

Pengaruh Perbandingan Mol Awal Titanium dan Perak terhadap Sifat-Sifat Fisika-Kimia TiO₂-tersensitifkan AgCl

The Effect of Initial Mole Comparison of Titanium and Silver on the Physicochemical Properties of AgCl-sensitized TiO₂

Isnaya Khamida Zulfah¹, Hari Sutrisno^{2,3}

¹Prodi Kimia, Jurdik Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY), Jl. Colombo No. 1, Yogyakarta, 55281, Indonesia

²Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY), Jl. Colombo No. 1, Yogyakarta, 55281, Indonesia

³Laboratorium MIPA Terpadu, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta (UNY), Jl. Colombo No. 1, Yogyakarta, 55281, Indonesia

Email: isnayakhamida@gmail.com; sutrisnohari@uny.ac.id

Received: August 2017; Revised: September 2017; Accepted: November 2017; Available Online: November 2017

Abstrak

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan semikonduktor yang memiliki fungsi sebagai fotokatalis, sel surya, anti bakteri, anti polutan, dan anti buram. Salah satu cara untuk meningkatkan aktifitas fungsional TiO₂ dengan menggeser daerah aktifitas atau energi celah pita (E_g) dari sinar ultra violet (UV) ke daerah sinar tampak melalui penambahan zat pensensitif TiO₂. Pada penelitian ini, perak klorida (AgCl) digunakan sebagai zat pensensitif TiO₂. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui pengaruh variasi perbandingan mol awal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]₈.Cl₈.HCl.7H₂O dengan AgNO₃ terhadap sifat-sifat fisik TiO₂ tersensitifkan AgCl (TiO₂@AgCl) yang disintesis dengan metode pengendapan basah dalam suasana asam. Variasi perbandingan awal yang digunakan yaitu perbandingan mol [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]₈.Cl₈.HCl.7H₂O : mol AgNO₃ sebesar 1:9, 1:10, 1:11, 1:12, dan 1:13 yang dilarutkan dalam pelarut etanol (total pelarut 37.5 mL). Sampel padat TiO₂@AgCl dihasilkan dengan metode pengendapan basah dalam kondisi asam melalui pengontrolan asam HNO₃ pada pH~1. Sampel dihasilkan dari penguapan filtrat yang bebas dari endapan AgCl, hingga volume yang didapat setengah dari volume awal. Sampel TiO₂@AgCl dikarakterisasi dengan berbagai instrumen: Difraktometer Sinar-X (XRD), Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersive X-Ray Analyzer (SEM-EDAX), dan Spektrofotometer UV-Vis Diffuse Reflectance. Hasil penelitian menunjukkan semua sampel TiO₂@AgCl berisi 1 fasa nanopartikel (nanokristalit) TiO₂ dan 3 fasa kristal yaitu rutil, anatase, dan AgCl. TiO₂@AgCl memiliki bentuk morfologi berupa mikrosferik dengan ukuran berkisar 0.5-1 μm. Berdasarkan hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis Diffuse Reflectance menunjukkan semua sampel TiO₂@AgCl mengabsorpsi sinar ultra violet (UV) dengan E_g sebesar 2.87-3.89 eV, dan sinar tampak dengan E_g sebesar 1.60-2.40 eV.

Kata kunci: Titanium dioksida, suasana asam, sifat-sifat fisik, metode pengendapan kimia.

Abstract

Titanium dioxide (TiO₂) is a semiconductor that can be applied in the field of photocatalyst, solar cell, anti-bacterial, anti-pollutants, and anti-fogging. The functional activity of TiO₂ can be increased by shifting the activity area from ultraviolet (UV) to visible through the addition of sensitizer. In this research, silver chloride (AgCl) was used as a sensitizer. The objective of the research is to study the effect of the initial mole comparison of [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]₈.Cl₈.HCl.7H₂O and AgNO₃ on the physical properties of AgCl-sensitized TiO₂ (TiO₂@AgCl). All TiO₂@AgCl were synthesized using the wet chemical precipitation method under acidic conditions by the addition of a concentrated HNO₃ with pH ~ 1. The initial comparison variation used was the mole ratio of [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]₈.Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ of 1: 9, 1:10, 1:11, 1:12, and 1:13. Each of these materials was dissolved in ethanol to 37.5 ml. All samples were produced from evaporation of filtrate free from AgCl

precipitate, until the volume obtained half of the initial volume. The solid samples were characterized using X-Ray Diffractometer (XRD), Scanning Electron Microscopy-Electron Dispersive X-Ray Analyzer (SEM-EDAX), and UV-Vis spectrophotometer Diffuse Reflectance. The results showed that all samples of $\text{TiO}_2@\text{AgCl}$ consisted of 1 phase of TiO_2 -nanoparticles and 3 phases of rutile, anatase and AgCl crystals. The morphology of $\text{TiO}_2@\text{AgCl}$ is microspheric with a size ranging from 0.5-1 μm . Based on the results of the analysis with the UV-Vis spectrophotometer Diffuse Reflectance showed that all samples of $\text{TiO}_2@\text{AgCl}$ absorb ultraviolet (UV) rays with bandgap (E_g) ranging from 2.87 to 3.89 eV, and the visible light with E_g ranges from 1.60 to 2.40 eV.

Keywords: Titanium dioxide, acid condition, physicochemical properties, chemical precipitation method

DOI: <http://dx.doi.org/10.15408/jkv.v3i2.5822>

1. PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan salah satu semikonduktor yang memiliki reaktivitas katalik yang tinggi (Yang *et al.*, 2004). Para peneliti mulai tertarik menggunakan TiO_2 untuk fotokatalik dalam memecahkan masalah lingkungan sebagai pendegradasi senyawa yang merugikan (polutan) di lingkungan, seperti: metil jingga (Wang *et al.*, 2008), nitrit (Xu *et al.*, 2002), eter (Kutsuna *et al.*, 1999). Taftiari *et al.* 2012 melaporkan bahwa sifat fotokatalik TiO_2 dapat berfungsi sebagai antibakteri. Banyaknya manfaat dari TiO_2 mendorong para peneliti untuk meningkatkan efisiensi fotokatalis TiO_2 .

Di alam, secara natural TiO_2 memiliki 3 tipe struktur kristal yaitu rutil, anatas dan brookit. Energi celah pita (E_g) yang dimiliki brookit lebih tinggi yaitu 3.4 eV dibandingkan energi celah pita anatas dan rutil yang masing-masing sebesar 3.2 eV dan 3.0 eV (Landmann *et al.*, 2012). Berdasarkan hal tersebut, energi celah pita yang dimiliki TiO_2 adalah hanya dapat bekerja pada sinar UV. Sinar tampak memiliki panjang gelombang sebesar 400 nm (ungu) - 800 nm (merah) sedangkan sinar ultra violet (UV) memiliki panjang gelombang sebesar 190-400 nm (Sastrohamidjojo, 1991). Berdasarkan hal tersebut, energi celah pita pada TiO_2 harus diperkecil melalui berbagai pengontrolan agar dapat bekerja lebih efisien pada sinar tampak.

Berbagai metode telah banyak digunakan oleh para peneliti untuk mensintesis titanium dioksida (TiO_2), antara lain: metode sol-gel (Thangavelu *et al.*, 2013), presipitasi fotoreduksi (Wang *et al.*, 2017), plasma (Xu *et al.*, 2009), hidrotermal (Kim dan Kwak, 2007), solvotermal, metode gelombang mikro (Chen and Mao, 2007), pengendapan (Seo *et al.*, 2001), deposisi uap kimia dan oksidasi langsung (Djerdj *et al.*, 2005). Masing-masing

metode tersebut memiliki kekuatan dan kelemahan dalam menghasilkan TiO_2 .

Morfologi dan ukuran partikel yang dihasilkan dalam sintesis TiO_2 dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor, antara lain: struktur prekursor, konsentrasi larutan, pH, temperatur, dan waktu reaksi (Tsai *et al.*, 2006). Sintesis yang dilakukan pada pH asam mengakibatkan gaya tolak antar partikel TiO_2 semakin besar, hal ini dikarenakan permukaan TiO_2 bermuatan positif karena mengadsorpsi ion H^+ (Youji *et al.*, 2008). Choi *et al.* (2012) berhasil mensintesis TiO_2 dengan bentuk morfologi sferik menggunakan metode hidrotermal pada berbagai temperatur yaitu 110, 150, dan 190 $^{\circ}\text{C}$ selama 5 jam. Hasil analisis menunjukkan luas permukaan dan ukuran padatan berada pada kisaran 148-240 m^2/g dan 323-450 nm. Masing-masing padatan atau partikel *bulk* tersusun dari partikel-partikel kecil (kristalit) dengan diameter 5-7 nm.

Jenis prekursor yang digunakan dalam sintesis TiO_2 akan mempengaruhi morfologi dan sifat-sifat TiO_2 . Sumber titanium berasal dari berbagai prekursor yang sering digunakan untuk sintesis, antara lain: titanium-*iso*-propoxide (Sayilkan *et al.*, 2006), tetraisopropil ortotitanat (TIOT) (Ngamsinlapasathian *et al.*, 2004), tetrabutyl ortotitanat (TBOT) (Yu *et al.*, 2007), titanium aquo-oxo chloride $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8\cdot\text{HCl}\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Sutrisno dan Sunarto, 2017), dan titanium tetrachloride (TiCl_4) (Toyoda dan Tsuboya, 2003).

Long *et al.* (2017) telah berhasil mensintesis Ag/AgCl- TiO_2 dengan metode presipitasi fotoreduksi. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa Ag/AgCl- TiO_2 memiliki aktifitas fotokatalik tiga belas kali lebih tinggi dibandingkan aktifitas fotokatalik TiO_2 tanpa perlakuan rekayasa kimia apapun. Ion perak (Ag^+) memiliki efek pada peningkatan fotoaktivitas dari TiO_2 . Golongan perak halida dalam proses fotografis dapat menyerap foton,

melepaskan elektron dan lubang positif (h^+) (Wang *et al.*, 2008). Wodka *et al.*, 2010 melaporkan bahwa TiO₂ (degussa atau P25) yang teremban oleh berbagai konsentrasi perak (Ag/P25) dapat meningkatkan aktifitas fotokatalik oksidasi yang jauh lebih tinggi dibandingkan P25 murni, Hal ini menunjukkan bahwa adanya nanopartikel perak akan memicu peningkatan aktivitas fotokatalik.

Pada penelitian ini, senyawa perak klorida (AgCl) digunakan sebagai zat pensensitif TiO₂ yang diharapkan terjadi pergeseran gelombang serapan dari sinar UV ke arah gelombang sinar tampak. Kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O digunakan sebagai prekursor sumber titanium dikarenakan bersifat tidak mudah terhidrolisis, mudah larut dalam pelarut alkohol dan air sehingga polikondensasi dapat dikontrol. Sejumlah variasi mol AgNO₃ direaksikan dengan [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O untuk menetralkan ion Cl⁻ membentuk padatan AgCl yang selanjutnya dipisahkan dari filtratnya. Polikondensasi terjadi dari kation oktametik [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]⁸⁺ yang ada dalam filtrat untuk menghasilkan TiO₂.

2. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu titanium tetra klorida (TiCl₄, Merck), perak nitrat (AgNO₃, Merck), etanol (C₂H₅OH, Merck), asam sulfat (H₂SO₄, Merck), (asam nitrat (HNO₃, Merck), akuades dan minyak parafin.

Preparasi TiO₂@AgCl

Padatan TiO₂ tersensitifkan AgCl (TiO₂@AgCl) dihasilkan dengan metode pengendapan basah (*wet chemical precipitation method*) dalam suasana asam. Padatan diperoleh dari reaksi prekursor kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O (disimbolkan Ti₈) sebagai sumber titanium dan AgNO₃ sebagai sumber perak, serta larutan pekat HNO₃ sebagai pengkondisi asam. Prekursor kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O dihasilkan dari reaksi larutan TiCl₄ dengan H₂O dalam lingkungan humiditas relatif 55% sebagaimana dalam penelitian Sutrisno dan Sunarto (2016). Berat kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O yang digunakan sebesar 1.9975 gram. Variasi perbandingan mol bahan awal kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O dan AgNO₃

yaitu 1:9, 1:10, 1:11, 1:12, dan 1:13 yang dilarutkan dalam pelarut etanol (total pelarut 37.5 mL). Larutan tersebut disaring dan filtratnya diambil. Filtrat yang dihasilkan kemudian dipanaskan diatas minyak goreng yang bertemperatur 45 °C menggunakan pengaduk magnet. Selanjutnya filtrate ditambahkan HNO₃ pekat hingga pH ≈ 1. Pemanasan pada temperatur 45 °C dilakukan sampai volume yang didapat setengah dari volume awal filtrat. Pemanasan ini dilakukan untuk memekatkan filtrat dan memberi energi agar terjadi proses polikondensasi. Larutan akhir kemudian didiamkan selama ± 1 jam hingga terbentuk endapan, dilanjutkan dengan penyaringan menggunakan penyaring porselen. Padatan dikeringkan dalam oven pada temperatur 80 °C selama 2 jam.

Karakterisasi TiO₂@AgCl

Semua sampel padat (TiO₂@AgCl) dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X Rigaku MiniFlex 600-Benchtop dengan sumber radiasi dari logam Cu K α ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$). Instrumen XRD dioperasikan pada tegangan 40 kV dan arus 15 mA. Data XRD diperoleh dari pengukuran $2\theta = 2-80^\circ$ dengan interval 0.02° . Morfologi sampel padat diperoleh dari foto mikroskop elektron (*scanning electron microscopy*, SEM) merek COXEM EM-30AX SEM yang dilengkapi EDAX.

Pengukuran sifat optik dilaksanakan dengan menggunakan instrumen spektrofotometer merk Shimadzu spectrophotometer UV-1770 specular reflectance dengan Diffuse Reflectance UV ISR-240A. Metode pengukuran ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Reflektansi (R) yang terukur merupakan reflektansi yang dinyatakan dengan persamaan (1) (Kubelka, 1948; Tandon dan Gupta, 1970; Sreen *et al.*, 2008; Morales *et al.*, 2007):

$$F(R(h\nu)) = \frac{\alpha}{s} = \frac{(1-R(h\nu))^2}{2R(h\nu)} \quad (1)$$

α = koefisien absorbansi dan s = koefisien hamburan reflektansi difusi. α berkaitan dengan energi foton yang dinyatakan dengan persamaan berikut (Ting dan Chen, 2000):

$$\alpha = A (E - E_g)^{\gamma} \quad (2)$$

dengan A merupakan tetapan yang bergantung dengan sifat-sifat material, E merupakan energi

foton, E_g adalah energi celah pita dan γ merupakan tetapan dengan nilai berbeda tergantung tipe transisi elektronik. Selanjutnya persamaan menjadi:

$$F(R(h\nu)) = \frac{\alpha}{s} = \frac{A(E - E_g)^\gamma}{s} \quad (3)$$

untuk transisi langsung (*permitted direct transition*), nilai $\gamma = 1/2$, sehingga persamaan menjadi:

$$F(R(h\nu))^2 = \left(\frac{A}{s}\right)^2 (E - E_g) \quad (4)$$

sedangkan transisi tidak langsung (*permitted indirect transition*), nilai $\gamma = 2$, sehingga persamaan menjadi :

$$F(R(h\nu))^{0,5} = \left(\frac{A}{s}\right)^{0,5} (E - E_g) \quad (5)$$

Nilai $h\nu$ ditentukan dengan persamaan:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (6)$$

dengan, E = energi foton, h = tetapan Planck, ν = frekuensi, sehingga persamaan untuk transisi tidak langsung (*permitted indirect transition*):

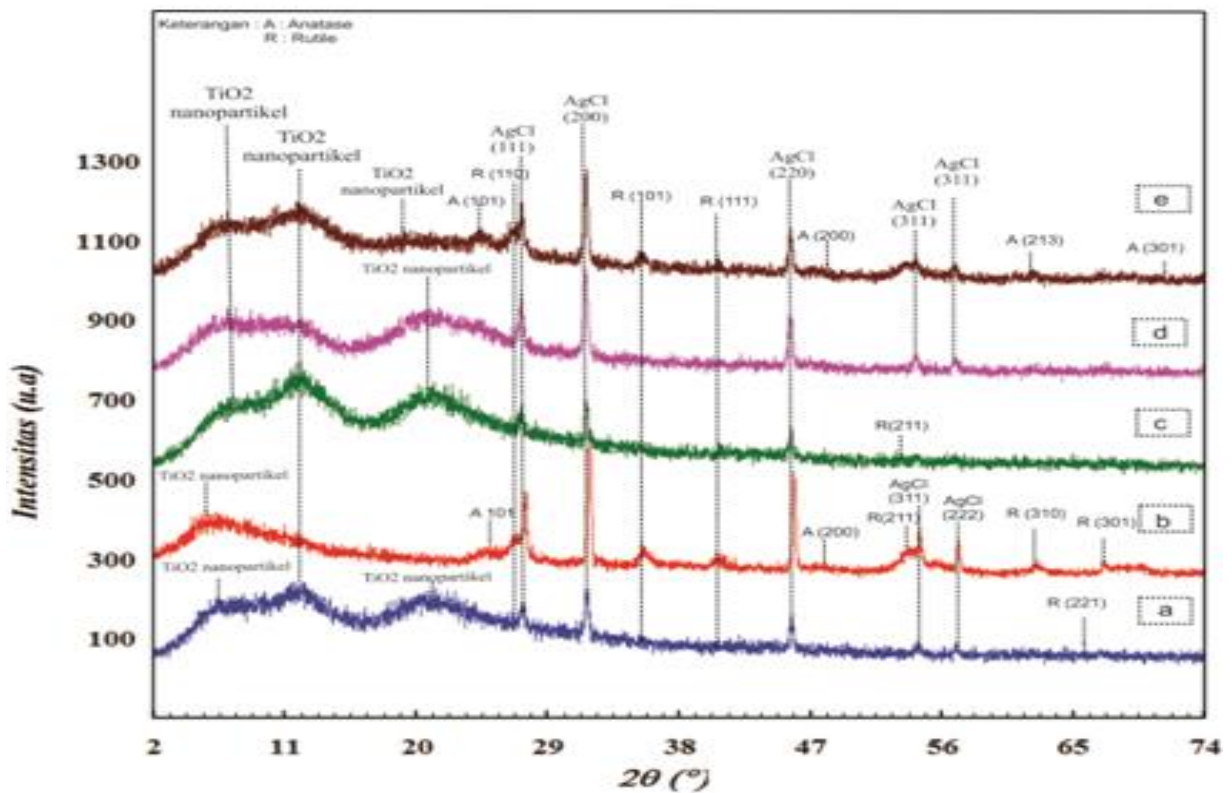
$$F(R(h\nu))^{0,5} = \left(\frac{A}{s}\right)^{0,5} (h\nu - E_g) \quad (7)$$

Energi celah pita (E_g) semikonduktor merupakan besarnya nilai $h\nu$ pada saat $(F(R(h\nu)))^{1/2} = 0$ yang diperoleh dari persamaan linier kurva tersebut.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Sampel dengan XRD

Gambar 1 menunjukkan difraktogram sinar-X dari semua sampel padat $TiO_2@AgCl$. Difraktogram tersebut menunjukkan keberadaan dua tipe spektra yaitu tajam atau sempit dan lebar. Adanya keberadaan spektra lebar pada $2\theta = 5.58; 7.49; 11.32; \text{ dan } 21.37^\circ$ menunjukkan kehadiran nanopartikel (kristalinit) TiO_2 dan adanya fasa layer, sebagaimana hasil penelitian Sutrisno dan Sunarto (2017). Spektra tajam mengidentifikasi keberadaan bidang-bidang kristal (hkl) dari kristal TiO_2 dengan fasa rutil, dan anatase serta kristal $AgCl$.



Gambar 1. Difraktogram $TiO_2@AgCl$ yang dihasilkan dari perbandingan awal mol: $[Ti_8O_{12}(H_2O)_{24}]Cl_8.HCl.7H_2O : AgNO_3$ sebesar (a). 1:9, (b). 1:10, (c). 1:11, (d). 1:12, dan (e). 1:13

Tabel 1. Bidang-bidang kristal (hkl) dari sektra difraksi sinar-X dari sampel TiO₂@AgCl

Sudut difraksi (2θ) padatan TiO ₂ @AgCl dari perbandingan mol prekursor = Ti ₈ :AgNO ₃					Bidang-bidang kristal (hkl)			
1:9	1:10	1:11	1:12	1:13	TiO ₂ -anatase	TiO ₂ -rutile	TiO ₂ -np	AgCl
-	5.58	-	-	-			TiO ₂ -np	
7.49	-	7.49	7.6	6.96			TiO ₂ -np	
11.32	11.64	11.95	12.17	11.85			TiO ₂ -np	
21.37	-	21.17	20.98	19.60			TiO ₂ -np	
-	25.02	-	-	24.80	(101)			
26.53	26.96	26.53	26.44	26.36		(110)		
27.14	27.46	27.14	27.04	27.50				(111)
31.6	31.92	31.6	31.6	31.60				(200)
34.22	35.32	34.98	34.31	35.32		(101)		
39.33	40.42	40.84	42.17	40.63		(111)		
45.62	45.84	45.73	45.52	45.62				(220)
-	48.03	-	-	48.11	(200)			
-	53.88	52.88	-	-		(211)		
54.33	54.39	-	54.30	54.13				(311)
57.06	57.2	-	56.88	56.90				(222)
-	-	-	-	62.19	(213)			
-	62.58	-	-	-		(310)		
65.68	-	-	-	-		(221)		
-	67.10	-	-	-		(301)		

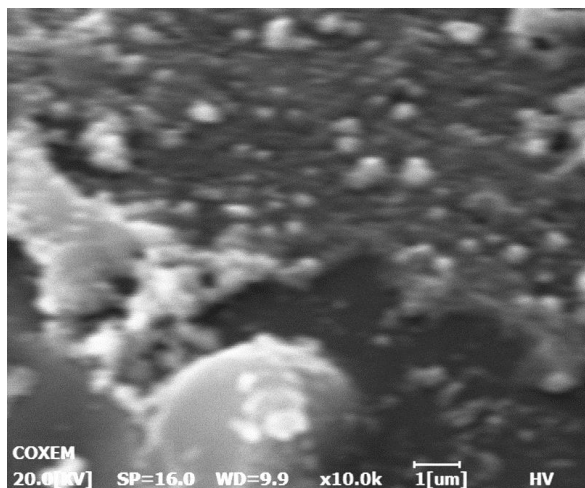
Fasa-fasa dalam semua padatan TiO₂@AgCl teridentifikasi berdasarkan kecocokan sudut 2θ dari difraktogram XRD semua sampel dengan data standar ICDD: PDF Card No. 01-076-0322 untuk fasa rutil, PDF Card No. 01-083-2243 untuk fasa anatase dan PDF Card No. 01-085-1355 untuk AgCl.

Secara umum, peningkatan variasi mol awal AgNO₃ menghasilkan AgCl semakin banyak (kualitatif), kecuali pada perbandingan mol awal kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ sebesar 1:11 menghasilkan AgCl yang sedikit. Perkiraan secara kualitatif jumlah kristal AgCl ditunjukkan oleh intensitas bidang-bidang kristalnya. Hal ini menunjukkan bahwa pada perbandingan mol awal kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ sebesar 1:11 tersebut, jumlah anion Cl⁻ yang ada pada [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O dapat dinetralkan secara optimal oleh ion Ag⁺ yang berasal dari AgNO₃. Identifikasi puncak-puncak difraktogram semua sampel TiO₂@AgCl yang merupakan representasi bidang-bidang kristal (hkl) dari fasa-fasa tersebut di atas dengan data standar ICDD ditampilkan pada Tabel 1.

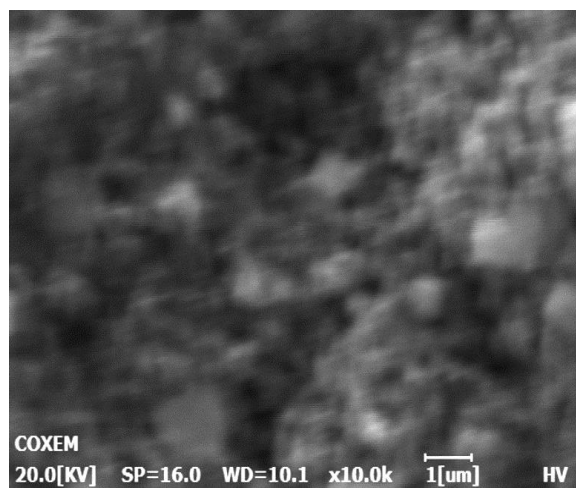
Karakterisasi Sampel dengan SEM-EDX

Gambar 2 merupakan foto SEM dari semua sampel TiO₂@AgCl pada perbandingan mol [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ sebesar (A). 1:9, (B). 1:10, (C). 1:11, (D). 1:12, dan (E). 1:13. Pada semua TiO₂@AgCl menunjukkan keberadaan mikrosferik TiO₂ dengan ukuran 0.5-1 μm. Mikrosferik TiO₂ terbangun dari nanopartikel (nanokristal) TiO₂, hal ini didukung dari kehadiran spektra lebar pada 2θ = 5.58; 7.49; 11.32; dan 21.37° dari data XRD.

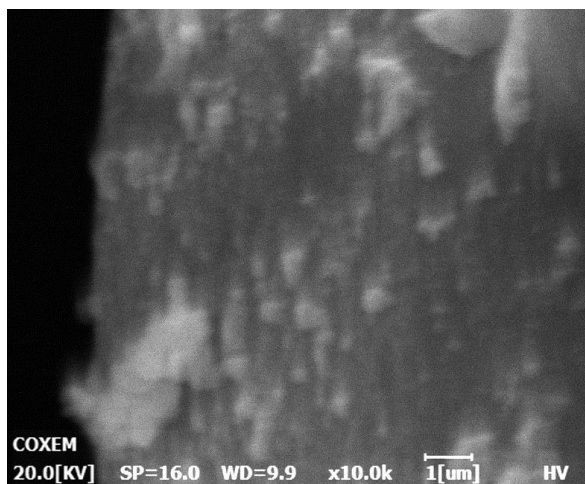
Gambar 3 merupakan hasil EDAX pada TiO₂@AgCl yang dihasilkan dari perbandingan mol [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ sebesar 1:10. Hasil EDAX menunjukkan komposisi atom: Ti sebesar 55.30%, O sebesar 34.01%, Ag 6.22% dan Cl 2.70%. Dari data tersebut, maka perbandingan mol Ti dan O sebesar 1:1.84, sedangkan perbandingan mol Ag dan Cl sebesar 1:1.52. Keberadaan atom Ti dalam sampel berasal dari TiO₂, sedangkan keberadaan atom Cl berasal dari AgCl dan dari senyawa HCl yang teradsorpsi pada permukaan TiO₂. Kristal AgCl dan senyawa HCl terdapat pada permukaan mikrosferik TiO₂.



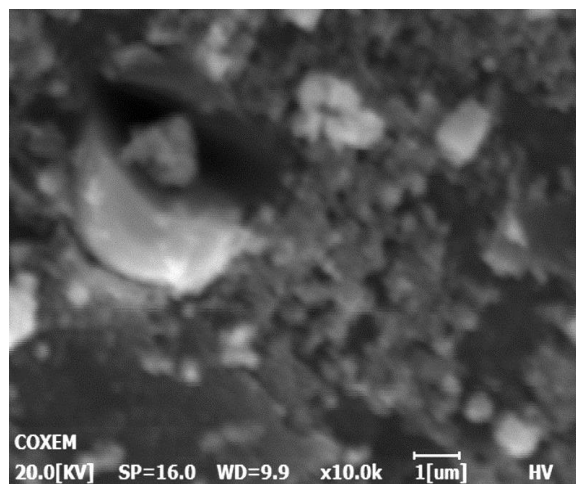
(A)



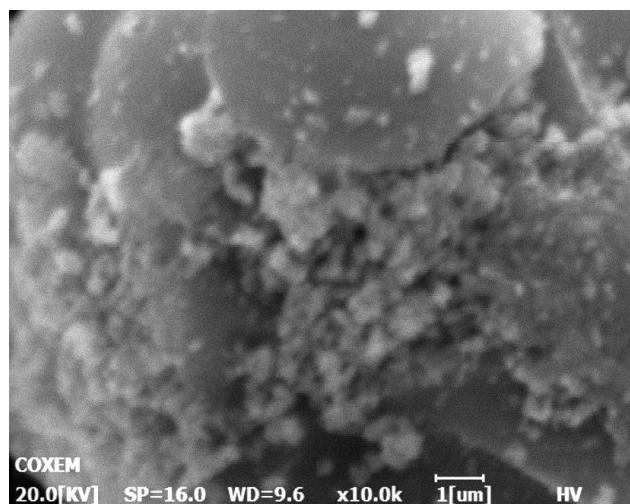
(B)



(C)

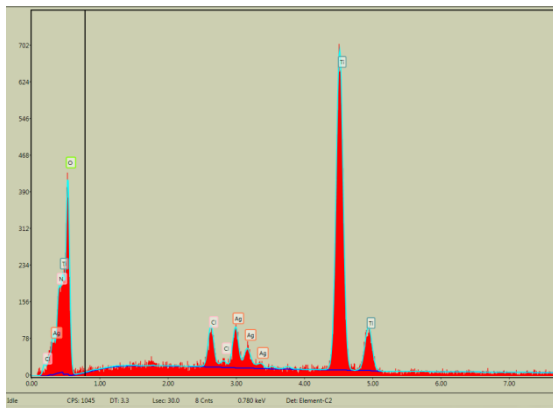


(D)



(E)

Gambar 2. Foto SEM sampel $\text{TiO}_2@\text{AgCl}$ yang dihasilkan dari perbandingan awal mol: $[\text{Ti}_8\text{O}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{24}]\text{Cl}_8 \cdot \text{HCl} \cdot 7\text{H}_2\text{O} : \text{AgNO}_3$ sebesar (A). 1:9, (B). 1:10, (C). 1:11, (D). 1:12, dan (E). 1:13



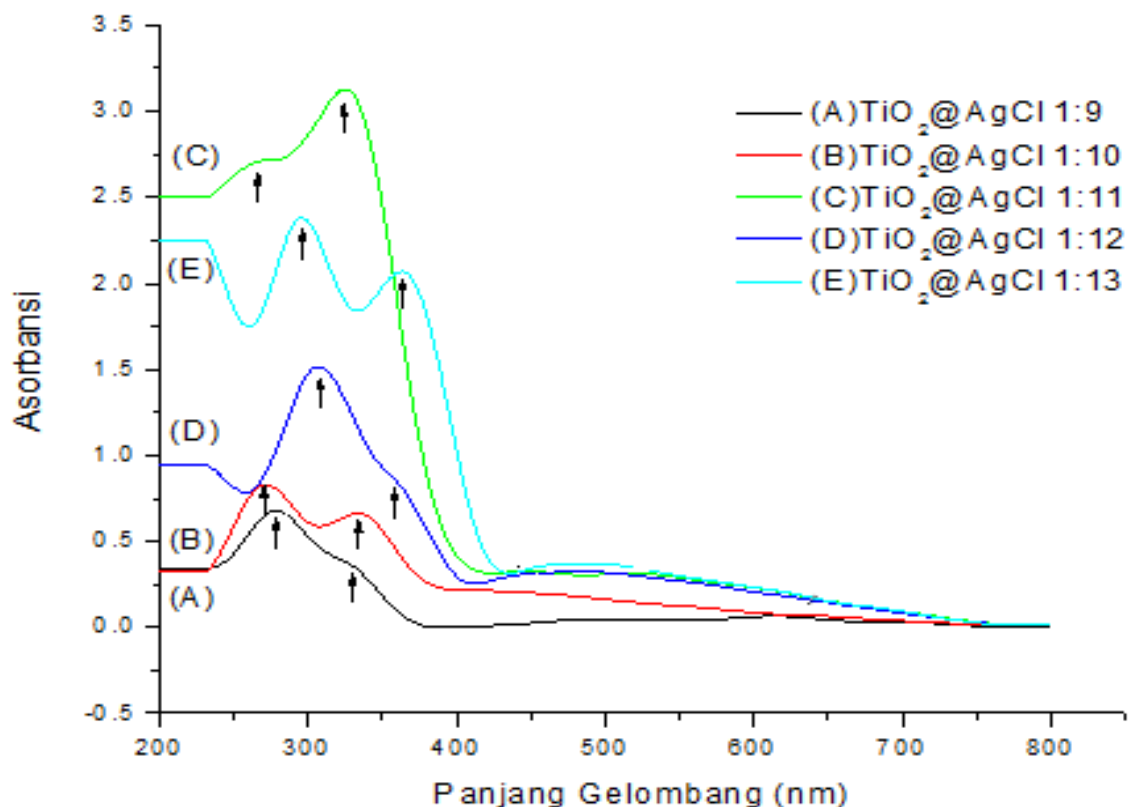
Element	Weight (%)	Atomic (%)	Net int.	Ratio
Ti	55.30	32.61	286.22	0.5015
O	34.01	60.04	90.02	0.0529
Ag	6.22	1.63	30.96	0.0551
Cl	2.70	2.15	20.06	0.0261

Gambar 3. Spektra EDAX dari sampel TiO₂@AgCl yang dihasilkan dari prekursor dengan perbandingan mol awal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ =1:10

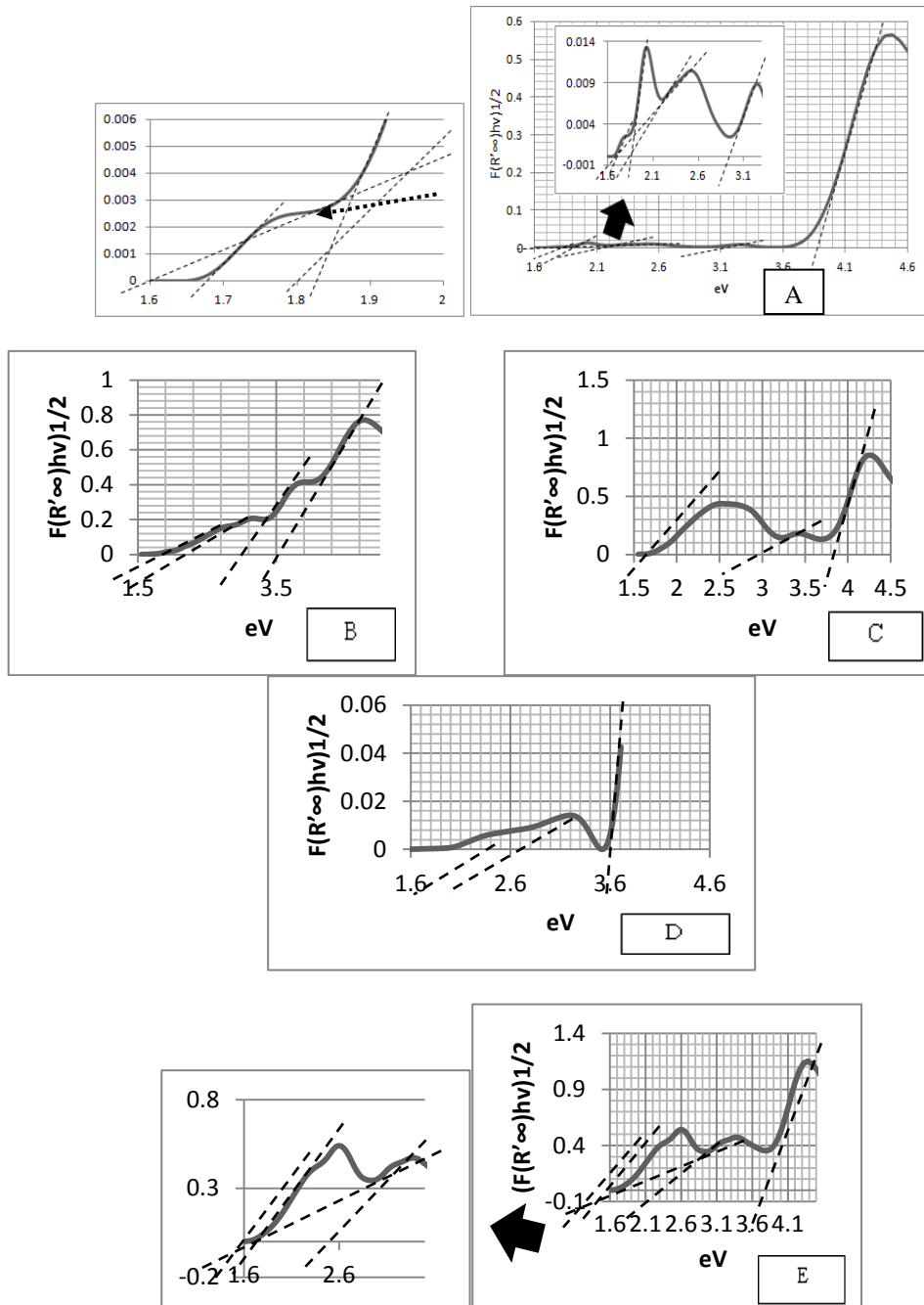
Karakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis Diffuse Reflectance

Gambar 4 merupakan spektra absorbansi vs panjang gelombang dari semua sampel TiO₂@AgCl. Gambar tersebut menunjukkan bahwa semua sampel TiO₂@AgCl mengabsorpsi sinar UV yang ditunjukkan adanya 2 puncak pada panjang gelombang dari 200 hingga 400 nm, dan juga mengabsorpsi sinar tampak yang ditunjukkan spektra lebar pada panjang gelombang dari 400 hingga 500 nm.

Perhitungan lebih lanjut dengan persamaan Kubelka-Munk dilakukan untuk menentukan energi celah pita dari semua sampel TiO₂@AgCl. Energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $(F(R^\infty)hv)^{1/2}$ dengan eV. Gambar 5 menampilkan grafik $(F(R^\infty)hv)^{1/2}$ vs eV dari semua sampel TiO₂@AgCl. Semua sampel menunjukkan adanya energi celah pita sinar UV berkisar 2.87-3.89 eV dan energi celah pita sinar tampak UV berkisar 1.60-2.40 eV. Energi celah pita lebih lengkap ditampilkan pada Tabel 2.



Gambar 4. Spektra UV-Vis dari semua sampel TiO₂@AgCl: absorbansi vs panjang gelombang



Gambar 5. Grafik fungsi kubelka-munk $(F(R')hv)^{1/2}$ vs energi absorbansi sinar (hv dari semua sampel $TiO_2@AgCl$)

Tabel 2. Energi celah pita semua sampel $TiO_2@AgCl$

$TiO_2@AgCl$ dari perbandingan mol $Ti_3:AgNO_3$	Energi Celah Pita(eV)						
1:9	1.60	1.69	1.80 ; 1.82	-	-	2.87	3.89
1:10	-	-	-	1.95	2.30	3.10	3.50
1:11	-	-	1.80	-	-	2.80	3.80
1:12	-	-	-	2.00	2.30	-	3.60
1:13	-	1.70	1.80	2.10	2.40	-	3.70

4. SIMPULAN

Titanium dioksida tersensitifkan AgCl (TiO₂@AgCl) berhasil disintesis dari berbagai variasi perbandingan mol awal kristal [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O : AgNO₃ menggunakan metode pengendapan kimia basah (*wet chemical precipitation*) dalam suasana asam. Semua TiO₂@AgCl yang dihasilkan berisi 1 fasa TiO₂-nanopartikel dan 3 fasa kristal dari TiO₂-rutil, TiO₂-anatase dan AgCl. TiO₂-nanopartikel berupa kristalit yang bergabung membentuk padatan mikrosferik dengan ukuran berkisar 0.5-1 µm. Semua sampel TiO₂@AgCl memiliki energi celah pita sinar UV berkisar 2.87-3.89 eV dan energi celah pita sinar tampak berkisar 1.60-2.40 eV.

DAFTAR PUSTAKA

- Chen X, Mao SS. 2007. Titanium dioxide nanomaterials: synthesis, properties, modifications and applications. *Chemical Reviews*. 107(7): 2891-2959.
- Choi DY, Park JY, Lee JW. 2012. Adsorption and photocatalysis of spherical TiO₂ particles prepared by hydrothermal reaction. *Materials Letters*. 89: 212-215.
- Djerdj I, Tonejc AM, Bijelic M, Vranesa V, Turkovic A. 2005. Transmission electron microscopy studies of nanostructured TiO₂ films on various substrates. *Vacuum*. 80(4): 371-378.
- Kim DS, Kwak SY. 2007. The hydrothermal synthesis of mesoporous TiO₂ with high crystallinity, thermal stability, large surface area, and enhanced photocatalytic activity. *Applied Catalysis A: General*, 323: 110-118.
- Kubelka P. 1948. New contribution to the optics of intensely lightscattering materials. part I. *Journal of the Optical Society of America*. 38(5): 448-457.
- Kutsuna S, Toma M, Takeuchi K, Ibusuki T. 1999. Photocatalytic degradation of some methyl perfluoroalkyl ethers on TiO₂ particles in air: the dependence on the dark-adsorption, the products, and the implication for a possible tropospheric sink. *Environmental Science and Technology*. 33(7): 1071-1076.
- Landmann M, Rauls E, Schmidt WG. 2012. The electronic structure and optical response of rutile, anatase and brookite. *Journal of Physics: Condensed Matter*. 24: 195503-1-195503-6.
- Morales AE, Sanchez ME, Pal U. 2007. Use of diffuse reflectance spectroscopy for optical characterization of un-supported nanostructures. *Revista Mexicana de Fisica*. 53(5): 18 - 22.
- Ngamsinlapasathian S, Sakulkaemaruethai S, Pavasupree S, Kitiyanan A, Sreethawong T, Suzuki Y, Yoshikawa S. 2004. Highly efficient dye-sensitized solar cell using nanocrystalline titania containing nanotube structure. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 164: 145-151.
- Sastrohamidjojo H. 1991. *Spektroskopi*. Yogyakarta (ID): Liberty.
- Sayilkan F, Erdemog˘lu S, Asiltu˘rk M, Akarsu M, Sener, Sayilkan H, Erdemog LM, Ertugrul A. 2006. Photocatalytic performance of pure anatase nanocrystallite TiO₂ synthesized under low temperature hydrothermal conditions. *Materials Research Bulletin*. 41: 2276-2285.
- Seo DS, Lee JK, Kim H. 2001. Preparation of nanotube-shaped TiO₂ powder. *Journal of Crystal Growth*. 229(1-4): 428-432.
- Sreen K, Poulouse C, Unni B. 2008. Colored cool colorants based on rare earth metal ions. *Solar Energy Mater Solar Cells*. 92. 1462-1467.
- Sutrisno H, Sunarto. 2016. Preparasi dan Karakterisasi TiO₂ dari Polikondensasi [Ti₈O₁₂(H₂O)₂₄]Cl₈.HCl.7H₂O dan TiCl₄ pada Temperatur Kamar. *Prosiding Seminar Nasional Kimia 2016: Sinergi Pendidikan dan Penelitian Kimia untuk Mendukung Pembentukan Karakter Mandiri dan Berprestasi di Era Global*, Yogyakarta (ID): Jurfik Kimia FMIPA UNY
- Sutrisno H, Sunarto. 2017. Synthesis of TiO₂-polycrystalline microspheres and its microstructure at various high temperatures. *Journal of Ceramic Processing Research*. 18(4): 1-7.
- Taftiari MF, Subagio A, Nurhasanah I. 2012. Antibakteri fotokatalis TiO₂: KA untuk sterilisasi air yang tercemar bakteri escherichia coli. *Jurnal Sains dan Matematika*. 20 (1): 1-4.
- Tandon S, Gupta J. 1970. Measurement of forbidden

- energy gap of semiconductors by diffuse reflectance technique. *Physica Status Solidi*. 38: 363-367.
- Thangavelu K, Annamalai R, Arulnandhi D. 2013. Preparation and characterization of nanosized TiO₂ powder by sol-gel precipitation route. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*. 3(1): 636-639.
- Ting C, Chen S. 2000. Structural evolution and optical properties of TiO₂ thin films prepared by thermal oxidation of sputtered Ti films. *Journal of Applied Physics*. 88: 4628-4633.
- Toyoda T, Tsuboya I. 2003. Apparent band-gap energies of mixed TiO₂ nanocrystals with anatase and rutile structures characterized with photoacoustic spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*. 74: 782-784.
- Tsai CC, Nian JN, Teng H. 2006. Mesoporous nanotube aggregates obtained from hydrothermally treating TiO₂ with NaOH. *Applied Surface Science*. 253(4): 1898-1902.
- Wang XL, Yin HY, Nie QL, Wu WW, Zhang Y, Qiu LY. 2017. Hierarchical Ag/AgCl-TiO₂ hollow spheres with enhanced visible-light photocatalytic activity. *Materials Chemistry and Physics*. 185: 143-151.
- Wang H, Niu J, Long X, He Y. 2008. Sonophotocatalytic degradation of methyl orange by nano-sized Ag/TiO₂ particles in aqueous solutions. *Ultrasonics Sonochemistry*. 15: 386-392.
- Wodka D, Bielańska E, Socha RP, Elzbięciak-Wodka M, Gurgul J, Nowak P, Warszynski P, Kumakiri I. 2010. Photocatalytic activity of titanium dioxide modified by silver nanoparticles. *Applied Materials and Interfaces*. 2(7): 1945-1953.
- Xu, A.-W., Gao, Y. & Liu, H.-Q. (2002). The preparation, characterization, and their photocatalytic activities of rare-earth-doped TiO₂ nanoparticles. *Journal of Catalysis*. 207(2):151-157.
- Xu D, Feng L, Lei A. 2009. Characterizations of lanthanum trivalent ions/TiO₂ nanopowders catalysis prepared by plasma spray. *Journal of Colloid and Interface Science*. 329(2): 395-403.
- Yang MC, Yang TS, Wong MS. 2004. Nitrogen-doped titanium oxide films as visible light photocatalyst by vapor deposition. *Thin Solid Films*. 469-470: 1-5.
- Youji LI, Mingyuan MA, Wang X, Wang X. 2008. Inactivated properties of activated carbon-supported TiO₂ nanoparticles for bacteria and kinetic study. *Journal of Environmental Sciences*. 20(12): 1527-1533.
- Yu J, Wang G, Cheng B, Zhou M. 2007. Effects of hydrothermal temperature and time on the photocatalytic activity and microstructures of bimodal mesoporous TiO₂ powders. *Applied Catalysis B: Environmental*. 69(3-4): 171-180.