.a, NaOH (Merck, 99%), indikator PP, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ p.a, resin penukar kation teknis, akuades, aseton teknis, surfaktan CTABr (Merck) dengan variasi perbandingan mol $\text{TiO}_2:\text{CTABr}:\text{H}_2\text{O}$ (1:0,09:100; 1:0,12:100 dan 1:0,15:100), metilen biru.

Prosedur

a. Sintesis TiO_2 Anatase

Padatan Na_2CO_3 dan TiO_2 *rutile* dengan rasio mol 4 : 1 (m/m) dicampur dalam wadah kemudian dihomogenkan dan penggerusan. Selanjutnya dipanaskan dalam *furnace* pada suhu $800 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam

Resin penukar kation dilarutkan dalam akuades dan diaduk. Campuran yang diperoleh kemudian didekantasi. Diulangi sampai diperoleh cairan tidak berwarna. Campuran resin dipindahkan ke dalam buret 50 mL yang terdapat *glasswool* pada bagian bawahnya kemudian ditambah air dan dicuci sampai bersih menggunakan akuades dengan dikeluarkan sampai berada 1 cm diatas resin [14]. HCl 2 M sebanyak 250 mL dimasukkan ke dalam resin dan dialirkan melalui buret selama 25-30 menit. Asam yang berlebih kemudian dialirkan keluar sampai diatas permukaan resin dan sisa asam yang tertinggal dibilas menggunakan akuades sampai diperoleh cairan netral.

Padatan natrium titanat yang diperoleh dilarutkan dalam akuades. Proses ini dilakukan sampai diperoleh larutan yang mendekati netral. Larutan ini kemudian dilewatkan pada resin penukar kation yang telah disiapkan. Larutan yang keluar dari kolom (buret) resin penukar kation ditampung, kemudian diukur pHnya. Larutan kemudian

diuapkan pada suhu 100 °C sampai diperoleh endapan. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C. Endapan kering kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui keberhasilan tahap denatriasi dengan terbentuknya TiO_2 amorf.

TiO_2 amorf hasil denatriasi, kemudian ditambahkan surfaktan CTABr dengan variasi rasio mol TiO_2 : CTABr: H_2O (1: 0: 100; 1: 0,09: 100; 1: 0,12: 100; 1: 0,15: 100). Larutan dihomogenkan dengan *magnetic stirer* selama 8 jam [15]. Campuran kemudian diuapkan. Endapan yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 3 jam [3].

b. Karakterisasi TiO_2 Anatase Mesopori

TiO_2 Anatase Mesopori hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristal dari sampel TiO_2 , SEM (*Scanning Electrons Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dari sampel TiO_2 serta GSA (*Gas Sorption Analyzer*) untuk mengetahui distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan TiO_2 hasil sintesis.

c. Pengujian Aktivitas Fotokatalisis TiO_2 Anatase

Metilen biru disiapkan dengan konsentrasi 4 ppm, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Serbuk TiO_2 yang diperoleh pada proses kalsinasi sebanyak 0,01 g disuspensikan pada 20 mL larutan metilen biru 4,0 ppm. Suspensi tersebut distirer dan disinari dengan lampu UV selama 20 menit sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet. Larutan sampel yang telah diuji fotodegradasi diendapkan, kemudian diukur kembali absorbansinya [8]. Penentuan konsentrasi metilen biru (x) didapatkan dari persamaan regresi $y = mx + c$, untuk mengukur persentase degradasi metilen biru yang ditunjukkan pada persamaan (1), sebagai berikut [16]:

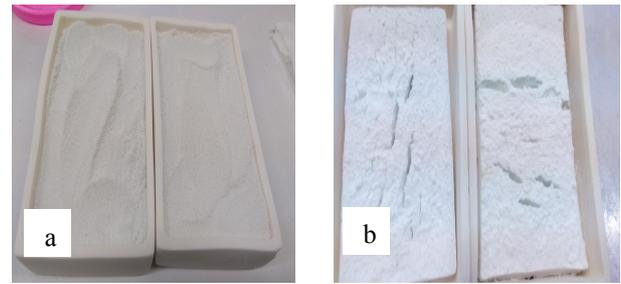
$$\text{Degradasi} = \frac{C_0 - C_T}{C_0} \times 100 \quad (1)$$

Keterangan : (C_0) konsentrasi awal larutan (ppm) dan (C_T) konsentrasi larutan pada waktu ke-t (ppm).

HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Hasil Sintesis dan Denatriasi Natrium Titanat

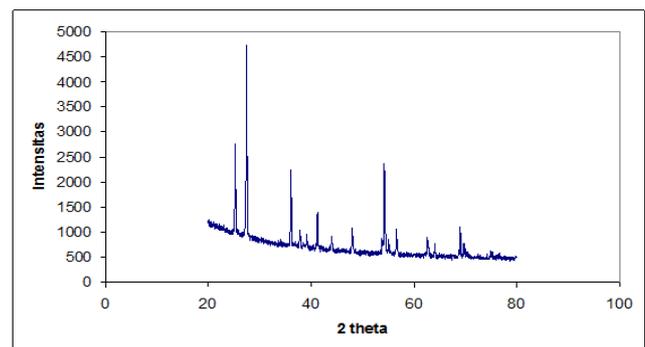
Sintesis dilakukan dengan teknik reaksi kimia padat, yaitu dengan mereaksikan reaktan yang padatnya berupa Na_2CO_3 dengan TiO_2 rutil pada suhu yang tinggi agar kedua reaktan dapat bereaksi dan meningkatkan kecepatan difusi dari ion-ion ke dalam kisi kisi kristalnya. Na_2CO_3 pada suhu tinggi terdekomposisi menjadi gas CO_2 [17] dan Na_2O yang selanjutnya bereaksi dengan TiO_2 rutil membentuk natrium titanat, serta sudah meleleh pada suhu 800 °C [9]. Na_2CO_3 dipilih sebagai penyedia Na_2O , karena ketika Na_2CO_3 terdekomposisi, CO_2 terlepas mengakibatkan terjadinya *defect*. Faktor *defect* inilah yang menghasilkan Na_2O dengan reaktivitas lebih tinggi, sehingga difusi ion nya semakin cepat. CO_2 yang dihasilkan juga dapat merombak struktur kristal dari TiO_2 rutil [5].



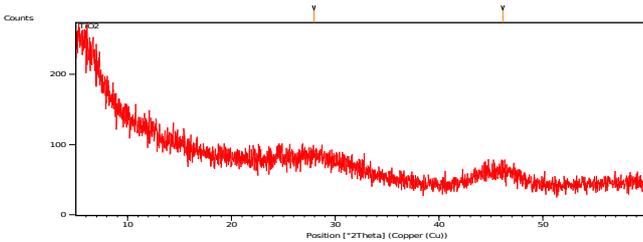
Gambar 1. Hasil sintesis natrium titanat (a) Campuran Na_2CO_3 dan TiO_2 rutil; (b) Natrium Titanat

Reaksi dimaksimalkan dengan penggerusan pada campuran kedua reaktan untuk mendapatkan luas area kontak padatan yang tinggi [18]. Luas area kontak antara kedua reaktan menjadi faktor lain yang mempengaruhi reaksi kimia padat, dimana difusi ion-ion ke dalam kisi-kisi kristalnya akan semakin meningkat dengan semakin besar pula area kontakannya [19]. Rentang waktu yang diperlukan juga cukup panjang agar ion-ion penyusun reaktan berdifusi dengan sempurna, karena kecepatan difusi ion-ion dalam padatan sangat lambat [9]. Hasil dari sintesis natrium titanat ini berupa serbuk yang awalnya berwarna putih keruh menjadi warna putih kebiruan pada Gambar 1.

Denatriasi natrium titanat merupakan tahapan pemisahan ion Na^+ dari natrium titanat. Tahapan denatriasi menggunakan penukar ion terjadi saat natrium titanat dicampurkan dengan akuades membentuk sistem koloid stabil pada pH mendekati netral. Ion-ion Na^+ akan menggantikan ion H^+ dalam resin sampai akhirnya keseluruhan ion H^+ tergantikan oleh ion Na^+ , sehingga dihasilkan TiO_2 amorf yang merupakan fase intermediet dari proses transformasi struktur kristal TiO_2 rutil menjadi anatase. TiO_2 rutil yang akan diubah struktur kristalnya memiliki pola difraksi pada Gambar 2 yang menunjukkan adanya campuran TiO_2 anatase. TiO_2 rutil memiliki puncak difraksi posisi sudut 2θ sekitar $27,439^\circ$ dan puncak difraksi TiO_2 anatase pada posisi sudut 2θ sekitar 25° .



Gambar 2. Difraktogram TiO_2 rutil dengan pengotor berupa TiO_2 anatase

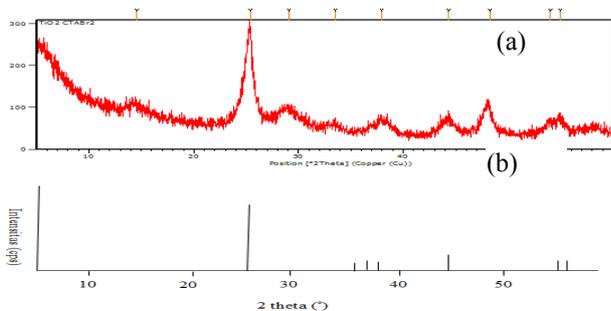


Gambar 3. Difraktogram TiO₂ amorf hasil denatriasi

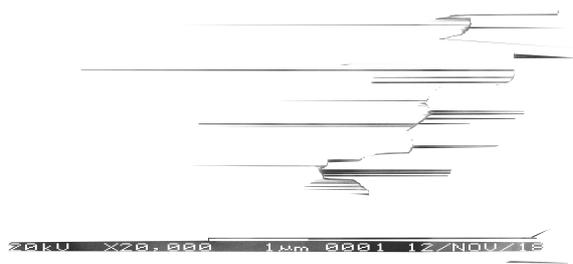
TiO₂ yang diperoleh dari proses denatriasi memiliki pola difraksi pada Gambar 3. Pola difraksi tersebut menunjukkan proses denatriasi menggunakan penukar ion telah berhasil merombak TiO₂ *rutile* menjadi TiO₂ amorf. Hasil ini dilihat dari difraktogramnya yang menunjukkan telah hilangnya puncak-puncak difraksi baik TiO₂ *rutile* maupun fase pengotor anatase.

b. Struktur Kristal dan Morfologi TiO₂ Anatase Hasil Sintesis

TiO₂ amorf hasil denatriasi yang telah ditambah dengan surfaktan CTABr dan dikalsinasi pada suhu 500 °C, dikarakterisasi dengan XRD. Pola difraksi yang diperoleh pada Gambar 4(a) menunjukkan bahwa TiO₂ yang diperoleh berstruktur anatase. Hal tersebut dapat dilihat dari puncak-puncak difraksi yang muncul mirip dengan pola difraksi standar TiO₂ anatase pada database PDF #711169, Wavelength = 1,54060 (Å). Puncak utama yang menjadi ciri khas TiO₂ anatase hasil denatriasi muncul pada posisi sudut 2θ = 25,3591. Struktur kristal TiO₂ hanya dipengaruhi oleh suhu kalsinasi, karena struktur kristal anatase stabil pada suhu kalsinasi dibawah 800 °C, diatas suhu tersebut cenderung terbentuk struktur TiO₂ *rutile* [20].



Gambar 4. Difraktogram TiO₂ (a) hasil kalsinasi TiO₂/CTABr 0,12 (b) anatase database (Sumber: Database PDF # 711169, Wavelength = 1,54060 (Å))

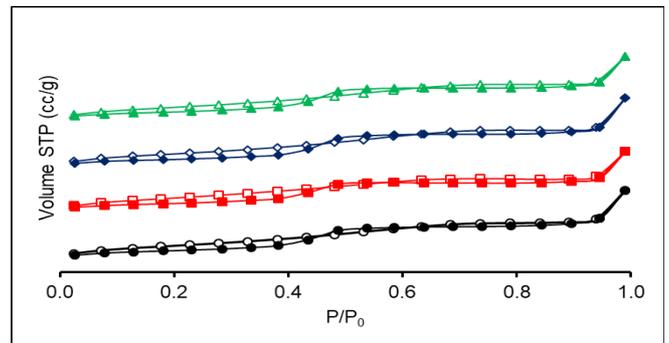


Gambar 5. Mikrograf SEM TiO₂ anatase hasil kalsinasi rasio TiO₂/CTABr 0,12

Pengamatan morfologi partikel TiO₂ anatase dilakukan dengan menggunakan SEM ditampilkan pada Gambar 5, dengan perbesaran 20.000 kali. Terlihat morfologi permukaan TiO₂ anatase dengan penambahan CTABr memiliki persebaran partikel dan ukuran partikel yang tidak seragam. Ukuran partikel TiO₂ anatase dari hasil mikrograf SEM tersebut diperoleh dengan cara pengukuran menggunakan aplikasi imageJ adalah berkisar 200-500 nm. Persebaran partikelnya ada yang kecil dan ada yang besar berbentuk seperti balok dengan sisi tidak seragam.

c. Pengaruh Variasi Penambahan surfaktan CTABr Terhadap Distribusi Ukuran Pori, Volume Total Pori dan Luas Permukaan TiO₂ Anatase Hasil Sintesis

TiO₂ anatase hasil sintesis selanjutnya dianalisis menggunakan *Gas Sorption Analyzer* (GSA) menggunakan adsorpsi gas N₂ untuk menentukan distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan. Keempat grafik isoterm desorpsi adsorpsi TiO₂ semua variasi memiliki pola isoterm yang sama yaitu mendekati tipe IV (Gambar 6) yang merupakan sifat khas pada material mesopori dimana tampak ketika tekanan diturunkan untuk desorpsi gas, kurva isotermal menunjukkan terjadi *loop histeresis* dimana jumlah gas yang terdesorpsi tidak sama dengan jumlah yang terdesorpsi awal. Pada tekanan yang sama, jumlah gas yang tertinggal dipermukaan material ketika desorpsi masih lebih banyak dibandingkan adsorpsi. Sehingga, jumlah gas yang terdesorpsi lebih kecil daripada yang teradsorpsi. Hal ini disebabkan oleh kondensasi kapiler karena adanya pori dengan ukuran meso (ukuran pori 2-50 nm) [21].



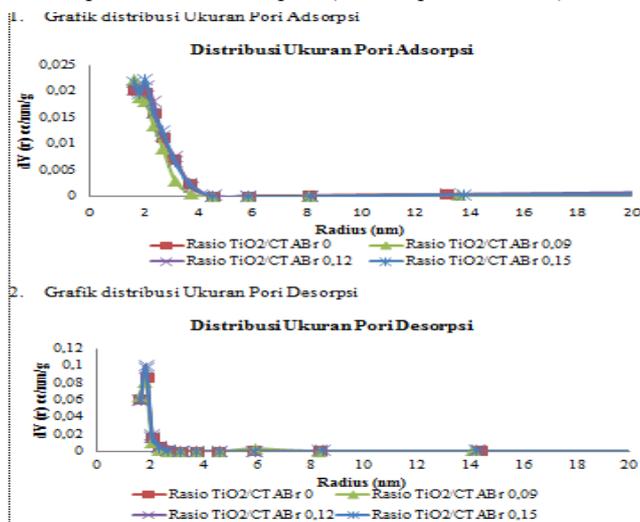
Gambar 6. (a) Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi TiO₂/CTABr 0, (b) TiO₂/CTABr 0,09, (c) TiO₂/CTABr 0,12, (d) TiO₂/CTABr 0,15

Tabel 1. Rata-Rata Ukuran Pori Adsorpsi-Desorpsi

| Sampel | Rata-rata ukuran pori adsorpsi (nm) | Rata-rata ukuran pori desorpsi (nm) |
|------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| TiO ₂ /CTABr 0 | 2,45083 | 2,04022 |
| TiO ₂ /CTABr 0,09 | 2,31451 | 2,03081 |
| TiO ₂ /CTABr 0,12 | 2,43365 | 2,01237 |
| TiO ₂ /CTABr 0,15 | 2,38251 | 1,99042 |

Rata-rata ukuran pori adsorpsi desorpsi menunjukkan bahwa hasil TiO₂ anatase tanpa penambahan surfaktan CTABr dan penambahan surfaktan CTABr memiliki rata-

rata ukuran pori yang hampir sama (Tabel 1), tidak menunjukkan perbedaan hasil yang signifikan dengan distribusi ukuran porinya mayoritas pada 2 nm (Gambar 7), berada pada daerah mesopori (ukuran pori 2-50 nm).



Gambar 7. Distribusi Ukuran Pori

TiO₂ anatase hasil sintesis juga dilihat volume total porinya dari analisis GSA ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan data tersebut ditunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan antara volume total pori yang dihasilkan dari TiO₂ anatase hasil sintesis tanpa penambahan surfaktan CTABr dan penambahan surfaktan CTABr.

Tabel 2. Volume Total Pori TiO₂ Anatase Hasil Sintesis

| Sampel | Volume Total Pori (cc/g) |
|------------------------------|--------------------------|
| TiO ₂ /CTABr 0 | 0,05303 |
| TiO ₂ /CTABr 0,09 | 0,04904 |
| TiO ₂ /CTABr 0,12 | 0,05194 |
| TiO ₂ /CTABr 0,15 | 0,05133 |

Data lain yang diperoleh dari analisis GSA adalah luas permukaan yang ditentukan menggunakan metode BET. Luas permukaan dari TiO₂ anatase hasil sintesis tanpa penambahan surfaktan CTABr dan penambahan surfaktan CTABr, ditunjukkan pada Tabel 3. Luas permukaan yang dihasilkan pada TiO₂ anatase hasil sintesis tanpa penambahan surfaktan CTABr dan penambahan surfaktan CTABr juga tidak ada perbedaan pengaruh yang signifikan.

Tabel 3. Luas permukaan TiO₂/CTABr anatase hasil sintesis

| Sampel | Luas permukaan (m ² /g) |
|------------------------------|------------------------------------|
| TiO ₂ /CTABr 0 | 58,8298 |
| TiO ₂ /CTABr 0,09 | 61,8950 |
| TiO ₂ /CTABr 0,12 | 56,7969 |
| TiO ₂ /CTABr 0,15 | 57,1761 |

Pada penelitian Taslimah, dkk. [22] menunjukkan penurunan ukuran pori rata-rata yang tidak signifikan, tetapi terjadi kenaikan luas permukaan dan volume total pori yang signifikan. Hal ini menandakan bahwa semakin besar konsentrasi CTABr nya membuat material lebih berpori, karena dapat membentuk misel surfaktan lebih banyak dan

misel dapat mencetak pori lebih banyak sehingga meningkatkan luas permukaan dan volume total porinya. Hasil dari data distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan TiO₂ anatase hasil sintesis tanpa penambahan CTABr dan penambahan CTABr menunjukkan tidak adanya pengaruh hasil yang signifikan. Hasil tidak memberikan pengaruh yang signifikan dimungkinkan karena saat proses pencampuran CTABr dilakukan pada TiO₂ amorf yang sudah dilakukan pengeringan, sehingga proses pelarutan tidak dapat memisahkan partikel partikel TiO₂ yang sudah terlanjur terbentuk agregasi dan hidrasi dari permukaan TiO₂ juga sudah sulit untuk terpecah. Akibatnya CTABr yang ditambahkan tidak efektif dalam berperan sebagai *template* dengan TiO₂ hasil denatriasi.

d. Pengaruh Variasi Penambahan Surfaktan CTABr Terhadap Aktivitas Fotokatalitik TiO₂ Anatase Hasil Sintesis

TiO₂ anatase hasil sintesis yang sudah dikarakterisasi distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan menggunakan GSA, selanjutnya diuji aktivitas fotokatalitiknya pada degradasi metilen biru, yang ditunjukkan hasilnya pada Tabel 4.

Tabel 4. Persentase degradasi larutan metilen biru

| Sampel | Persen degradasi (%) |
|------------------------------|----------------------|
| TiO ₂ /CTABr 0 | 72,84 |
| TiO ₂ /CTABr 0,09 | 77,67 |
| TiO ₂ /CTABr 0,12 | 77,81 |
| TiO ₂ /CTABr 0,15 | 75,89 |

Persentase degradasi larutan metilen biru menggunakan sampel TiO₂ anatase hasil sintesis tanpa penambahan surfaktan CTABr dan penambahan surfaktan CTABr tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas fotokatalitiknya. Aktivitas fotokatalitik dipengaruhi oleh faktor utama yaitu kristalinitas dan luas permukaan, dimana aktivitas fotokatalitik dengan kristalinitas dan luas permukaan berbanding lurus [8]. Kristalinitas hanya dipengaruhi oleh suhu [23]. Suhu yang diterapkan untuk keempat sampel TiO₂ sama, sehingga luas permukaan TiO₂ yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitiknya. Hal ini dibuktikan dengan data luas permukaan TiO₂ anatase hasil sintesis yang menunjukkan hasil yang tidak signifikan sesuai dengan hasil aktivitas fotokatalitiknya. Penelitian Rahmawati, dkk.[11] melaporkan hasil uji fotokatalis menunjukkan kemampuan degradasi sampel terus meningkat seiring meningkatnya konsentrasi surfaktan CTABr yang menyebabkan meningkatnya aktivitas fotokatalitiknya. Kemampuan uji fotokatalisis dengan penambahan CTABr memiliki kemampuan fotokatalis 3x lebih efisien dibandingkan tanpa adanya penambahan CTABr. Hal ini disebabkan dengan luas permukaan partikel semakin besar, menyebabkan luas area permukaan sampel yang dapat teraktivasi juga semakin membesar.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa TiO₂ hasil sintesis memiliki struktur

kristal anatase dan morfologi partikelnya berbentuk seperti balok, sisi tidak seragam serta ukuran partikel berkisar 200-500 nm. Variasi penambahan mol CTABr pada TiO₂ hasil sintesis tidak memberikan pengaruh atau peran yang signifikan terhadap distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan. Menunjukkan grafik adsorpsi isotherm tipe IV dan distribusi pori mayoritas pada 2 nm (mesopori). Variasi penambahan mol CTABr pada TiO₂ hasil sintesis menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang tidak signifikan optimum pada variasi TiO₂/CTABr 0,12 sebesar 77,81 % sesuai dengan hasil luas permukaan yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Linsebigler, A. L., G. Lu, dan J. T. Yates. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*. 95(3): 735-758.
- [2] Kim D.S, S.Y.Kwak.2007. The Hydrothermal Synthesis Of mesoporous TiO₂ With High Crystallinity, Thermal Stability, Large Surface Area and Enhanced Photocatalytic Activity, *Applied Catalysis. A General*.323.110-118.
- [3] Peng, T. D.Zhao, K. Dai, W.Shi, K.Hirao. 2005. Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticles With Mesoporous Anatase Wall and High Photocatalytic Activity. *Journal Physic Chemistry*.109.4947-4952.
- [4] Samal, S., D. W. Kim, K. S. Kim, dan D. W. Park. 2012. Direct Synthesis of TiO₂ Nanoparticles By Using The Solid-State Precursor TiH₂ Powder In a Thermal Plasma Reactor. *Chemical Engineering Research And Design* 90. 1074.
- [5] Ismunandar, 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: ITB.
- [6] Fahyuan, D.H, D.Dhlan, Astuti. 2013. Pengaruh Konsentrasi CTAB Dalam Sintesis Nanopartikel TiO₂ Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Ilmu Fisika*.5(1).1979-4657.
- [7] Wulandari, Anis. 2008. Perubahan Struktur Kristal Titanium Dioksida (TiO₂) Rutile Menjadi Struktur Kristal Titanium Dioksida (TiO₂) Anatase Menggunakan Metode Sintesis Kimia Padat. Jember : Jurusan Kimia universitas Jember.
- [8] Sujaridworakun,Pornapa. S. Larpiattaworn, S.Saleepain. 2012. Synthesis and characterization of anatase Photocatalyst Powder From Sodium Titanate Compounds. *Journal Elsevier*.23:752-756.
- [9] Suwardiyanto, T.Hariyanti. 2012. Modifikasi TiO₂ rutile Menjadi Anatase Secara Termal dan Hidrotermal. Jember : Jurusan Kimia Universitas Jember.
- [10] Septina, Wilman. 2007. Sintesa Nanokristal Mesopori Dengan Metoda Sol-Gel. *Skripsi*. Bandung: Program Studi Teknik Fisika Institut Teknologi Bandung.
- [11] Rahmawati.F, S.Wahyuningsih, P.A.W. 2006. Sintesis Lapis Tipis TiO₂ Pada substrat Grafit Secara Chemical Bath Deposition. *Journal Chemistry*.6(2).121-126.
- [12] Wang YX, Sun J, Fan XY, Yu X. 2011. A CTAB-assisted hydrothermal and solvothermal synthesis of ZnO nanopowders. *Chem int*.37: 3431-3436.
- [13] Nurhayati,Anggun.2017. Analisa Pengaruh Penambahan Cetyltrimethylammonium Bromide Sebagai Template Terhadap Pembentukan Silika Nanopartikel Mesopori dari Sekam Padi. *Skripsi*. Surabaya: Program Departemen Teknik Material dan Metalurgi Fakultas teknologi Industri Institut teknologi Sepuluh Nopember.
- [14] Falah, L. M., Gunawan, dan A. Haris. 2009. Pembuatan Aquadm (*Aquademineralized*) Dari Air AC (*Air Conditioner*) Menggunakan Resin Kation Dan Anion. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Universitas Diponegoro.
- [15] Rilda, Yetria. A. Alif, S. Kurniawan. 2014. Sintesa Titania-Silikat nanopori Berbasis Anatase Dengan Variasi Waktu Pemeraman Dan Kristalisasi. Padang : Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.
- [16] Sumerta, I. K., Wijaya, K., dan Tahir, I. 2002. Makalah Seminar Pendidikan Kimia Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO₂-Montmorillonit dan Sinar UV. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- [17] Srivastava.O.P., Kumar.N., Sharma.L.B., 2004. Solid State Synthesis and Structural refinement of polycrystalline La_xCa_{1-x}TiO₃ Ceramic Powder, *Bull.Matter.Sci*.2,27 121-126.
- [18] Wulandari, Anis. 2008. Perubahan Struktur Kristal Titanium Dioksida (TiO₂) Rutile Menjadi Struktur Kristal Titanium Dioksida (TiO₂) Anatase Menggunakan Metode Sintesis Kimia Padat. Jember : Jurusan Kimia universitas Jember.
- [19] Schubert, U., & Husing, N. 2005. *Synthesis of Inorganic Material*. Second, Revised and Updated Edition. Weinheim: Wiley-VCH.
- [20] Listanti, A., Taufik A., H., dan Sunaryono, S.2018. “ Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO₂ Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel”. *Journal of Physical Science and Engineering*.2(1).8-15.
- [21] Perry, R.H. and Green, D.W. 1997. *Perry's Chemical Engineers' Handbook*. Seventh edition, McGraw-Hill.
- [22] Taslimah., S., Dipowardani. 2008. Sintesis Silika Krsitalin Menggunakan Surfaktan CTAB dan TMACl Sebagai Pencetak Pori. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*.11(1):20-28.
- [23] Purnama, FE., NS., Langenati, R. 2006. Pengaruh Suhu Terhadap Derajat Kristalinitas Dan Komposisi Hidroksi Apatit Dibuat Dengan Media Air Dan Cairan Tubuh Buatan. *Jurnal Sains Materi Indonesia*:154-162.