

## SYNTHESIS OF POROUS TiO<sub>2</sub> WITH STARCH TEMPLATE AND ITS PHOTOACTIVITY TOWARDS PHOTODEGRADATION OF METHYLENE BLUE

Gani Purwiandono<sup>a</sup>, Indriana Kartini<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta 55584

E-mail: [gani\\_purwiandono@uii.ac.id](mailto:gani_purwiandono@uii.ac.id)

<sup>b</sup>Departemen Kimia, Universitas Gadjah Mada

Sekip Utara, Yogyakarta 55281

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai sintesis TiO<sub>2</sub> dengan cetakan pati menggunakan metode hidrotermal. Tujuan penelitian ini adalah mengkaji sifat kristalinitas dan porositas TiO<sub>2</sub> berpori hasil sintesis serta aktivitas fotokatalitiknya dalam reaksi fotodegradasi zat warna metilen biru. TiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan pati dengan berat bervariasi (0,5%, 2,5%, 5%, 10% b/v) dan tanpa pati. Pati dilarutkan dalam etanol dan dimasukkan ke dalam suspensi titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP). Proses hidrotermal dilakukan pada temperatur 100 °C selama 4 jam. Cetakan pati dihilangkan melalui kalsinasi pada temperatur 450 °C selama 4 jam. TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Pengaruh konsentrasi pati terhadap kristalinitas TiO<sub>2</sub> dikaji menggunakan XRD. Porositas TiO<sub>2</sub> yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan N<sub>2</sub> gas sorption analyzer. Aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> dikaji melalui fotodegradasi zat warna metilen biru.

Berdasarkan hasil XRD, TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan pati sebagai cetakan pori menghasilkan serbuk TiO<sub>2</sub> dengan fasa kristalin anatase. TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 5% b/v memiliki fasa anatase dengan ukuran partikel 11,34 nm. Luas permukaan spesifik S<sub>BET</sub> TiO<sub>2</sub> tersebut 110,19 m<sup>2</sup>/g dengan volum total pori 0,2 cc/g dan diameter pori 3,62 nm. Hasil uji fotoaktivitas menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 5% b/v mampu mendegradasi zat warna metilen biru hingga 56,9% dengan radiasi sinar UV selama 30 menit.

**Kata Kunci:** TiO<sub>2</sub> mesopori, pati, templat, fotodegradasi, metilen biru

### ABSTRACT

Hydrothermal synthesis of TiO<sub>2</sub> using starch as pores forming agent has been investigated. The research aimed to investigate the effect of crystallinity and porosity of TiO<sub>2</sub> to its photocatalytic activity using photodegradation of methylene blue. TiO<sub>2</sub> was synthesized without starch and with various starch concentration (0.5%, 2.5%, 5%, 10% w/v). The starch was dissolved in ethanol, and then was added drop wisely into titanium (IV) tetraisopropoxide (TTIP) solution. The mixture was treated hydrothermally at 100 °C for 4 h. Starch template was removed through calcination at 450 °C for 4 h. The synthesized TiO<sub>2</sub> was characterized by FT-IR spectrophotometry. The effect of starch concentration to TiO<sub>2</sub> crystallinity was analyzed using XRD. The porosity of the synthesized TiO<sub>2</sub> was determined using N<sub>2</sub> gas sorption analyzer. The photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> was monitored through the photodegradation of methylene blue.

The XRD patterns show that the TiO<sub>2</sub> synthesized with various starch concentration consists mainly of anatase crystalline. The particle size of TiO<sub>2</sub> synthesized with starch 5% w/v is 11.32 nm with the specific surface area (S<sub>BET</sub>) of 110.189 m<sup>2</sup>/g, the total pore volume of 0.2 cc/g and the pore diameter of 3.62 nm. The photoactivity test

demonstrates that the synthesized  $\text{TiO}_2$  could degrade methylene blue up to 56.9% under UV irradiation for 30 minutes.

**Key Words:** mesoporous  $\text{TiO}_2$ , starch, template, photodegradation, methylene blue

## Pendahuluan

Material titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) telah banyak diteliti dalam bidang fotokatalis karena mempunyai kemampuan menyerap cahaya yang tinggi, ditandai dengan harga energi celah pita (*band gap*,  $E_g$ ) relatif besar, bersifat *inert* baik secara biologi maupun kimia, stabil terhadap fotokorosi dan korosi oleh bahan kimia, serta murah [1]. Mekanisme fotokatalis terjadi ketika suatu semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dikenai sinar ultra violet, eksitasi elektron dari pita valensi semikonduktor menuju pita konduksi akan menghasilkan pasangan elektron ( $e^-_{cb}$ ) dan hole ( $h^+_{vb}$ ) yang dapat mengawali reaksi oksidasi-reduksi [2].

Serbuk  $\text{TiO}_2$  dengan struktur *anatase* paling banyak digunakan karena mempunyai fotoaktivitas dan indeks bias tinggi, warna kuat, dan bersifat *inert*. Namun, secara termodinamika fasa *anatase* kurang stabil dibanding fasa *rutile* [3]. Pembentukan fasa *anatase* lebih disukai pada temperatur rendah mulai 120 °C dan mencapai sempurna pada 500 °C. Pada temperatur di atas 500 °C mulai terbentuk fasa *rutile* dan terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalis secara

drastis [4], sehingga pengaruh temperatur dalam sintesis padatan  $\text{TiO}_2$  perlu menjadi perhatian untuk menghasilkan padatan  $\text{TiO}_2$  dengan fasa kristal *anatase*.

Metode yang sering digunakan untuk menghasilkan  $\text{TiO}_2$  adalah sol-gel dan hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan metode reaksi antara reaktan dengan air di dalam suatu wadah tertutup sedemikian rupa sehingga di dalam sistem tersebut terjadi kesetimbangan air pada temperatur dan tekanan yang tinggi. Metode ini memiliki beberapa keuntungan, antara lain tekniknya relatif sederhana, lebih baik dalam menghasilkan padatan kristal dan memiliki sifat fotokatalis dengan aktivitas tinggi serta temperatur yang digunakan untuk pembentukan fasa kristal *anatase* relatif rendah antara 120 °C mencapai sempurna pada 500 °C, sedangkan metode sol-gel memerlukan temperatur diatas 500 °C.

Pada awalnya, metode hidrotermal dilakukan tanpa menggunakan cetakan pengarah pori sehingga ukuran kristal dan luas permukaan  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk tidak dapat dikontrol [5]. Pada perkembangan selanjutnya, dikembangkan berbagai

cetakan sebagai pengarah pembentukan pori dalam sintesis TiO<sub>2</sub>, sehingga dapat dihasilkan padatan TiO<sub>2</sub> yang mempunyai luas permukaan dan volume pori tinggi dengan distribusi ukuran pori sempit serta diameter pori yang dapat diatur sesuai dengan cetakan. Adanya cetakan juga diharapkan mampu mengarahkan pembentukan kristal menuju fasa kristal *anatase* atau *rutile* sehingga dapat diperoleh kristal TiO<sub>2</sub> dengan komposisi fasa yang dapat dikontrol dan mempunyai derajat kristalinitas yang tinggi. Davis dan Mann<sup>[6]</sup> telah berhasil membuat monolit TiO<sub>2</sub> mesopori dan makropori dengan menggunakan pati sebagai pencetak pori. Diperoleh monolit TiO<sub>2</sub> berpori dengan ukuran pori sebesar 65 Å dan luas permukaan spesifik mencapai 65 m<sup>2</sup>/g. Mereka menyimpulkan bahwa konsentrasi berat pati dalam cetakan mempengaruhi porositas monolit TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan.

Serbuk TiO<sub>2</sub> yang baik digunakan sebagai fotokatalis minimal memiliki penyusun kristalinitas dengan komposisi 80% *anatase* dan 20% *rutile* pada ukuran kristal 20-30 nm<sup>[7]</sup>. Cheng *et al.*<sup>[8]</sup> telah mengkaji aktivitas fotokatalis Zn *doped* TiO<sub>2</sub> dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> komersial P25 Degussa yang bergantung pada luas permukaan dan komponen fotoaktif dalam reaksi fotodegradasi.

## Tujuan Penelitian

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO<sub>2</sub> dengan pati sebagai pencetak pori melalui metode hidrotermal. Fotoaktivitas TiO<sub>2</sub> hasil sintesis sebagai fotokatalis dikaji melalui fotodegradasi zat warna metilen biru dan dibandingkan dengan aktivitas fotokatalis komersial TiO<sub>2</sub> P25 produksi Degussa (Jerman).

## Metode Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta. Bahan yang digunakan di dalam penelitian ini adalah: *soluble starch*/pati, etanol p.a., metilen biru (*Merck*) dan titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP 97%, *Aldrich*). Peralatan penelitian yang digunakan meliputi seperangkat alat gelas, *hot plate*, pengaduk magnet, *furnace*, *centrifuge*, dan termometer. Peralatan karakterisasi antara lain Spektrofotometer UV-Vis (*Genesys 20*), satu set reaktor yang dilengkapi dengan lampu UV 20 watt seri MLW (Philips) yang memiliki λ 254 nm, Spektrofotometer inframerah Shimadzu-8021 PC, *Diffuse Reflectance* UV (ISR-240A), Difraktogram sinar-X (Shimadzu model XRD-6000 Elmer), dan *Gas Sorption Analyser* (NOVA-1000).

## Pembahasan

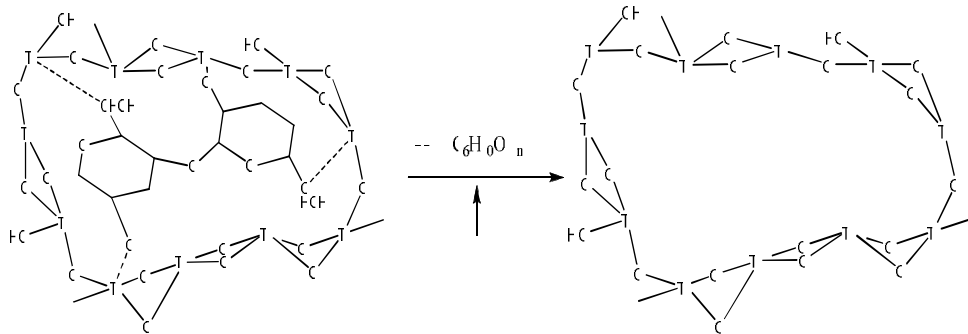
### Sintesis TiO<sub>2</sub>

Sintesis TiO<sub>2</sub> berpori dilakukan dengan metode hidrotermal menggunakan *soluble starch* (pati) sebagai pencetak pori. Digunakan Titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP) sebagai prekursor Ti karena struktur ini dapat membatasi akses molekul air untuk memutuskan ikatan Ti-O pada TTIP sehingga laju hidrolisis dapat diperlambat dan pembentukan kristal dapat diatur.

Selama proses hidrotermal berlangsung, reaksi hidrolisis dan polikondensasi terjadi secara simultan ketika sejumlah larutan prekursor titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP)

bercampur air dalam pelarut etanol pada temperatur dan tekanan yang tinggi. Nanopartikel titania dalam sistem dispersi suspensi dapat tersisipkan pada permukaan internal maupun eksternal cetakan dan mengalami polikondensasi membentuk jaringan oksida titania.

Reaksi ini akan mendorong pembentukan polimer dengan berat molekul yang lebih besar, dengan demikian deposisi jaringan oksida titania akan menghasilkan suatu struktur titania berpori ketika dilakukan proses penghilangan cetakan (kalsinasi). Model pembentukan struktur titania berpori yang diusulkan ditampilkan pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Model interaksi pembentukan TiO<sub>2</sub> dengan cetakan pati

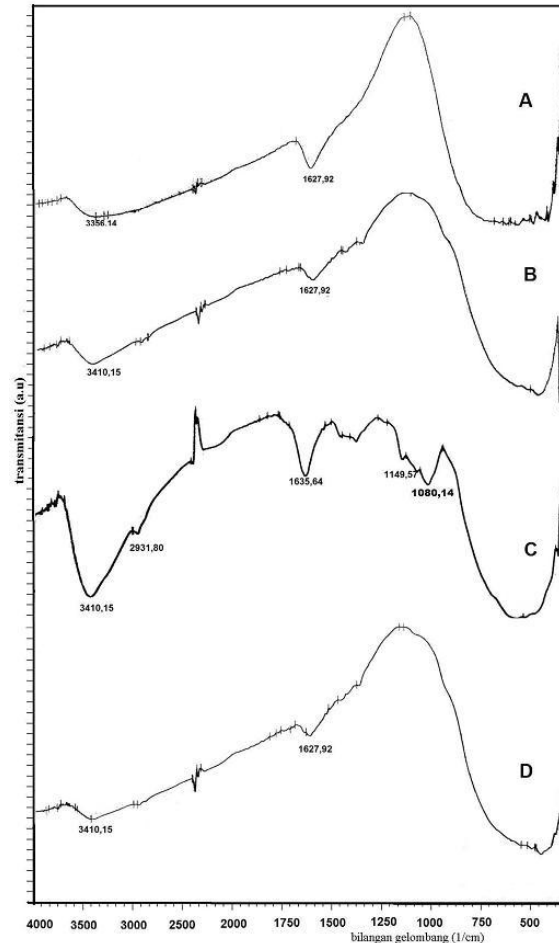
Analisis hilangnya pati dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dilakukan menggunakan FTIR. Analisis spektra FTIR dilakukan terhadap TiO<sub>2</sub> hasil sintesis sebelum dan setelah proses kalsinasi sebagaimana disajikan pada Gambar 2.

Puncak lebar pada daerah 600-400 cm<sup>-1</sup> yang muncul pada spektra FTIR

serbuk TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan cetakan pati teridentifikasi sebagai kerangka dasar TiO<sub>2</sub>. Serapan yang muncul di daerah 1080,14 cm<sup>-1</sup> pada spektra TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 5% b/v sebelum kalsinasi dimungkinkan merupakan serapan C-O-Ti dan tidak muncul kembali pada spektra TiO<sub>2</sub> dengan berat

pati 5% b/v setelah kalsinasi. Hal ini mengindikasikan bahwa pati yang berfungsi sebagai cetakan pori dalam

sintesis  $\text{TiO}_2$  dapat dihilangkan setelah proses kalsinasi pada temperatur  $450^\circ\text{C}$  selama 4 jam.



**Gambar 2.** Spektra FTIR serbuk  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis tanpa cetakan (a) sebelum kalsinasi (b) setelah kalsinasi (c)  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan berat pati 5% b/v sebelum kalsinasi (d) setelah kalsinasi.

Puncak yang muncul di daerah  $1635,64\text{ cm}^{-1}$  pada spektra  $\text{TiO}_2$  dengan cetakan pati sebelum kalsinasi menunjukkan vibrasi tekuk OH dari  $\text{H}_2\text{O}$ , sedangkan pada spektra FTIR setelah kalsinasi puncak tersebut bergeser pada  $1627,92\text{ cm}^{-1}$  yang juga menunjukkan vibrasi tekuk OH dari  $\text{H}_2\text{O}$ . Puncak di daerah  $1627,92\text{ cm}^{-1}$  dan  $3410,15\text{ cm}^{-1}$  Synthesis of Porous  $\text{TiO}_2$  with Starch Template and Its Photoactivity towards Photodegradation of Methylene Blue  
(Gani Purwiandono, Indriana Kartini)

setelah kalsinasi mengalami penurunan intensitas yang menandakan bahwa jumlah OH dalam serbuk  $\text{TiO}_2$  berkurang. Serbuk  $\text{TiO}_2$  diketahui bersifat higroskopis sehingga sangat mudah menyerap molekul  $\text{H}_2\text{O}$ . Meskipun serbuk  $\text{TiO}_2$  telah dikalsinasi pada  $450^\circ\text{C}$ , ternyata masih terdapat indikasi molekul  $\text{H}_2\text{O}$  pada  $\text{TiO}_2$  hasil

sintesis. Hal ini terjadi karena terserapnya H<sub>2</sub>O kembali dari udara luar setelah proses *sintering* maupun selama penyimpanan sebelum analisis dilakukan.

**Tabel 1.** Serapan spektra FTIR TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan berat pati 5% b/v

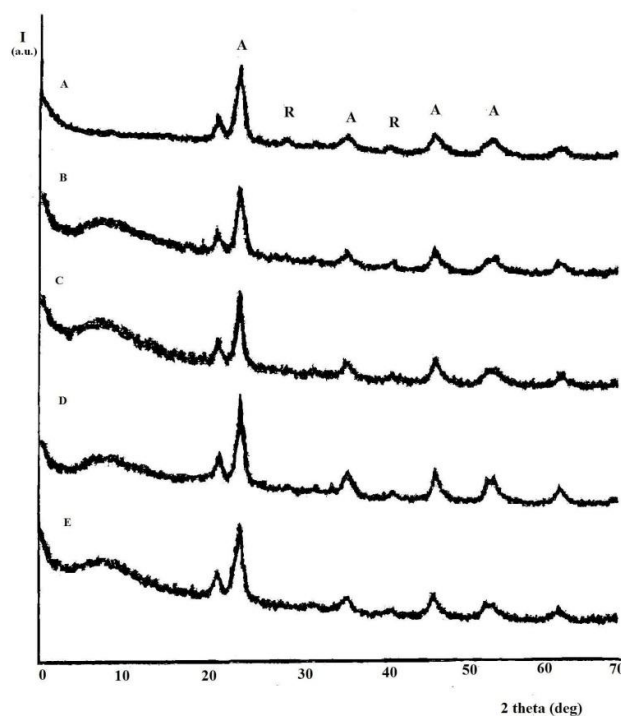
Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )			
Referensi	TiO <sub>2</sub> hasil sintesis sebelum kalsinasi	TiO <sub>2</sub> hasil sintesis setelah kalsinasi	Serapan karakteristik
3448,5 <sup>[9]</sup>	3410,15	3410,15	OH renggang dari H <sub>2</sub> O OH tekuk dari H <sub>2</sub> O Serapan C-H dari pati Serapan C-O-Ti Karakteristik TiO <sub>2</sub> (ν <sub>Ti-O-Ti</sub> )
1639,4 <sup>[10]</sup>	1635,64	1627,92	
3000-2800 <sup>[10]</sup>	2931,80	2924,09	
1080 <sup>[11]</sup>	1080,14	-	
900-400 <sup>[11]</sup>	Serapan lebar dan tajam pada 600-400	Serapan lebar dan tajam pada 600-400	

### Kristalinitas TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis

Difraktogram sinar-X TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan variasi berat pati secara berurutan disajikan pada Gambar 3. TiO<sub>2</sub> hasil sintesis mempunyai kristalinitas yang tinggi dan dominan tersusun atas fasa *anatase*. Hal ini ditunjukkan dengan kehadiran puncak tajam pada daerah 2θ sekitar 25° masing-masing serbuk TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Puncak *anatase* tertinggi dihasilkan oleh TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 5% b/v dengan puncak *anatase* pada d<sub>101</sub>=3,53485. Penggunaan cetakan dalam konsentrasi yang tinggi akan menekan pertumbuhan kristal *rutile* dan mengarahkan pada pembentukan kristal *anatase*, sedangkan pada konsentrasi yang berlebih, partikel titania akan

terbungkus oleh *block copolymer* molekul cetakan, sehingga pembentukan kristal menjadi terhambat<sup>[12,13]</sup>. Hal ini yang menjelaskan fenomena berkurangnya derajat kristalinitas TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 10% b/v karena pengaruh penggunaan pati dalam jumlah banyak akan menyebabkan pertumbuhan kristal menjadi tidak sempurna akibat dari panjang rantai karbon makromolekul pati yang menghambat pertumbuhan kristal *anatase*.

Berdasarkan persamaan Scherrer, dapat ditentukan ukuran kristal (D). Komposisi fasa kristal *anatase* dan *rutile* serbuk TiO<sub>2</sub> disajikan pada Tabel 2.



**Gambar 3.** Difraktogram serbuk TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan variasi berat pati, *anatase* (A) dan *rutile* (R) (a) tanpa cetakan (b) 0,5% b/v (c) 2,5% b/v (d) 5% b/v (e) 10% b/v.

**Tabel 2.** Ukuran fasa kristal serbuk TiO<sub>2</sub> dengan variasi berat pati

Sampel TiO <sub>2</sub>	<i>Anatase</i>			<i>Rutile</i>		
	2 $\theta$ (°)	d (Å)	D (nm)	2 $\theta$ (°)	d (Å)	D (nm)
Data JCPDS		3,5200			3,2470	
Tanpa cetakan	25,443	3,4979	9,676	27,160	3,2806	14,59
Berat pati 0,5% b/v	25,522	3,4873	7,631	27,380	3,2548	12,74
Berat pati 2,5% b/v	25,607	3,4767	7,218	27,700	3,2179	8,500
Berat pati 5% b/v	25,173	3,5349	11,34	-	-	-
Berat pati 10% b/v	25,454	3,4965	7,404	-	-	-

Faktor yang menentukan pembentukan fasa *anatase* pada serbuk TiO<sub>2</sub> hasil sintesis yakni pengaruh temperatur, sedangkan pengaruh cetakan pati yang berlebih dapat menghambat pertumbuhan fasa kristal *anatase*. Pertumbuhan kedua fasa kristal *anatase* dan *rutile* dipengaruhi oleh faktor ketersediaan ruang yang dibatasi oleh banyaknya jumlah cetakan sebagai

pengarah pori. Fenomena ini disebabkan karena cetakan pati menyediakan ruang yang relatif sempit, sehingga dapat berperan sebagai material inang dalam membatasi pertumbuhan kristal *anatase*.

Berdasar data hasil difraktogram pada Gambar 3, secara kualitatif dapat diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan variasi berat pati secara dominan tersusun atas fasa *anatase*. Padatan titania

hasil sintesis dikarakterisasi lebih lanjut untuk mengetahui karakter porositas dan distribusi pori.

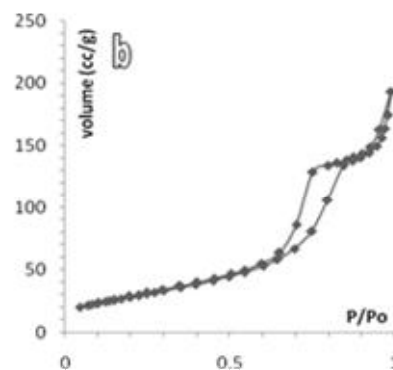
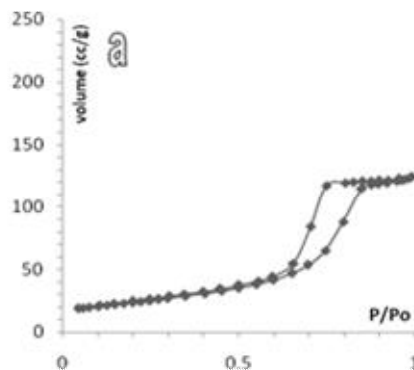
### Porositas TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis

Luas permukaan dan distribusi ukuran pori ditentukan dengan metode Brunauer – Emmet – Teller (BET), sedangkan distribusi ukuran pori ditentukan dengan metode Barret-Joyner-Halenda (BJH) jalur desorpsi. Kurva isoterm adsorpsi disajikan pada Gambar 4. Berdasar Gambar 4, kurva isoterm adsorpsi desorpsi menunjukkan terjadinya histeresis.

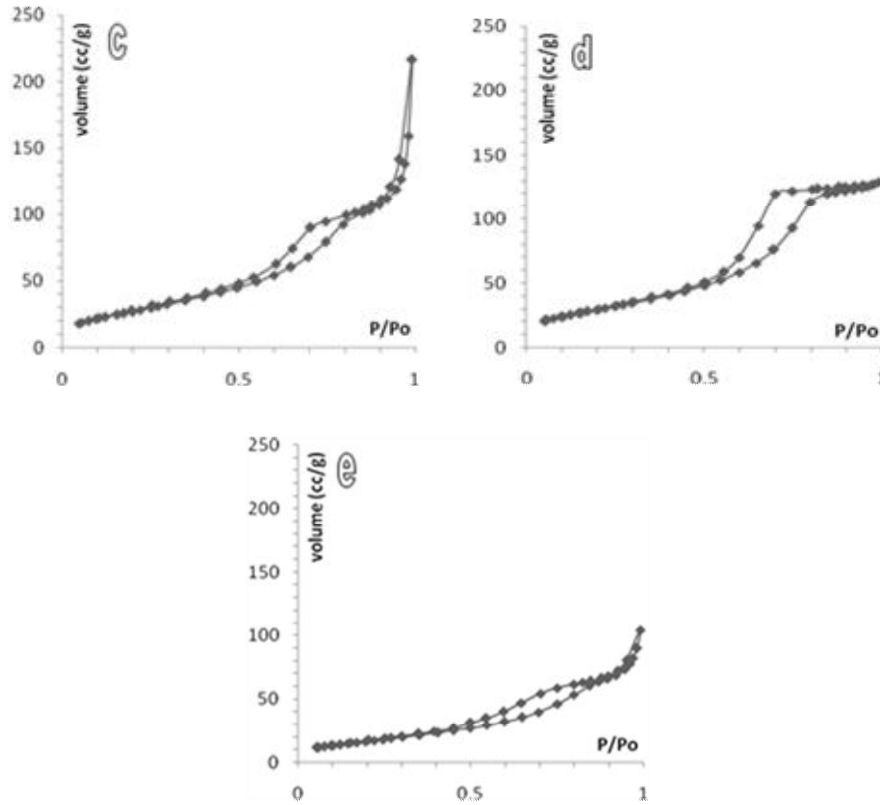
Adanya histeresis menandakan bahwa gas yang telah teradsorpsi mengalami desorpsi relatif berdasar ukuran permukaan pori karena adanya kondensasi kapiler pada mesopori. Pola isoterm pada kurva titania hasil sintesis

tanpa cetakan memiliki pola mesopori dengan adanya histeresis dan pola desorpsi menunjukkan keragaman jenis pori hanya pada pori berukuran meso.

Data kuantitatif porositas berbagai padatan titania disajikan pada Tabel 3. Padatan titania dengan cetakan 5% b/v memiliki karakter pori dengan luas permukaan spesifik mencapai 110,189 m<sup>2</sup>/g dengan jejari pori sebesar 1,81 nm dan volume total pori 0,991 cm<sup>3</sup>/g, sedangkan titania tanpa cetakan memiliki volume total pori 0,190 cm<sup>3</sup>/g, yang mengindikasikan bahwa pori titania dengan pati sebagai cetakan memiliki rongga dan ruang yang relatif besar dibanding padatan titania tanpa cetakan.







**Gambar 4.** Kurva isoterm adsorpsi desorpsi TiO<sub>2</sub> (a) tanpa cetakan (b) cetakan pati 0,5% b/v (c) cetakan pati 2,5% b/v (d) cetakan pati 5% b/v (e) cetakan pati 10% b/v

**Tabel 3.** Hasil uji kuantitatif analisis isoterm adsorpsi-desorpsi gas N<sub>2</sub>

TiO <sub>2</sub> hasil sintesis	Luas permukaan spesifik (m <sup>2</sup> /g)*	Volume pori total (cm <sup>3</sup> /g)*	Diameter pori rerata (Å)**
Tanpa cetakan	83,366	0,190	46,15
Cetakan pati 0,5% b/v	105,512	0,990	56,71
Cetakan pati 2,5% b/v	104,97	0,990	43,78
Cetakan pati 5% b/v	110,189	0,991	38,07
Cetakan pati 10% b/v	63,54	0,991	50,69

\* pengukuran menggunakan BET

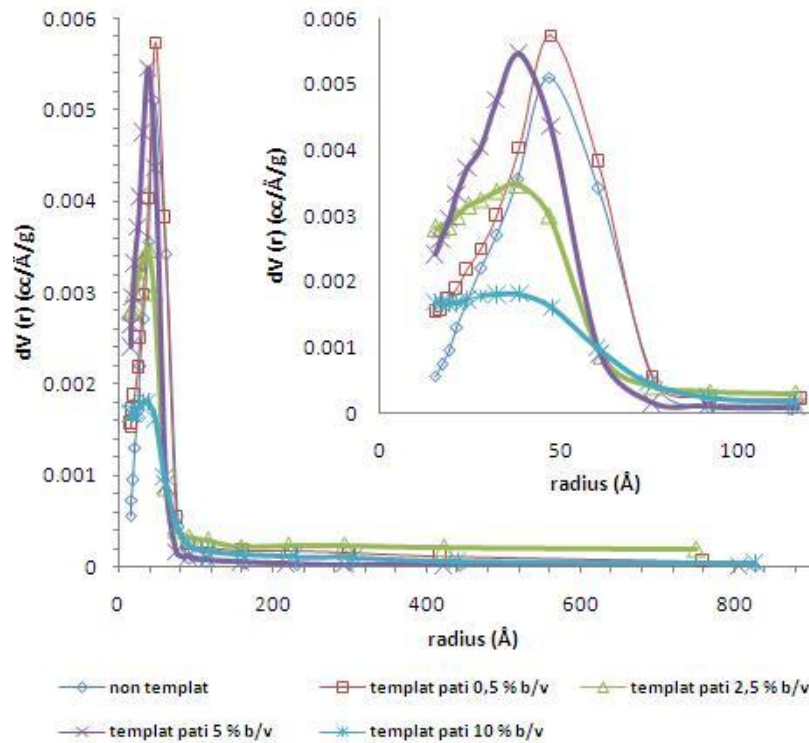
\*\* pengukuran menggunakan BJH

Berdasarkan interpretasi kurva isoterm pada Gambar 4 dan data kuantitatif dalam Tabel 3, dapat diketahui bahwa penggunaan cetakan pati dalam sintesis padatan titania menyebabkan pembentukan pori yang ditandai dengan nilai volume total pori naik secara signifikan antara padatan titania yang

menggunakan cetakan dengan tanpa cetakan. Padatan titania dengan cetakan pati 5% b/v memiliki luas permukaan spesifik yang paling besar akan tetapi nilai diameter pori rerata paling kecil, hal ini dimungkinkan karena kerusakan lokal (*local collapse*) dalam struktur pori internal titania selama proses kalsinasi.

Laju pemanasan kalsinasi yang tidak teratur tidak mampu memfasilitasi penghilangan cetakan secara bertahap dan sempurna dan dapat memicu kerusakan lokal terhadap pori yang telah terbentuk. Kurva isoterm adsorpsi-desorpsi monolit titania hasil sintesis memiliki fenomena histeresis yang besar. Distribusi ukuran pori yang tersebar

dalam padatan titania dapat dikonfirmasi melalui plot kurva  $dV(r)$  versus  $r$  pada jalur desorpsi berdasarkan metode BJH. Hasil interpretasi kurva distribusi pori dapat memberikan informasi yang bermanfaat dalam menggambarkan keseragaman ukuran pori dalam suatu padatan.



**Gambar 5.** Kurva distribusi ukuran pori BJH dalam padatan titania dengan variasi berat cetakan. Perbesaran radius 0-100Å

Padatan titania dengan pori yang seragam mampu menyediakan situs permukaan dengan orientasi yang relatif sama untuk berinteraksi dengan adsorbat (metilen biru). Sementara padatan titania dengan distribusi pori yang acak akan memberikan kapasitas dan lama adsorpsi

yang berbeda. Hal ini berpengaruh terhadap keseragaman lapisan molekul zat warna pada permukaan titania, sehingga dapat mempengaruhi kinerja fotokatalitik. Ukuran radius pori ini menunjukkan bahwa titania hasil sintesis

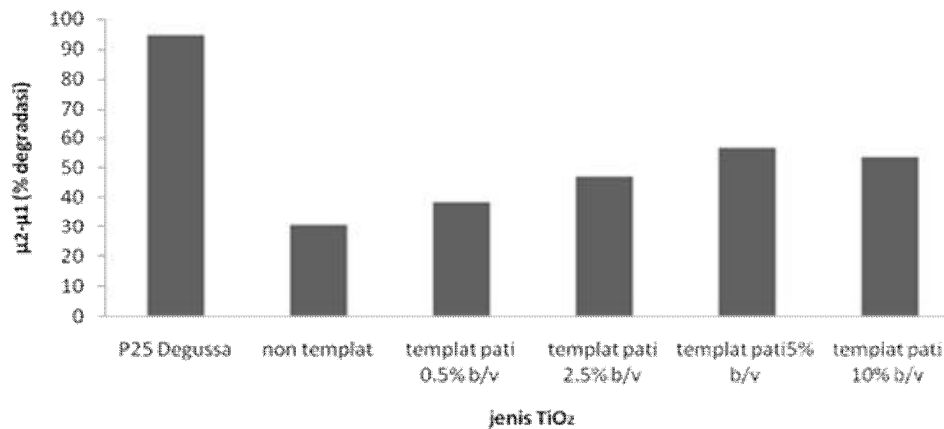
memiliki keseragaman pori yang besar dengan karakter mesopori.

### Sifat Fotokatalitik TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis

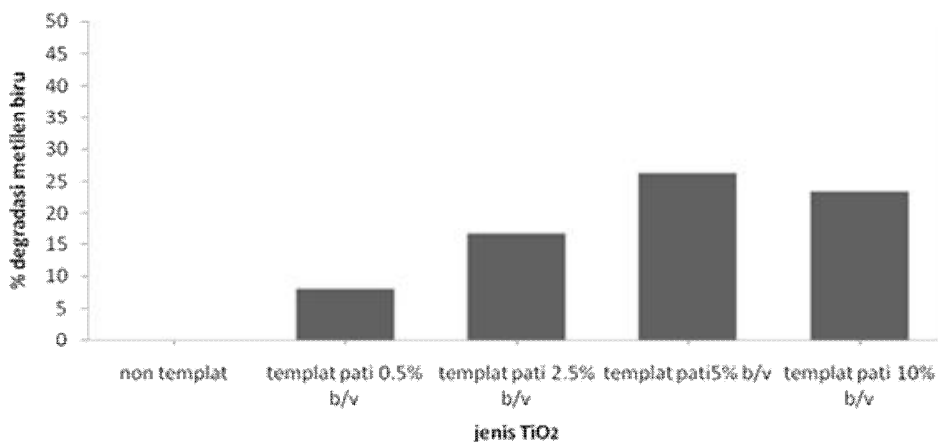
Reaksi fotodegradasi metilen biru pada dasarnya merupakan reaksi reduksi-oksidasi yang diinduksi oleh sinar ultra violet. Metilen biru (substrat) berperan sebagai reduktor, oksigen sebagai oksidator, sedangkan TiO<sub>2</sub> bertindak sebagai fotokatalis. Sistem reaksi fotooksidasi dengan fotokatalis titania dilakukan melalui penyinaran cahaya UV

dengan energi yang sesuai dengan energi celah pita semikonduktor TiO<sub>2</sub> ( $\lambda \leq 385$ ).

Efektivitas fotodegradasi metilen biru menggunakan fotokatalis dihitung dengan mengevaluasi konsentrasi metilen biru dalam keadaan terang ( $\mu_2$ ) dengan konsentrasi metilen biru dalam keadaan gelap ( $\mu_1$ ) pada adsorbansi padatan titania hasil sintesis. Adanya proses degradasi metilen biru membuktikan bahwa TiO<sub>2</sub> mempunyai aktivitas fotokatalik.



(a)



(b)

**Gambar 6.** (a) Aktivitas fotodegradasi metilen biru menggunakan TiO<sub>2</sub> hasil sintesis (b) efektivitas relatif TiO<sub>2</sub> dibanding TiO<sub>2</sub> tanpa cetakan.

Aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> hasil sintesis terhadap metilen biru mencapai optimum pada TiO<sub>2</sub> dengan cetakan pati 5% b/v sebesar 26,3% relatif dibanding TiO<sub>2</sub> tanpa cetakan. Hal ini sesuai dengan karakter luas permukaan spesifik dan volume pori total yang besar. Penurunan aktivitas fotokatalik TiO<sub>2</sub> dengan cetakan pati 10% b/v terjadi karena penurunan kristal *anatase* yang terbentuk akibat konsentrasi cetakan berlebih dan menyebabkan menurunnya aktivitas fotokatalitik. Digunakan pembandingan TiO<sub>2</sub> P25 Degussa yang dapat mendegradasi metilen biru hingga 94,87% (Tabel 4) dikarenakan kristalinitas penyusun TiO<sub>2</sub> P25 Degussa sangat baik dengan ukuran kristal *anatase* 35,1551 nm.

Tabel 4. Perbandingan fotoaktivitas TiO<sub>2</sub>

Jenis TiO <sub>2</sub>	Degradasi metilen biru (%)
TiO <sub>2</sub> cetakan pati 5% b/v	56,90
P25 Degussa	94,87

Faktor kristalinitas fasa kristal *anatase* mengalami peningkatan seiring dengan penambahan cetakan pati dan terbukti memberikan peningkatan efektivitas fotodegradasi metilen biru. Efektivitas titania P25 mencapai 94,87% dengan kristal penyusun *anatase* mencapai 79% dan ukuran kristal 35,15 nm, walaupun P25 tidak memiliki keseragaman pori yang baik, akan tetapi

memiliki struktur dan ukuran fasa *anatase* yang dominan. Faktor konsentrasi cetakan pati memberikan faktor kristalinitas yang baik dan fotoaktivitas degradasi metilen biru, akan tetapi tidak berpengaruh terhadap porositas TiO<sub>2</sub> hasil sintesis.

### Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub> melalui metode hidrotermal menghasilkan TiO<sub>2</sub> berpori dengan fasa kristal *anatase*. Aktivitas TiO<sub>2</sub> dengan berat pati 5% b/v dengan radiasi UV selama 30 menit mampu mendegradasi metilen biru sebesar 56,90% dan penurunan konsentrasi metilen biru pada reaksi fotokatalitik dipengaruhi oleh faktor kristalinitas TiO<sub>2</sub> hasil sintesis.

### Pustaka

- [1] Hoffman, M.R., Martin, S.M., Choi, W., and Bahnemann, D.W., 1995, *Environmental Application of Semiconductor Photocatalyst*, *Chem. Rev. B.*, 95, 69-96
- [2] Lee, G.D., and Falconer, J.L., 2000, *Transient Measurements of lattice Oxygen in Photocatalytic Decomposition of Formic Acid on TiO<sub>2</sub>*, *Catal. Lett.*, 70, 145-148
- [3] Yanagisawa, K., and Ovenstone, J., 1999, *Crystalization of Anatase from Amorphous Titania Using the Hydrothermal Technique: Effect of Starting Material and Temperature*, *J. Phys. Chem. B.*, 103, 7781-7787

- [4] Ollis, D.F., and Elkabi, 1993, *Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air*, Elsevier, Amsterdam
- [5] Awati, P.S., Awate, S.V., Shah, P.P., and Ramaswamy, V., 2003, Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique, *Catal. Commun.*, 4, 393-400
- [6] Davis, S.A., and Mann, S., 2004, Spongelike Macroporous TiO<sub>2</sub> Monoliths Prepared from Starch Gel Template, *Sol-Gel Sci. Technol.*, 32, 95-105
- [7] Meilert, K.T., Laub, D, and Kiwi, J., 2005, Photocatalytic self-cleaning of Modified Cotton Textiles by TiO<sub>2</sub> Clusters Attached by Chemical spacers, *J. Photochem. Photobiol.*, 174, 156-164
- [8] Cheng, H., Ma, J., Zhao, Z., and Qi, L., 1995, Hydrothermal Preparation of Uniform Nanosized Rutile and Anatase Particles, *Chem. Mater.*, 7 (4), 663
- [9] Meilert, K.T., Laub, D, and Kiwi, J., 2005, Photocatalytic self-cleaning of Modified Cotton Textiles by TiO<sub>2</sub> Clusters Attached by Chemical spacers, *J. Photochem. Photobiol.*, 174, 156-164
- [10] Yang, P., Zhao, D., Margolese, D.I., Chmelka, F.B., and Stucky, G.D., 1999, Block Copolymer Templating Synthesis of Mesoporous Metal Oxides with Large Ordering Lengths and Semicrystalline Framework, *Chem. Mater.*, 11 (10), 2813-2826
- [11] Kumar, P., Badrinarayanan, S., and Sastry, M., 1999, Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> Studied by Optical, FT-IR and X-Ray Photoelectron Spectroscopy: Correlation to Presence of Surface States, *Thin Solid Films* 358, 122-130
- [12] Kartini, I., 2004, *Synthesis and Characterization of Mesoporous Titania for Photoelectrochemical Solar Cells*, PhD Thesis, Chemical Engineering, The University of Queensland, Australia
- [13] Kartini, I., 2009, *Sel Surya Berbasis Sistem Sandwich Nanokristal Semikonduktor Celah Lebar dan Zat Warna Alam (Natural Dye-Sensitized Solar Cell, nDSSC)*, Inorganic Chemistry Laboratory, Department of Chemistry, UGM, Yogyakarta