

## PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA (TiO<sub>2</sub>) MESOPORI SEBAGAI ADSORBEN LOGAM Cu(II) DAN METHYLENE BLUE

Ridhawati Thahir<sup>1)</sup>, Rosalin<sup>1)</sup>, Khaerunnisa<sup>2)</sup>, Sinthia Laurenz<sup>2)</sup>, Puspitasari<sup>3)</sup>

<sup>1)</sup> Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

<sup>2)</sup> Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

<sup>3)</sup> Penyelia Laboratorium Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang

### ABSTRACT

Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) is a mesoporous materials having pore size diameter 2-50 nm, pore structure uniform, large surface area, and uniform of pore size distribution. The purpose of this research is to synthesize TiO<sub>2</sub> mesoporous materials using hydrothermal method, titanium tetra isopropoxide (TTIP) as a precursor and pluronik 123 (P123) as surfactant agent for the pore-forming template. The products of TiO<sub>2</sub> mesoporous has analyzed using the Brunauer-Emmet-Teller (BET) methode, FTIR, XRD and DSC. The results of these analyses of surface area and pore size distribution were 121 m<sup>2</sup>/g, pore volume 0.173 cc/g and pore diameter of 9.46 nm. The results of XRD analysis show the tetragonal structure and anatase phase. TiO<sub>2</sub> mesoporous was generated the amount of Cu(II) adsorption were 450 mg/g for 60 minutes and the amount of methylene blue adsorption were 96 mg/g for 60 minutes.

**Keywords:** *Titanium dioxide, mesoporous, surface area, pore size, adsorption*

### 1. PENDAHULUAN

Nanoteknologi merupakan ilmu yang dikembangkan di dunia sains dan teknologi. Salah satu produk nanoteknologi adalah material titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) dengan ukuran mesopori. TiO<sub>2</sub> adalah material yang dikenal luas sebagai fotokatalis didasarkan pada sifat semikonduktornya. Proses fotokatalis banyak diaplikasikan untuk penghilangan atau pendegradasian polutan cair seperti logam tembaga dan *methylene blue* menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan. Logam tembaga dan *methylene blue* merupakan unsur berbahaya dan akan berdampak pada penurunan kualitas lingkungan jika dibuang ke lingkungan tanpa diolah terlebih dahulu. Oleh karena itu, keberadaannya dalam lingkungan harus dikurangi atau dihilangkan. Adsorpsi merupakan salah satu cara untuk mengurangi kandungan tembaga dan *methylene blue* dalam larutan.

Ying *et al.* (1995) mensintesis TiO<sub>2</sub> mesopori menggunakan surfaktan alkil fosfat sebagai *template* melalui proses sol-gel, tetapi material yang di hasilkan bukan murni TiO<sub>2</sub> oleh karena masih terdapat molekul fosfor yang terikat kuat pada TiO<sub>2</sub>. Xiang *et al.* (2009) menggunakan titanium sulfat (Ti<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>) sebagai prekursor, amonium bikarbonat (NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>) sebagai *template* melalui metode presipitasi diperoleh luas permukaan sebesar 138 m<sup>2</sup>/g. Kim *et al.* (2007) melaporkan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori melalui metode hidrotermal dapat meningkatkan kristalinitas, stabilitas termal, luas permukaan dan aktivitas fotokatalitik.

Peningkatan ukuran pori TiO<sub>2</sub> terkait dengan penggunaan bahan surfaktan sebagai *template*. *Template* adalah cetakan yang terbuat dari bahan surfaktan yang berfungsi sebagai pencetak pori. *Template* sulit dibersihkan dan pembersihan *template* seringkali menyebabkan runtuhnya pori yang terbentuk. Metode hidrotermal merupakan metode yang dapat mempercepat penghilangan surfaktan pada proses kalsinasi tanpa merusak struktur pori yang telah terbentuk. Selain itu, metode hidrotermal juga dapat meningkatkan luas permukaan pada TiO<sub>2</sub> mesopori hingga baik digunakan untuk adsorpsi (Jin *et al.* 2017).

Dari uraian tersebut di atas maka dilakukan penelitian sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori menggunakan metode hidrotermal untuk diaplikasikan sebagai adsorben logam tembaga dan *methylene blue*. Pada penelitian ini digunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) sebagai prekursor, pluronik 123 (P123) sebagai surfaktan, temperatur pemanasan 105°C selama 17 jam, temperatur kalsinasi 500°C selama 5 jam. Analisis yang dilakukan adalah struktur pori (diameter, volume, dan luas permukaan) menggunakan analisa *Brunauer-Emmet-Teller* (BET), fase kristal menggunakan analisa *X-ray diffractometer*, identifikasi gugus fungsi dari ikatan Ti-O menggunakan analisa *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), Analisis termal menggunakan analisa *Differential Scanning Calorimetri* (DSC) serta mengaplikasikan TiO<sub>2</sub> mesopori sebagai adsorben logam Cu dan *methylene blue*.

<sup>1</sup> Korespondensi penulis: Ridhawati Thahir, Telp 081342608424, ridha331@poliupg.ac.id

## 2. METODE PENELITIAN

**Bahan :** Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : Titanium tetraisopropoksida (TTIP), Pluronic 123 (P123), etanol, asam asetat pekat, amoniak 32%, asam sulfat 98%, aquabidest.

**Alat :** Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : alat gelas laboratorium, *hotplate*, *magnetic stirer*, teflon, *centrifuge*, cawan porselin, oven, tanur, kotak adsorpsi, lampu (Hg) merkuri 150 watt, BET Quartachroma Nova 2000 version 11.0, FTIR-8400S SHIMADZU Gen, XRD D2 PHASER 2<sup>nd</sup> BRUKER, *Differential Scanning Calorimetri*, *Spektrofotometri UV-Vis*.

### Prosedur Penelitian :

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

Sebanyak 2,4 gram P123 dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi 15 mL TTIP, 60 mL etanol dan 6 mL asam asetat pekat. Campuran diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama satu jam, kemudian pengadukan dengan alat sonikasi selama 30 menit. Larutan dimasukkan ke dalam teflon lalu dilakukan pemanasan pada suhu 105°C selama 17 jam, kemudian dilakukan proses kalsinasi menggunakan tanur pada suhu 500°C selama 5 jam. Analisis karakteristik TiO<sub>2</sub> menggunakan analisa BET, FTIR, XRD dan DSC.

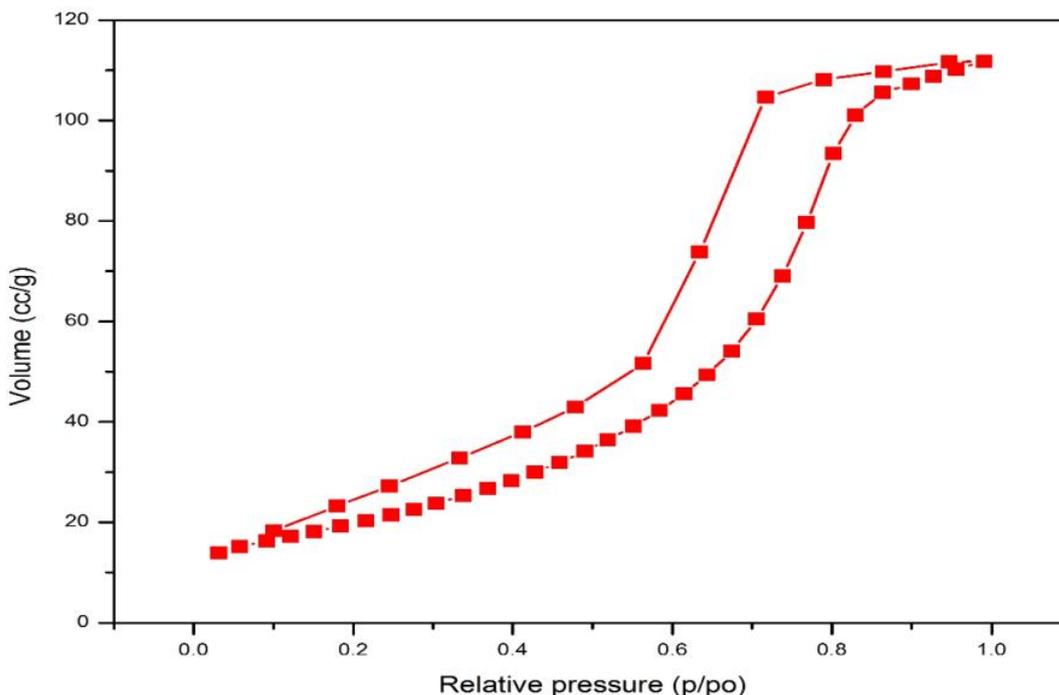
#### Adsorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori

TiO<sub>2</sub> mesopori sebanyak 0,1 gram dimasukkan ke dalam masing-masing larutan Cu(II) 500 ppm dan *methylene blue* 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam box adsorpsi dan diaduk dengan *magnetic stirer*. Larutan diaduk dengan variasi waktu pengadukan 10,20,30,40,50 dan 60 menit. Absorbansi filtrat diukur dengan menggunakan *spektrofotometri UV-Vis*.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan *Surface Area* menggunakan Analisa *Bruneuer Emmet Teller* (BET)

Analisis surface area menggunakan metode BET untuk menentukan luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dari TiO<sub>2</sub> mesopori. Berdasarkan literatur, TiO<sub>2</sub> masuk ke dalam kategori mesopori jika diameter porinya berada pada rentang 2–50 nm. Hasil pengujian BET menunjukkan *surface area* sampel 121 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0.173 cc/g dan diameter pori sebesar 9.46 nm. Berdasarkan analisis diperoleh TiO<sub>2</sub> yang masuk ke dalam kategori mesopori. Berdasarkan analisis BET didapatkan pula kurva adsorpsi-desorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori yang terdapat pada gambar 1.

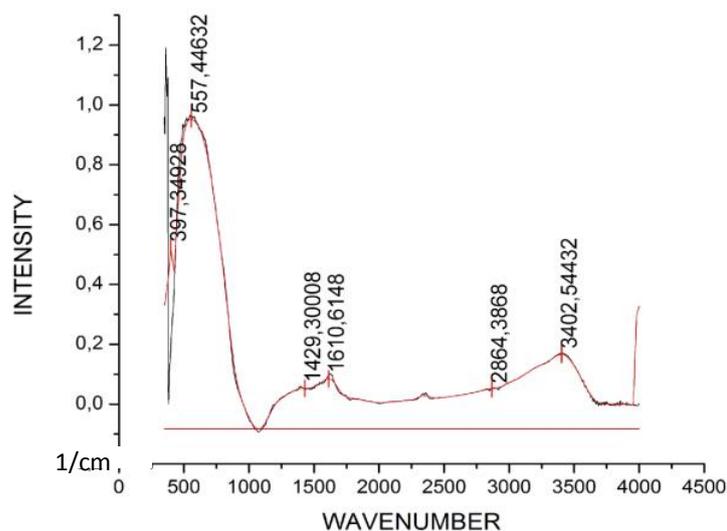


Gambar 1. Kurva adsorpsi-desorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori

Gambar 1 menunjukkan kurva adsorpsi-desorpsi  $\text{TiO}_2$  mesopori yang merupakan hubungan antara *relative pressure* dan volume adsorpsi. Karakteristik kurva  $\text{TiO}_2$  mesopori mendekati tipe IV isoterm adsorpsi-desorpsi dan tipe H1 *hysteresis loop* berdasarkan klasifikasi IUPAC yang merupakan ciri dari material mesopori.

### Analisis Ikatan Ti-O pada $\text{TiO}_2$ Mesopori dengan Analisa FTIR

Sintesis material  $\text{TiO}_2$  mesopori dikatakan berhasil jika pada analisis *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) terdapat gugus Ti-O. Pengujian dilakukan menggunakan FTIR-8400S SHIMADZU dan menghasilkan spektrum FTIR  $\text{TiO}_2$  mesopori pada gambar 2.

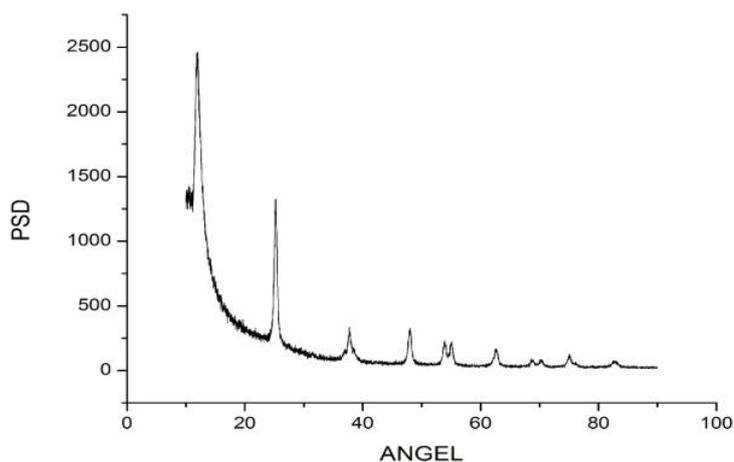


Gambar 2. Spektrum FTIR  $\text{TiO}_2$  Mesopori

Berdasarkan literatur, bilangan gelombang dari ikatan Ti-O berada pada rentang  $400\text{-}700\text{ cm}^{-1}$  dan hasil pengujian FTIR diperoleh ikatan Ti-O pada spektrum  $557\text{ cm}^{-1}$  dengan intensitas 0,95

### Analisis Struktur, Fasa dan Ukuran Kristal $\text{TiO}_2$ Mesopori dengan Analisa XRD

Pola difraksi didapatkan dari pengukuran menggunakan XRD-BRUKER D2 PHASER X-Ray Diffractometer dengan  $\text{Cu-K}\alpha$  crystal sebagai sumber radiasi ( $\lambda=1,54\text{ \AA}$ ), rentang sudut putar ( $2\theta$ )  $15\text{-}75^\circ$  dan kecepatan *scanning*  $2^\circ$  per menit. Berdasarkan analisis  $\text{TiO}_2$  mesopori yang dihasilkan merupakan fase anatase dengan struktur tetragonal, hal ini sesuai dengan literatur yang mengatakan bahwa  $\text{TiO}_2$  dengan suhu pemanasan  $400$  hingga  $650$  akan membentuk fase anatase.

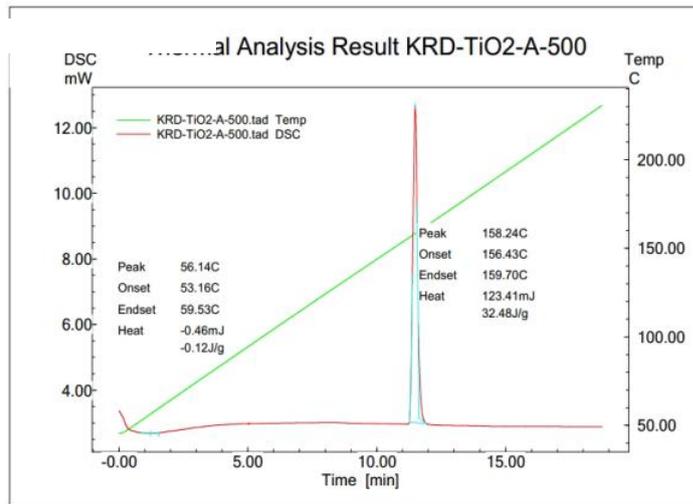


Gambar 3. Difraktogram  $\text{TiO}_2$  Mesopori

Berdasarkan analisis yang dilakukan diperoleh difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori pada gambar 3, dilakukan intepertasi dan diperoleh nilai FWHM untuk menentukan ukuran kristal yang dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer. Berdasarkan perhitungan diperoleh bahwa ukuran kristal TiO<sub>2</sub> mesopori telah berukuran nanometer (nm), dengan median ukuran 5.0 nm.

### Analisis Nilai Transisi Gelas (T<sub>g</sub>) pada TiO<sub>2</sub> Mesopori dengan Analisa DSC

Karakterisasi termal TiO<sub>2</sub> mesopori differential scanning calorimeter (DSC)-60 Plus SHIMADZU. Analisis termal digunakan untuk mengetahui karakteristik material sebagai fungsi waktu dan suhu. Pembuatan kurva akan menunjukkan 3 titik puncak yang mengindikasikan 3 titik gelap T<sub>g</sub>, T<sub>c</sub> dan T<sub>m</sub>. Grafik termal TiO<sub>2</sub> dengan analisa DSC dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Difraktogram DSC TiO<sub>2</sub> Mesopori

Berdasarkan analisis DSC diketahui bahwa suhu transisi gelas (T<sub>g</sub>) adalah 56°C dan energi yang dibutuhkan sebesar 0,12 J/g. Dengan naiknya suhu, padatan amorf akan menjadi kurang kental sehingga molekul-molekul memperoleh kebebasan bergerak yang cukup. Selanjutnya secara spontan mengatur diri menjadi bentuk kristal pada suhu kristalisasi (T<sub>c</sub>). Berdasarkan analisis suhu kristal (T<sub>c</sub>) adalah 158°C. Transisi dari amorf padat ke kristal padat ini adalah proses eksotermik (entalpi bernilai negatif) ditunjukkan adanya puncak pada sinyal termogram DSC. Jika pemanasan dilanjutkan maka suhu meningkat dan sampel meleleh sehingga diperoleh suhu pelelehan (T<sub>m</sub>). Pada tahap ini terjadi proses endotermik dan menghasilkan titik endotermik pada kurva DSC. Namun pada kurva hasil analisis belum menunjukkan puncak nilai T<sub>m</sub>, sehingga menunjukkan bahwa sampel TiO<sub>2</sub> mesopori memiliki ketahanan termal yang cukup tinggi.

### Kapasitas dan Daya Adsorpsi TiO<sub>2</sub> Mesopori Terhadap Logam Cu(II) dan Methylene Blue

TiO<sub>2</sub> mesopori yang telah disintesis kemudian diaplikasikan untuk menyerap logam Cu dan *methylene blue*. Kemampuan adsorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori dilihat dari daya jerap dan kapasitas adsorpsinya. Daya adsorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori terhadap logam Cu(II) dan *methylene blue* dihitung dengan mengevaluasi konsentrasi sebelum dan setelah proses adsorpsi. Berdasarkan analisis yang dilakukan, daya adsorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori terhadap logam Cu diperoleh sebesar 99,70% dan kapasitas adsorpsi sebesar 450 mg/g selama 60 menit, sedangkan untuk *methylene blue* diperoleh daya adsorpsi sebesar 99,14 % dan kapasitas adsorpsi sebesar 96 mg/g selama 60 menit. Menurut Standar Industri Indonesia (SII No.02588-88) salah syarat mutu adsorben yaitu memiliki daya jerap minimal 60 mg/g terhadap *methylene blue*. Hal ini membuktikan bahwa TiO<sub>2</sub> mesopori yang telah disintesis dapat menjadi adsorben untuk logam Cu(II) dan *methylene blue* karena telah memenuhi Standar Industri Indonesia mengenai syarat mutu adsorben. Kemampuan TiO<sub>2</sub> mesopori dalam menyerap logam Cu dan *methylene blue* disebabkan oleh besarnya diameter pori yang dihasilkan, untuk TiO<sub>2</sub> mesopori diperoleh diameter adsorbat sebesar 9.46 nm. Semakin besar diameter pori, maka kemampuan adsorben untuk menyerap juga semakin besar sehingga kapasitas adsorpsi juga meningkat.

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan di atas, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Hasil analisis karakteristik TiO<sub>2</sub> mesopori yang dihasilkan pada kalsinasi suhu 500°C, maka TiO<sub>2</sub> mesopori yang diperoleh dapat digunakan sebagai adsorben dengan karakteristik sebagai berikut :
  - a) Luas Permukaan 121 m<sup>2</sup>/g, volume pori 0.173 cc/g dan diameter pori 9.46 nm.
  - b) Bentuk struktur tetragonal fase anatase dengan ukuran kristal 5 nm.
  - c) Ikatan Ti-O pada spektrum 557 cm<sup>-1</sup> dan intensitas 0,95.
  - d) Suhu transisi gelas 56°C, suhu kristalisasi 158°C.
2. Kemampuan adsorpsi TiO<sub>2</sub> mesopori sebagai berikut :
  - a) Daya adsorpsi logam Cu(II) sebesar 99,70% dan kapasitas adsorpsi 450 mg/g.
  - b) Daya adsorpsi *methylene blue* sebesar 99,14% dan kapasitas adsorpsi 96 mg/g.

#### 5. DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dkk., 2008, *Review: Sintesis Nanomaterial*, In : Jurnal Nanosain dan Nanoteknologi, 1(2) 33-57.
- Alqab, A., & Sopyan, I., 2009, *Low Temperature hydrothermal Syntesis of Calsium Phosphate Ceramics: Effect of excess Ca Precursor on phase behavior*, In : Indian Journal of Chemistry, 48:1492-1500.
- Chen, X., Mao, S.S., 2007, *Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications*, In : Chem. Rev., 107, 2891-2959.
- Choi D.Y., J.Y. Park, and J.W. Lee., 2012, Adsorption and Photocatalysis of Spherical TiO<sub>2</sub> Particles Prepared by Hydrothermal Reaction, In: Mater. Lett., 89:212-215.
- Feng H., M.H. Zhang, and L.E. Yu, 2012, *Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Performance of Metal-Ions Doped TiO<sub>2</sub>*. In : App. Cat. A : General, 413-414, 238-244.
- Gupta S.M., and M. Tripathi, 2012, *A Review on the Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles by Solution Route*, In : Cent. European J. Chem., 10(2) 279-294.
- Johansson, Emma M., 2010, *Controlling the Pore Size and Morphology Mesoporous Silica*, In : Sweden: LiU-tryck.
- Jin *et al.*, 2017., *Water Steam Modified Crystallization and Microstructure Of Mesoporous Tio<sub>2</sub> Nanofibers*. In : Journal Of Experimental Nanoscience.
- Kim D.S., and S.Y.Kwak, 2007, *The Hydrothermal Synthesis of Mesoporous TiO<sub>2</sub> with High Crystallinity, Thermal Stability, Large Surface Area, and Enhanced Photocatalytic Activity*, In : App. Catal. A: General, 323 : 110-118.
- Prambasto. S.B.U., 2013, *Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan Aplikasinya untuk Dekomposisi Air*, Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.
- Q. Huo, R. Leon, P. M. Petroff, G. D. Stucky., 1995, *Mesostructure Design with Gemini Surfactants: Supercage Formation in a Three-Dimensional Hexagonal Array*, In : Science.
- Septina, Wilman, 2007, *Sintesa Nanokristal Mesopori TiO<sub>2</sub> dengan Metoda Sol Gel.*, Skripsi Program Studi Teknik Fisika, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Bandung.
- Sing, K.S.W., 1985, *Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984)*, In : Pure Appl. Chem. 57 : 603-619.
- Xiang *et al.*, 2009, *Preparation and Photocatalytic Activity of Mesoporous TiO<sub>2</sub> Microspheres*, 1: 12-16.
- Yin *et al.*, 2016, *Preparation of Highly Crystalline Mesoporous TiO<sub>2</sub> by Sol-Gel Method Combined with Two-Step Calcining Process*, In : Journal of Experimental Nanoscience, 11:14, 1127-1137.

#### 6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan atas hibah penelitian RUTIN DIPA Politeknik Negeri Ujung Pandang sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksana Penelitian Nomor 018/PL.10.13/PL/2018 tanggal 2 April 2018