

# Pengaruh pH pada Pembentukan Nano-powder TiO<sub>2</sub> Fase Anatase dan Sifat Fotokatalisnya

Nur Ichzan AS,\* Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, Hadi Santoso, Gatut Yudoyono, dan Darminto†  
*Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111*

## Intisari

Paper ini menjelaskan pengaruh pH larutan pada proses pembentukan kristal TiO<sub>2</sub> anatase terhadap peningkatan aktivitas fotokatalis. Serbuk TiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan metode kopresipitasi pada variasi pH larutan prekursor dalam kondisi basa yaitu 9, 11 dan 12. Serbuk TiO<sub>2</sub> nano partikel yang dianalisis menggunakan X-Ray Diffractometry dan UV-Vis Spectrophotometer. Estimasi ukuran butir sampel akan dianalisis dengan metode Rietveld sedangkan pita celah energinya dihitung menggunakan metode Tauc. Ukuran kristal yang diperoleh masing-masing adalah 11,80 nm, 14,96 nm, dan 15,87 nm. Pengujian aktivitas fotokatalis menggunakan larutan metilen biru dengan penyinaran lampu UV selama 5 jam dan diuji setiap 1 jam. Koefisien absorpsi paling tinggi adalah 1,81 pada panjang gelombang 265 nm pada sampel pH 12. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan pH larutan pada proses sintesis berpengaruh pada ukuran butir serbuk TiO<sub>2</sub>. Hasil percobaan juga membuktikan bahwa semakin kecil ukuran butir serbuk TiO<sub>2</sub> maka semakin efektif dalam mendegradasi konsentrasi larutan metilen biru. Efisiensi maksimum yang diperoleh sebesar 55,44% pada sampel pH 9.

## Abstract

This paper describes the effect of different pH solution on the formulation of anatase TiO<sub>2</sub> nano-powders to enhance photocatalytic activity. TiO<sub>2</sub> powders were synthesis using co-precipitation method at different pH precursor solution which is 9, 11 dan 12. TiO<sub>2</sub> nano-powders were analyzed using X-Ray Diffractometry (Philips X-pert) and UV-Vis Spectrophotometer (Genesis 10S). The Estimation of crystalline size would be analyzed by Rietveld method while the energy band gap was calculated by using Tauc method. Crystalline size are 11.80 nm, 14.96 nm and 15.87 nm respectively. Photocatalytic activity experiment used methylene blue solution with irradiation of UV lamp for 5 hours and measured every 1 hour. The highest absorption coefficient was 1,80 with wavelength 265 nm to pH 12. The results showed that the difference of pH on synthesis process influenced on crystals size of TiO<sub>2</sub> powders. The experimental results also showed the smaller crystals size of TiO<sub>2</sub> powders, the more effective in degrading the concentration of methylene blue solution. The maximum efficiency of the materials provided is 55.44% at pH 9.

KATA KUNCI: anatase TiO<sub>2</sub>, crystalline size, pH, photocatalytic activity, methylene blue

## I. PENDAHULUAN

Pemanfaatan teknologi fotokatalis saat ini menjadi salah satu sumber energi alternatif terbarukan. Teknologi ini pertama kali diperkenalkan oleh peneliti asal jepang yaitu Fujisima dan Honda pada tahun 1972 mengenai penguraian air (H<sub>2</sub>O) menjadi oksigen (O<sub>2</sub>) dan hidrogen (H<sub>2</sub>) melalui proses fotoelektrokimia menggunakan elektroda semikonduktor TiO<sub>2</sub> yang diradiasi sinar UV [1–3]. Fenomena fotokatalis merupakan peristiwa fotoreaksi yang melibatkan cahaya dan mengalami peningkatan kecepatan reaksi akibat adanya katalis yang mengabsorpsi energi cahaya ultraviolet (UV) sehingga menghasilkan senyawa pereduksi dan pengoksidasi pada permukaan katalis [3]. Beberapa material semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalis di-

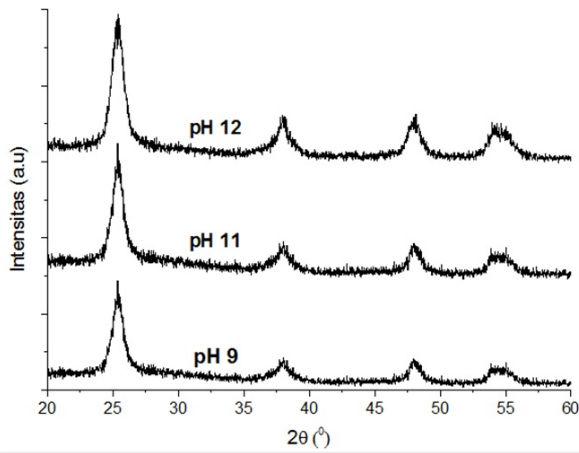
antaranya yaitu TiO<sub>2</sub>, ZnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CdS, ZnS. Material semikonduktor yang menjadi pilihan utama dan sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO<sub>2</sub>.

Senyawa titanium (IV) oksida atau titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan material semikonduktor organik yang memiliki celah energi yang lebar, transmitansi yang tinggi, indeks bias dan sifat listrik yang baik [2, 3]. Oleh karena itu, senyawa TiO<sub>2</sub> banyak dimanfaatkan antara lain sebagai fotokatalis, lapisan tipis, pewarna makanan, sensor gas, pembersih polutan, pigmen pada cat, bahan kosmetik, teknologi sel surya, penyerap gelombang elektromagnetik [3]. Serbuk TiO<sub>2</sub> memiliki keunggulan diantaranya memiliki aktivitas fotokatalis tinggi dan stabil, non toksik, tahan terhadap korosi, tidak larut dalam air. TiO<sub>2</sub> juga memiliki kemampuan menyerap energi cahaya yang tinggi yang ditandai dengan nilai celah energi (E<sub>g</sub>) sebesar 3,2 eV dalam struktur anatase [4]. Selain itu TiO<sub>2</sub> memiliki kemampuan *self-cleaning* sehingga dapat mendegradasi limbah organik dan zat berwarna.

Pembentukan struktur kristal dalam sintesis TiO<sub>2</sub> dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya temperatur

\*E-MAIL: ichzan13@mhs.physics.its.ac.id

†E-MAIL: darminto@physics.its.ac.id



Gambar 1: Pola difraksi sinar-X serbuk TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH larutan prekursor.

kalsinasi, pH larutan, konsentrasi dopan, waktu reaksi (lama pe-ngadukan) dan banyaknya air yang digunakan [5]. Faktor-faktor ini juga dapat mempengaruhi ukuran butir, komposisi atau transformasi fasa, dan kristalinitas dari TiO<sub>2</sub>. Salah satu faktor yang secara signifikan berpengaruh adalah pengaturan pH larutan. Beberapa prekursor yang sering digunakan dalam sintesis TiO<sub>2</sub> diantaranya TiCl<sub>4</sub> [6], TiCl<sub>3</sub> [7], TTIP [8], dan TiOCl<sub>2</sub> [9]. Beberapa peneliti [5, 9, 10] telah menunjukkan bahwa variasi pH larutan menghasilkan pembentukan fasa yang berbeda dari TiO<sub>2</sub>. Hal ini dikarenakan semakin rendah keasaman larutan atau bersifat basa maka struktur fasa yang terbentuk adalah fase anatase sedangkan semakin tinggi keasaman larutan maka fasa yang terbentuk terarah ke fase rutile.

Pada paper ini dilaporkan pengaruh variasi pH larutan prekursor pada pembentukan ukuran kristal fasa anatase TiO<sub>2</sub> terhadap peningkatan aktivitas fotokatalis yang disintesis dengan metode kopresipitasi.

## II. METODE PENELITIAN

### Sintesis serbuk TiO<sub>2</sub> nanopartikel

Larutan titanium triklorida (TiCl<sub>3</sub> 15%) 20 ml dicampurkan dengan air destilasi 100 ml dan distirer selama 5 jam. Selanjutnya, sambil diaduk ditambahkan (titrasi) larutan ammonium hidroksida (NH<sub>4</sub>OH 28,9%) ke dalam larutan TiCl<sub>3</sub> hingga pH larutan mencapai 9. Setelah itu, larutan diaduk kembali hingga berwarna putih kemudian diendapkan selama 24 jam. Selama proses pengendapan dilakukan pencucian dan penyaringan endapan putih hingga pH larutan menjadi 7. Hasil endapan putih kemudian dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 3 jam. Cara yang sama dilakukan untuk sampel dengan penambahan NH<sub>4</sub>OH hingga pH larutan sebesar 11 dan 12.

TABEL I: Hasil refinement parameter kisi serbuk TiO<sub>2</sub>.

Parameter	ICSD	pH	pH	pH
Kisi (nm)	63711	9	11	12
a,b	3,784	3,692 (0,028)	3,749(0,032)	3,743 (0,018)
c	9,514	9,291 (0,049)	9,373(0,021)	9,369 (0,015)

TABEL II: Hasil refinement estimasi ukuran kristal serbuk TiO<sub>2</sub>.

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Micro Strain
pH-9	11,80 (3)	0,00623 (48)
pH-11	14,96 (5)	0,00984 (36)
pH-12	15,87 (2)	0,00301 (15)

### Karakterisasi

Serbuk TiO<sub>2</sub> dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffractometry (Philips X-Pert) untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada serbuk TiO<sub>2</sub> dan UV-Vis spectrophotometer (Genesis 10S) untuk pengukuran nilai absorpsi. Sampel akan dianalisis ukuran butirnya menggunakan metode Rietveld dan dihitung besar celah energinya (E<sub>g</sub>) menggunakan metode Tauc [7] berdasarkan nilai absorbansinya

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g) \tag{1}$$

$$\alpha = \text{abs}(2, 303) \ell \tag{2}$$

dengan  $\alpha$  adalah koefisien absorpsi,  $h\nu$  adalah energi foton, A adalah konstanta kesebandingan, n adalah konstanta numerik (n = 2 untuk *direct band gap*), abs adalah absorpsi,  $\ell$  adalah tebal cuvet, dan E<sub>g</sub> adalah pita celah energi.

### Uji aktivitas fotokatalis

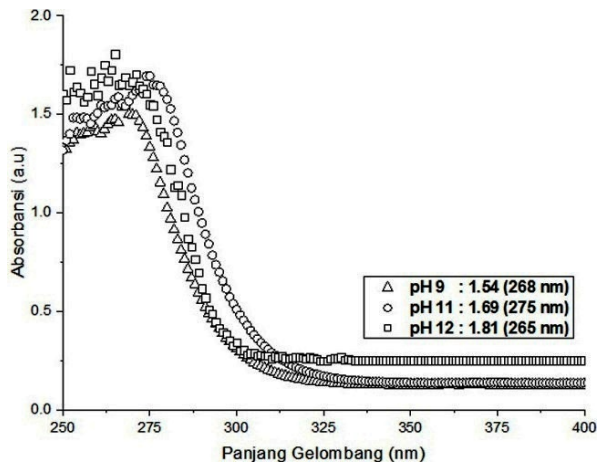
Karakteristik fotodegradasi dari aktivitas fotokatalis dilakukan dengan melarutkan metilen biru 20 ppm sebanyak 30 ml. Serbuk TiO<sub>2</sub> sebanyak 40 mg diaduk dan direndam selama 30 menit ke dalam larutan metilen biru. Selanjutnya, larutan metilen biru yang berisi serbuk TiO<sub>2</sub> disinari dengan menggunakan lampu UV 25 Watt selama 5 jam kemudian diukur nilai absorbansinya setiap 1 jam, nilai efisiensi dihitung menggunakan persamaan:

$$\text{Efisiensi}(\%) = \frac{C_{MB}^\circ - C_{MB}}{C_{MB}^\circ} \times 100 \tag{3}$$

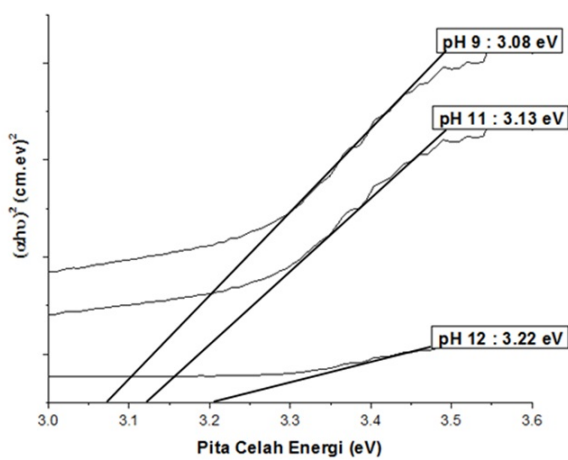
dengan C<sub>MB</sub><sup>°</sup> adalah konsentrasi awal sebelum penyinaran (ppm), C<sub>MB</sub> adalah konsentrasi setelah penyinaran dalam selang waktu t (ppm).

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi sinar-X pada variasi pH larutan 9, 11 dan 12 menunjukkan bahwa semua sampel memiliki fase anatase



Gambar 2: Grafik spektrum absorpsi serbuk TiO<sub>2</sub> pada variasi pH larutan prekursor.

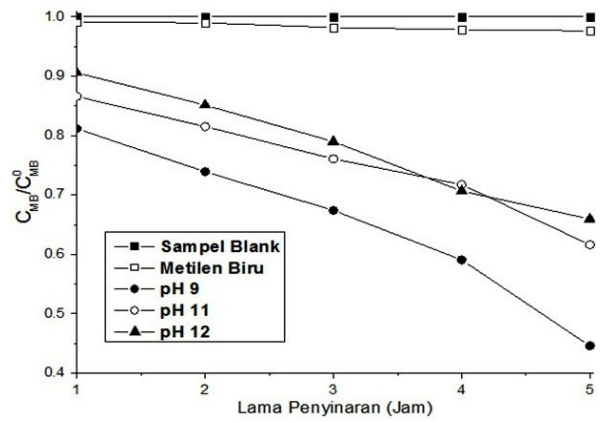


Gambar 3: Celah energi serbuk TiO<sub>2</sub> pada variasi pH larutan prekursor.

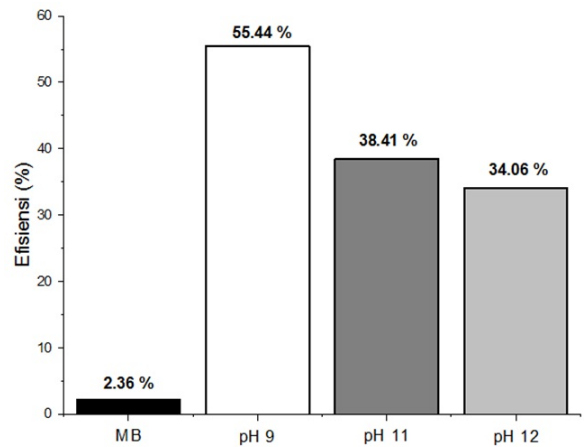
seperti yang ditampilkan pada Gambar 1. Adapun estimasi ukuran butir dan parameter pada masing-masing sampel berbeda seperti ditampilkan pada Tabel I dan II.

Parameter kisi yang diperoleh untuk semua sampel relatif sama dengan data ICSD-63711 (anatase). Hal ini disebabkan temperatur kalsinasi yang digunakan pada proses sintesis hanya 400°C sehingga tidak menyebabkan pergeseran parameter kisi. Perbedaan ukuran butir pada masing-masing sampel disebabkan pH larutan prekursor yang diberikan pada proses sintesis. Semakin banyak konsentrasi NH<sub>4</sub>OH atau semakin besar pH yang diberikan maka akan menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Hasil ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh peneliti lainnya [4, 10–12].

Pada pengukuran nilai absorpsi diperoleh koefisien absorpsi paling tinggi pada pH 12 yaitu 1,81 pada daerah panjang gelombang 265 nm seperti yang ditampilkan pada Gambar 2. Perhitungan pita celah energi menggunakan metode Tauc diperoleh pita celah energi yang paling tinggi



Gambar 4: Fotodegradasi larutan metilen biru oleh katalis TiO<sub>2</sub> selama 5 jam penyinaran.



Gambar 5: Efisiensi fotodegradasi serbuk TiO<sub>2</sub> selama 5 jam penyinaran.

3,22 eV sampel pH 12 seperti yang ditampilkan pada Gambar 3.

Pengujian fotodegradasi diperoleh penurunan konsentrasi larutan metilen biru seiring dengan lama penyinaran. Sampel pH 9 mampu menurunkan konsentrasi larutan metilen biru lebih efektif dengan efisiensi sebesar 55,44% seperti yang ditampilkan pada Gambar 4 dan 5. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran butir kristal TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran butir kristal maka semakin efektif dalam menurunkan konsentrasi larutan metilen biru.

#### IV. SIMPULAN

Serbuk TiO<sub>2</sub> yang terbentuk pada variasi pH larutan prekursor 9, 11 dan 12 adalah fase anatase dengan ukuran butir kristal yang dihasilkan adalah 11,80 nm, 14,96 nm dan 15,87 nm. Sampel pH 9 lebih efektif dalam mendegradasi konsentrasi metilen biru dengan efisiensi 55,44%. Fotodegradasi konsentrasi metilen biru dalam percobaan ini dipengaruhi oleh

ukuran butir kristal. Semakin kecil ukuran butir kristal maka semakin efektif dalam mendegradasi konsentrasi metilen biru.

dalam membiayai penelitian ini.

#### Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Pendidikan Tinggi (DIKTI) yang memberikan beasiswa BPP-DN

- 
- [1] A. Fujisima, and K. Honda, *Nature*, **238**, 37-38 (1972).  
[2] U. Diebold, *Surface Science Reports*, **48**, 53-229 (2003).  
[3] O. Carp, C.L. Huisman, A. Reller, A., *Progress in Solid State Chemistry*, **32** 33-177 (2004).  
[4] A.L. Castro, *et al.*, *Solid State Science*, **10** (2008).  
[5] X. Wang, *et al.*, *Applied Surface Science*, **254**, 544-547 (2007).  
[6] S. Cassaignon, *et al.*, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **68**, 695-700 (2007).  
[7] A. Molea, *et al.*, *Powder Technology*, **253**, 22-28 (2014).  
[8] T.S. Senthil, *et al.*, *Materials Science and Engineering B*, **174**, 102-104 (2010).  
[9] H.N. Widaryanti, *Fabrikasi dan Karakterisasi Partikel Nano dan Lapisan TiO<sub>2</sub>*, Tesis Magister, Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2013.  
[10] H.S. Bae, *et al.*, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, **220**, 169-177 (2003).  
[11] X. Bai, *et al.*, *Journal of Solid State Chemistry*, **181**, 450-456 (2008).  
[12] E. Bae, N. Murakami, T. Ohno, *Journal of Molekular Catalysis A : Chemical*, **300**, 72-79 (2009).