

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub>-KAOLIN MENGUNAKAN METODE SOL GEL

Dewi Fatmawati<sup>1\*</sup>, Anthoni B. Aritonang<sup>1</sup>, Nurlina<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Tanjungpura,  
Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak

\*email: dewifatma311097@gmail.com

### ABSTRAK

Sintesis komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin telah dilakukan pada penelitian ini dengan tujuan untuk menjelaskan karakteristik komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin hasil sintesis. Sintesis dilakukan menggunakan metode sol gel dengan TTiP sebagai prekursor Ti. Hasil analisis FT-IR dari TiO<sub>2</sub>-kaolin menunjukkan vibrasi Ti-O yang muncul pada bilangan gelombang 652 cm<sup>-1</sup> dan vibrasi Si-O-Ti muncul pada kisaran 921 cm<sup>-1</sup>. Analisis SEM menunjukkan morfologi TiO<sub>2</sub>-kaolin berbentuk spheric dengan ukuran partikel berkisar antara 22-103 nm. Komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin menunjukkan munculnya karakteristik TiO<sub>2</sub> anatase pada  $2\theta$  25,23 ( $d_{101}$ ) dan 47,93 ( $d_{200}$ ) yang sesuai dengan standar TiO<sub>2</sub> Degussa P.25, sedangkan kaolin muncul pada  $2\theta$  26,61. Nilai band gap TiO<sub>2</sub> dari hasil analisis DR-UV sebesar 3,34 eV.

**Kata kunci** : komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin, nanopartikel, sol-gel

### PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) adalah salah satu material yang saat ini sedang menjadi perhatian. Potensi TiO<sub>2</sub> untuk berbagai aplikasi menyebabkan penelitian tentang TiO<sub>2</sub> terus dilakukan. Material TiO<sub>2</sub> sendiri merupakan bahan semikonduktor yang memiliki *band gap* 3,06 eV dalam bentuk rutil, dan 3,23 eV dalam bentuk anatase (Welte, *et al.*, 2008). Titanium dioksida dapat diaplikasikan sebagai material *self cleaning* (Akifah, *et al.*, 2017), anti bakteri (Dedkova, *et al.*, 2014) dan fotokatalis (Lu, *et al.*, 2016).

Titanium dioksida dapat diaktifkan sebagai fotokatalis dengan bantuan energi cahaya yang besarnya sama atau lebih tinggi dari energi *band gap*. Penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> masih memiliki kekurangan yaitu setelah proses fotokatalis selesai, TiO<sub>2</sub> sulit untuk dipisahkan dalam media cairan. Selain itu kapasitas senyawa organik untuk teradsorpsi di permukaan TiO<sub>2</sub> masih terbatas. Oleh karena itu, untuk meningkatkan kemampuan adsorpsi dapat dilakukan dengan cara mengimpregnasikan fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada permukaan adsorben.

Beberapa penelitian telah menyebutkan pembuatan komposit TiO<sub>2</sub> dengan material lain yang bertujuan untuk meningkatkan luas permukaan dan kinerja TiO<sub>2</sub>. Wijaya, *et al.* (2006) dan Setthaya, *et al.* (2017) telah melakukan penelitian tentang semikonduktor TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan dengan zeolit sebagai material pendukung. Selain itu, Sunardi, *et al.* (2012) dan Lu, *et al.* (2016) juga melakukan penelitian tentang TiO<sub>2</sub> yang menggunakan kaolin sebagai material pendukung, dimana hasil dari penelitiannya membuktikan bahwa adanya material pendukung berupa kaolin pada TiO<sub>2</sub> menyebabkan bertambahnya luas permukaan dari TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis dan aktivitas katalitiknya dapat ditingkatkan.

Kaolin adalah material aluminosilikat yang dapat diaplikasikan sebagai material pendukung karena memiliki pori yang relatif besar, stabil pada suhu tinggi, non toksik, dan kesediaannya di alam cukup melimpah. Kaolin merupakan salah satu kekayaan mineral yang dimiliki oleh Kalimantan Barat khususnya di Dusun Bukit Batu, Desa Capkala, Kecamatan Capkala, Kabupaten Bengkayang (Zulfikar, *et al.*, 2007). Pada penelitian ini dilakukan sintesis TiO<sub>2</sub> yang kemudian diimpregnasikan dengan kaolin Capkala.

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini yaitu peralatan gelas seperti batang pengaduk, beaker glass, erlenmeyer, labu ukur, pipet tetes, pipet volume, peralatan penunjang seperti *furnace*, hot plate, lampu UV, *magnetic stirrer*, neraca analitik, oven, penggerus porselin, pH meter, saringan 170 mesh dan sentrifuse. Peralatan analisis seperti DR-UV (Agilent Technologies Cary 60 Uv-vis), FT-IR (Perkin Elmer), SEM (JSM-5310 LV), Spektrofotometer UV-Vis, dan XRD (Shimadzu 7000). Adapun bahan yang digunakan yaitu asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ), asetilaseton, asam klorida (HCl), etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), kaolin desa Capkala, titanium tetraisopropoxide ( $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$ ), dan zat warna rhodamin B ( $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{ClN}_2\text{O}_3$ ).

### Prosedur Kerja

#### Preparasi kaolin Capkala

Kaolin dibersihkan dari pengotornya menggunakan akuades sebanyak 3 kali dan dikeringkan menggunakan oven pada  $100\text{ }^\circ\text{C}$ . Kemudian digerus dan diayak dengan ukuran 180 *mesh*. Kaolin hasil preparasi dianalisis menggunakan XRD dan FT-IR.

#### Sintesis sol $\text{Ti}(\text{OH})_n$

Larutan A dibuat dari 2 mL asam asetat dan 2 mL akuabides dicampurkan secara bersamaan ke dalam 26,5 mL etanol. Larutan B terdiri dari 7,5 mL TTiP dilarutkan dengan 26,5 mL etanol dan dimasukkan ke dalam labu refluks, lalu diaduk dengan pengaduk magnet, kemudian ditambahkan dengan 1 mL asetilaseton. Larutan A diteteskan secara perlahan (2 mL per-menit) ke dalam larutan B dalam perangkat refluks pada  $55\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Larutan didiamkan selama 10 menit hingga didapatkan sol  $\text{Ti}(\text{OH})_n$ .

#### Sintesis komposit $\text{TiO}_2$ -kaolin

Sejumlah kaolin diaduk cepat bersama suspensi sol  $\text{TiO}_2$  yang dimasukkan secara perlahan. Banyaknya kaolin yang dicampurkan dengan sol  $\text{TiO}_2$  adalah sebesar 10% (b/v) dari volume sol  $\text{TiO}_2$ . Campuran dilakukan pengadukan menggunakan magnetik stirer selama 4 jam, dan proses *aging* selama 16 jam hingga campuran menjadi gel. Gel dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $80\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam, kemudian dikalsinasi selama 3 jam untuk memperoleh kristal  $\text{TiO}_2$  terimpregnasi kaolin pada suhu  $450\text{ }^\circ\text{C}$ . Material  $\text{TiO}_2$  dan komposit  $\text{TiO}_2$ -kaolin dikarakterisasi menggunakan FT-IR, SEM, dan XRD.

### Analisis Data

Analisis pengukuran dari FTIR, SEM, XRD, dan DR-UV dilakukan interpretasi data. Penentuan ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$ -kaolin dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer :

$$D = \frac{0,94 \lambda}{\beta \cos \theta} \times 100\% \quad (1)$$

keterangan:

D = ukuran kristal (nm)

$\lambda$  = panjang gelombang radiasi sinar-X (nm)

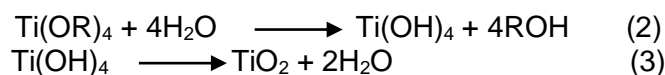
$\beta$  = nilai FWHM dalam satuan radian ( $^\circ$ )

$\theta$  = sudut difraksi Bragg

## HASIL DAN PEMBAHASAN

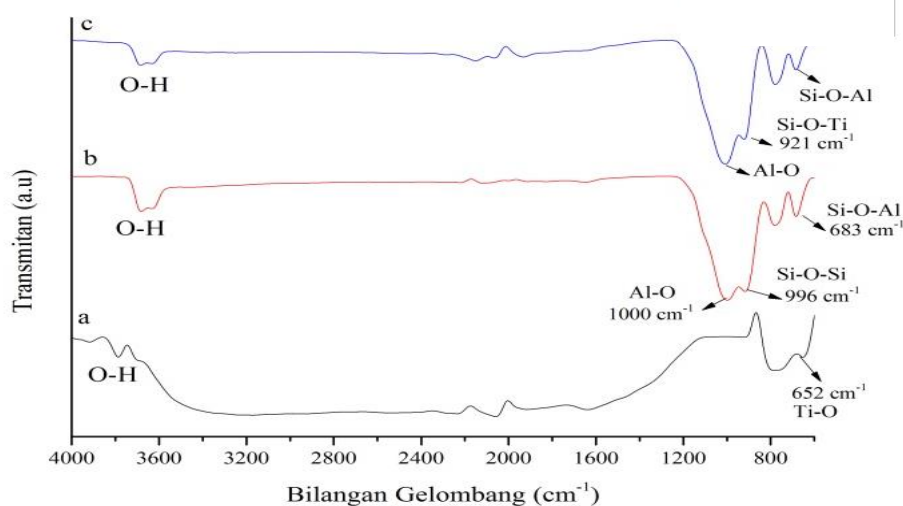
### Sintesis $\text{TiO}_2$ -Kaolin

Sintesis  $\text{TiO}_2$ -kaolin dilakukan dengan menggunakan metode sol gel. Proses pembuatan sol  $\text{Ti}(\text{OH})_n$  menggunakan TTiP sebagai prekursor Ti yang dilarutkan didalam etanol dengan penambahan asetil asetonat yang berfungsi sebagai agen pengkelat untuk mengontrol pertumbuhan partikel Ti dan mencegah terjadinya aglomerasi. Reaksi yang terjadi pada metode sol gel adalah reaksi hidrolisis dan kondensasi seperti pada persamaan 2 dan 3 (Yang, *et al.*, 2008). Komposit  $\text{TiO}_2$ -kaolin hasil sintesis berbentuk serbuk seperti pada Gambar 1.

Gambar 1. Komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin

### Karakterisasi FT-IR

Kaolin, TiO<sub>2</sub>, dan TiO<sub>2</sub>-kaolin dianalisis FT-IR pada rentang bilangan gelombang 600-4000 cm<sup>-1</sup>. Spektra TiO<sub>2</sub>, kaolin, dan TiO<sub>2</sub>-kaolin ditunjukkan pada Gambar 2. Serapan TiO<sub>2</sub> muncul pada daerah bilangan gelombang 652,43 cm<sup>-1</sup>, dimana menurut Utubira, *et al.* (2006) spektra pada bilangan gelombang tersebut ialah karakter dari vibrasi Ti-O. Selain itu, muncul serapan pada kisaran bilangan gelombang 3500–4000 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur O-H (Aritonang, *et al.*, 2017).

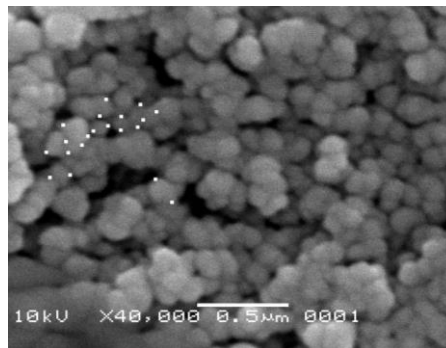
Gambar 2. Spektra FTIR (a) TiO<sub>2</sub>, (b) kaolin, dan (c) TiO<sub>2</sub>-kaolin

Spektra FT-IR dari kaolin menunjukkan munculnya serapan pada bilangan gelombang 3681,33 cm<sup>-1</sup> yang merupakan karakteristik dari vibrasi ulur O-H dari H<sub>2</sub>O yang masih terkandung didalam kaolin. Serapan ini diperkuat oleh serapan pada bilangan gelombang 1648 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi tekuk OH dari H<sub>2</sub>O (Sunardi, *et al.*, 2012). Puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 996,15 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi Si-O-Si, dimana menurut Hosseini, *et al.* (2011) dan Setthaya, *et al.* (2017) puncak tersebut merupakan serapan khas dari kaolin. Vibrasi ulur Si-O-Al ditunjukkan dengan munculnya puncak serapan pada bilangan gelombang 683,51 cm<sup>-1</sup> (Setthaya, *et al.*, 2017), sedangkan puncak serapan pada kisaran bilangan gelombang 1000 cm<sup>-1</sup> merupakan regangan Si-O dan Al-O (Wahyuni, 2010).

Spektra FT-IR pada TiO<sub>2</sub>-kaolin menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang 921,45 cm<sup>-1</sup>, menurut Kutlakova, *et al.* (2011), Setthaya, *et al.* (2017), dan Lu, *et al.* (2016) vibrasi tersebut merupakan serapan khas dari komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin yaitu vibrasi dari Si-O-Ti. Vibrasi muncul pada bilangan gelombang 3683 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur OH (Utubira, *et al.*, 2006). Hasil analisis FT-IR ini membuktikan bahwa partikel TiO<sub>2</sub> telah berhasil diembankan pada kaolin Capkala.

### Karakterisasi SEM

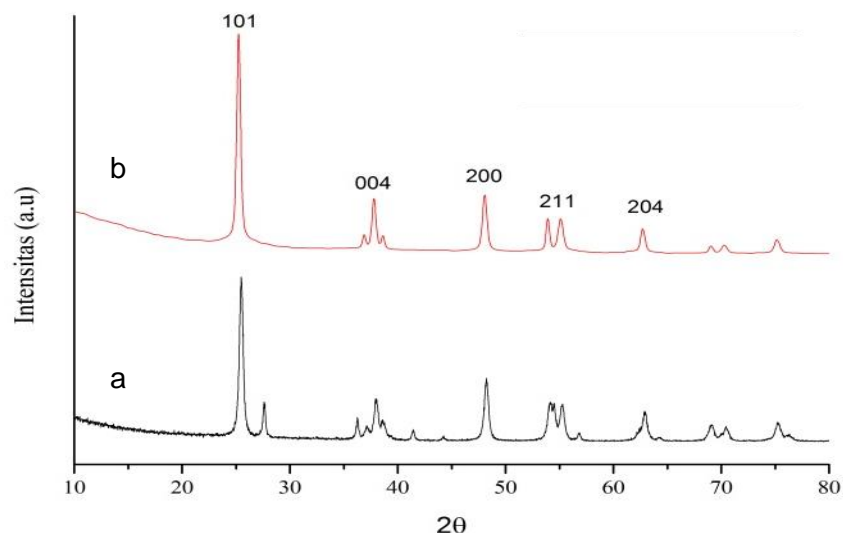
Morfologi komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin dapat dilihat pada Gambar 3. Morfologi permukaan partikel TiO<sub>2</sub>-kaolin berbentuk *spheric*. Distribusi partikel TiO<sub>2</sub>-kaolin tampak homogen yang ditandai dengan morfologi partikelnya yang seragam. Namun sebagian partikel berukuran besar akibat terjadinya gumpalan partikel atau aglomerasi. Hal ini disebabkan sifat TTiP sebagai prekursor Ti yang sangat reaktif terhadap uap air, sehingga sangat mudah membentuk aglomerat ketika kontak dengan udara (Yang, *et al.*, 2008). Ukuran partikel TiO<sub>2</sub>-kaolin dari hasil analisis menggunakan Image J berkisar antara 22-103 nm, sehingga partikel TiO<sub>2</sub>-kaolin dikatakan sebagai nanopartikel karena berada pada rentang 10-200 nm (Amri dan Utomo, 2017).



Gambar 3. Morfologi Komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin

### Karakterisasi XRD

Difraktogram TiO<sub>2</sub> dibandingkan dengan standar Degussa P.25, dapat dilihat pada Gambar 4. Difraktogram TiO<sub>2</sub> hasil sintesis memiliki kemiripan dengan standar TiO<sub>2</sub> Degussa P.25 yaitu muncul serapan pada kisaran 2θ 25°, 38°, dan 48°. Tiga puncak tertinggi tersebut merupakan TiO<sub>2</sub> anatase berdasarkan JCPDS No 01-075-8897.

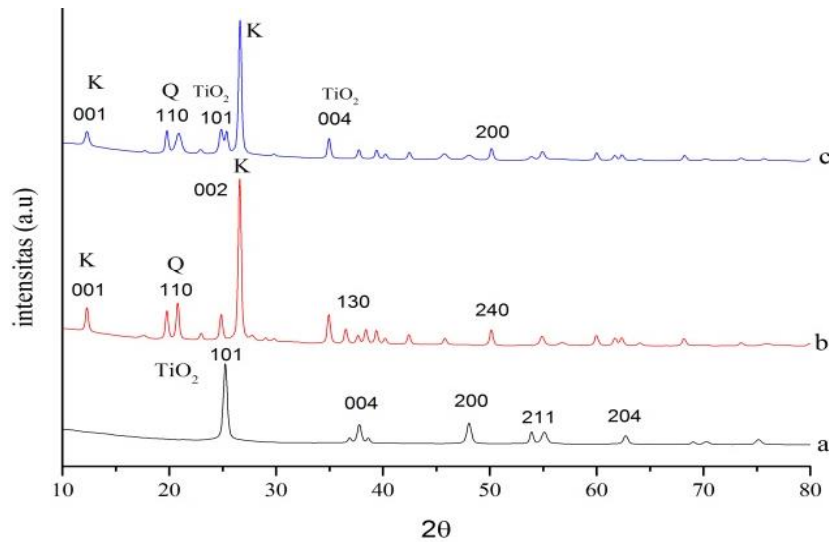


Gambar 4. Difraktogram (a) TiO<sub>2</sub> standar Degussa P 25 dan (b) TiO<sub>2</sub> sintesis

Perbandingan difraktogram TiO<sub>2</sub>, kaolin, dan TiO<sub>2</sub>-kaolin disajikan pada Gambar 5. Difraktogram kaolin menunjukkan adanya puncak karakteristik pada bidang d<sub>001</sub> dan d<sub>002</sub> yang merupakan karakteristik dari kaolinit, dan terdapat puncak pada bidang d<sub>-110</sub> yang merupakan karakteristik dari kuarsa (Wahyuni, *et al.*, 2008). Pola difraktogram tersebut dibandingkan dengan JCPDS No 01-089-6538, dimana pada bidang d<sub>001</sub> dengan sudut 2θ 12,355° dan d<sub>002</sub> dengan sudut 2θ 24,856° adalah karakteristik dari kaolin dengan intensitas relatif berturut-turut yaitu 100% dan 66,4%.

Pola difraktogram pada TiO<sub>2</sub> yang telah dikompositkan dengan kaolin menunjukkan munculnya karakteristik dari TiO<sub>2</sub> anatase yaitu pada bidang d<sub>101</sub> dan d<sub>200</sub>, selain itu karakteristik dari kaolin Capkala muncul dengan intensitas yang tinggi pada 2θ 26,606°.

Munculnya puncak TiO<sub>2</sub> pada sampel komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin membuktikan bahwa TiO<sub>2</sub> telah berhasil diimpregnasikan dengan kaolin. Ukuran partikel TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-kaolin dari hasil perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yaitu sebesar 19,77 nm dan 23 nm.



keterangan : Q = kuarsa  
K = kaolin

Gambar 5. Difraktogram (a) TiO<sub>2</sub>, (b) kaolin, dan (c) TiO<sub>2</sub>-kaolin

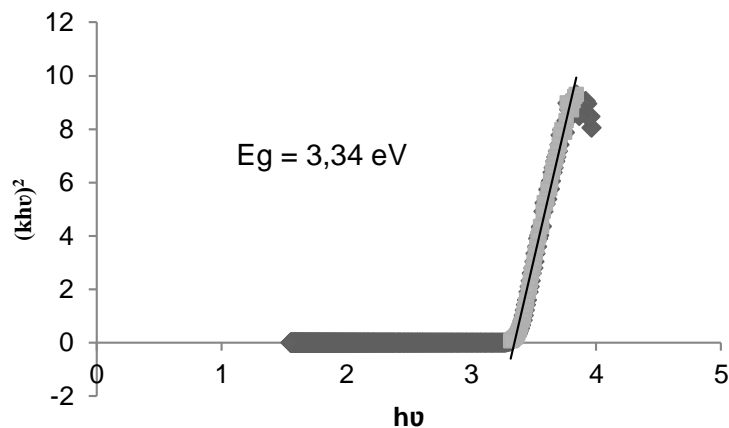
### 3.4 Karakterisasi DR-UV

Perhitungan nilai band gap dari hasil DR-UV menggunakan persamaan Kubelka Munk dan Tauc Plot yang ditulis sebagai berikut :

$$(kh\nu)^{1/n} = A (h\nu - E_g) \tag{4}$$

dimana  $h\nu$  adalah energi foton,  $E_g$  adalah energi celah pita, dan  $A$  adalah konstanta proporsional (Aritonang, *et al.*, 2017).

Hasil analisis DR-UV dapat dilihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Hasil analisis DR-UV

Berdasarkan Gambar 6, diperoleh garis lurus yang memotong sumbu x dengan persamaan linier  $y = 20,127x - 67,33$ , sehingga diperoleh nilai *band gap* dari TiO<sub>2</sub> yaitu sebesar 3,34 eV. Hal ini sesuai dengan rentang nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> yaitu antara 3,0 - 4,0 eV (Valencia, *et al.*, 2010), dimana menurut Tjahjanto and Gunlazuardi (2001), nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan termasuk fasa anatase. Hasil ini diperkuat dengan hasil XRD dari TiO<sub>2</sub> yang membuktikan bahwa TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan tergolong fasa anatase.

## SIMPULAN

Komposit TiO<sub>2</sub>-kaolin hasil sintesis memiliki struktur anatase yang muncul pada  $2\theta$  25,23° ( $d_{101}$ ), dan 47,93° ( $d_{200}$ ) dengan nilai band gap TiO<sub>2</sub> sebesar 3,34 eV, sedangkan serapan kaolin muncul pada  $2\theta$  26,61°. Vibrasi Ti-O muncul pada kisaran bilangan gelombang 652 cm<sup>-1</sup> dan vibrasi Si-O-Ti muncul pada kisaran 921 cm<sup>-1</sup>. Morfologi TiO<sub>2</sub>-kaolin berbentuk *spheric* dengan ukuran partikel berkisar antara 22-103 nm.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih pada Community Development and Outreaching Universitas Tanjungpura atas beasiswa yang telah diberikan kepada penulis.

## DAFTAR PUSTAKA

- Akifah, N., Subaer, dan Muris, 2017, Pengaruh Penambahan Nano-TiO<sub>2</sub> Terhadap Sifat Mekanik dan Karakteristik Mikro Komposit Geopolimer Sebagai Material Self-Cleaning, *Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika (JSPF)*, 13(1), ISSN: 1858-330X, 282-286.
- Amri, S., and Utomo, M.P., 2017, Preparasi dan Karakterisasi Komposit ZnO-Zeolit Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red, *Jurnal Kimia Dasar*, 6(2):29-36.
- Aritonang, A.B., Surahman, H., Krisnandi, Y.K., and Gunlazuardi, J., 2017, Photo-electro-Catalytic Performance of Highly Ordered Nitrogen Doped TiO<sub>2</sub> Nanotubes Array Photoanode, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, doi: 10.1088/1757-899X/172/1/012005.
- Hosseini, S.A., Niaei, A., and Salari, D., 2011, Production of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Kaolin, *Journal of Physic Chemistry*, 1(1):24-25.
- Kutlakova, K.M., Tokarsky, J., Kovar, P., Vojteskovaa, S., Kovarova, A., Smetana, B., Kukutschova, J., Capkova, P., and Matejka, V., 2011, Preparation and Characterization of Photoactive Composite Kaolinite/TiO<sub>2</sub>, *Journal of Hazardous Materials*, 188, 212–220.
- Lu, Z.; Wu, A., Ou, X., Zhang, S., Jinan, N., Shaonan, J., and Yihan, L., 2016, Enhanced Anti-Aging and Mechanical Properties of Polyamide 1010 by Solhydrothermal Synthetic Titanium Dioxide-Coated Kaolinite Addition, *Journal of Alloys and Compounds*, doi 10.1016/j.jallcom.09.099.
- Setthaya, N., Chindaprasirt, P., Yin, S., and Pimraksa, K., 2017, TiO<sub>2</sub>-Zeolite Photocatalysts Made of Metakaolin and Rice Husk Ash for Removal of Methylene Blue Dye, *Powder Technology*, doi:10.1016/j.powtec.01.014.
- Sunardi, Irawati, U., dan Sybianti, N.R., 2012, Syntesis And Characterization Kaolin-TiO<sub>2</sub> Composite As A Photocatalyst For Degradation of Rhodamine B Dye, *Sains dan Terapan Kimia*, 6(2):119-129.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J., 2001, Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis, *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 5(2):81-91.
- Utubira, Y., Wijaya, K., Triyono; Sugiharto, E., 2006, Pereparasi dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit Serta Pengujiannya Pada Degradasi Limbah Industri Tekstil Secara Fotokatalitik, *Indonesian Journal of Chemistry*, 6(3):231-237.
- Valencia, S., Marín, J.M., and Restrepo, G., 2010, Study of the Band Gap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticules Using the Sol-Gel Method and a Hydrothermal Treatment, *Open Mater. Sci. J.*, 4(1):9–14.
- Wahyuni, N., 2010, Modifikasi dengan Surfaktan Benzalkonium Klorida dan Karakterisasinya Menggunakan Spektrofotometer Infra Merah. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 4(1):4.
- Welte, A., Waldauf, C., Brabec, C., and Wellmann, P., 2008, Application of Optical for The Investigation of Electronic and Structural Properties of Sol-Gel Processed TiO<sub>2</sub> Films, *Thin Solid Films*, 516:7256-7259.
- Wijaya, K.; Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S., dan Kurniaysih, D., 2006, Utilisasi TiO<sub>2</sub>-Zeolit Dan Sinar UV Untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red, *Indo. J. Chem.*, 6(3): 27-35.

- Yang, J., Bai, H., Jiang, Q., and Lian, J., 2008, Visible-light Photocatalysis in Nitrogen-Carbon-Doped TiO<sub>2</sub> Films Obtained by Heating TiO<sub>2</sub> Gel-Film In An Ionized N<sub>2</sub> Gas, *Elsevier*, 516:1736-1742.
- Zulfikar, Kaelani, S., dan Turdjaja, D., 2007, Eksplorasi Umum Endapan Ballclay di Kabupaten Bengkayang, Provinsi Kalimantan Barat, *Proceeding Pemaparan Hasil Kegiatan Lapangan dan Non Lapangan Tahun 2007*, Pusat Sumber Daya Geologi, Jakarta.