

PENGARUH PENGADUKAN DAN SONIKASI SEBELUM HIDROTERMAL TERHADAP PEMBENTUKAN TiO₂ NANOTUBE ANATASE DAN KAJIAN FOTOAKTIVITASNYA

Ira Nur Arba'atul Jannah

12/331511/PA/14741

INTISARI

Pengaruh pengadukan dan sonikasi sebelum hidrotermal terhadap pembentukan TiO₂ *nanotube* anatase dan kajian fotoaktivitasnya. Serbuk TiO₂ anatase dicampurkan dengan NaOH 10 M kemudian dilakukan pengadukan dan sonikasi dengan berbagai variasi waktu. Campuran dipanaskan dalam *teflon-lined autoclave* pada suhu 150 °C selama 5 jam. Variasi waktu hidrotermal 12 dan 24 jam masing-masing dilakukan pada kondisi optimum pengadukan dan sonikasi. Endapan hasil hidrotermal kemudian dicuci dengan larutan HCl 0,1 M hingga pH 2 dan dikeringkan serta dikalsinasi pada suhu 400 °C. Untuk melihat pengaruh penetralan, setelah pencucian asam dilakukan penetralan menggunakan akuades hingga pH netral. Sampel yang telah dikalsinasi selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk menentukan fase kristal dari TiO₂ *nanotube* anatase, spektroskopi Raman, TEM (*Transmission Elektron Microscope*) untuk melihat morfologi, GSA (*Gas Sorption Analyzer*) untuk mengetahui luas permukaan dan volume pori, I-V Keithley *Solar Simulator* dan *Diffuse Reflectance UV-Visible* (DR-UV) untuk mengetahui energi celah pita.

Adanya perlakuan pengadukan dan sonikasi berperan dalam distribusi sampel sehingga dalam waktu hidrotermal yang singkat yaitu selama 5 jam telah dihasilkan morfologi *nanotube*. Berdasarkan data hasil difraksi sinar-X, spektra Raman dan citra TEM didapatkan waktu optimum pengadukan dan sonikasi masing-masing adalah 60 dan 30 menit. Morfologi sampel yang dihasilkan berupa *nanotube* namun masih berupa campuran anatase dan titanat. Lama waktu hidrotermal berpengaruh pada perubahan morfologi TiO₂ yang dihasilkan. Pada waktu 24 jam, morfologi *nanotube* sampel berkurang membentuk lembaran dengan luas permukaan yang lebih kecil yaitu dari 109,159 menjadi 78,395 m²/g pada perlakuan pengadukan dan 81,493 menjadi 75,642 m²/g pada perlakuan sonikasi. Adanya penetralan berpengaruh pada rasio tinggi puncak anatase bidang 101 dengan Na₂Ti₃O₇ bidang 111 dan lebar puncak 200 H₂Ti₃O₇. TiO₂ yang dihasilkan dari perlakuan pengadukan dan sonikasi memiliki energi celah pita masing-masing 3,11 dan 3,10 eV. Aktivitas fotokatalitik berdasarkan energi celah pita yang tersebut di atas pada daerah visible yaitu 49,62% dan 54,20% sedangkan pada daerah UV yaitu 61,83% dan 63,36%.

Kata kunci: TiO₂ *nanotube* anatase, pengadukan, sonikasi, hidrotermal

EFFECT OF STIRRING AND SONICATION AS PRE-TREATMENT PRIOR HYDROTHERMAL ON FORMATION OF TiO₂ NANOTUBE ANATASE AND THE STUDY OF ITS PHOTOACTIVITY

Ira Nur Arba'atul Jannah
12/331511/PA/14741

ABSTRACT

Effect of stirring and sonication as a pre-treatment prior hydrothermal on formation of TiO₂ nanotube anatase and the study of its photoactivity been studied. Powder TiO₂ anatase was mixed with 10 M NaOH, then it was stirred and sonicated in various time variation. The mixture was heated in Teflon-lined autoclave at 150 °C for 5 h. Time of hydrothermal was varied for 12 and 24 h for synthesis using stirring and sonication optimum condition. Precipitation from hydrothermal process then was washed using HCl 0.1 M solution until pH 2 and dried and calcinated at 400 °C. To see the effect of neutralisation, after treatment with acid neutralisation using aquadest until pH neutral was carried out. The calcinated sample was then characterised using XRD (X-Ray Diffraction) to determine the crystal phase of TiO₂ nanotube anatase, Raman spectroscopy, TEM (Transmission Electron Microscope) to see the morphology, GSA (Gas Sorption Analyser) to determine the surface area and pore volume, I-V Keithley Solar Simulator and Diffuse Reflectance UV-Visible (DR-UV) to determine the band gap energy.

The stirring and sonication treatment played role in sample distribution so that in short hydrothermal time (5 h) nanotube morphology has been produced. According to X-ray diffraction data, Raman spectra, and TEM image, it was found that stirring and sonication optimum time were 60 and 30 min respectively. The morphology of the obtained sample was nanotube, but still in the form of anatase and titanate mixture. The length of hydrothermal time was giving effect on morphology alteration of produced TiO₂. At 24 h variation time, nanotube morphology of sample decrease, forming sheets with smaller surface area those were from 109.159 to 78.395 m²/g for stirring treatment and from 81.493 to 75.642 m²/g for sonication treatment. Neutralisation process affected the height ratio of anatase 101-plane peak and Na₂Ti₃O₇ 111-plane peak and area 200-plane peak of H₂Ti₃O₇. TiO₂ *nanotube* anatase prepared by stirring and sonication had band gap energy of 3.11 and 3.10 eV respectively. Photocatalytic activity based on aforementioned in visible region were 49.62 and 54.20% while in UV region 61.83 and 63.36% respectively.

Keywords: TiO₂ nanotube anatase, stirring, sonication, hydrothermal