

## Sintesis Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sol-Gel-Hidrotermal

### *Synthesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Composites Using The Method Sol-Gel-Hydrothermal*

Sri Milawati, Intan Syahbanu<sup>\*</sup>, Risyia Sasri  
Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Tanjungpura

<sup>\*</sup>E-mail: intan.syahbanu@untan.ac.id

#### ABSTRACT

Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) is a transition metal oxide material which has been researched extensively and can be used for various applications. In this research, synthesis of TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> using TTIP and TEOS precursor. Research aims to determine the characteristics of composite materials generated based on the influence of hydrothermal time and precursor composition. Synthesis is done by variation of hydrothermal time (4 hours, 8 hours, 18 hours, 24 hours and without hydrothermal) and TEOS precursor composition variation (1:1, 1:2 and 2:1). Synthesis is made by dissolving the two precursors through the sol-gel-hydrothermal method and continued with the calcination process. Characterization using FT-IR showed a bonding Ti-O-Si at a wavelength of 950 cm<sup>-1</sup>. This bond is formed from the interaction between TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> which indicates the success of the synthesis. The XRD characterization results show formed of a peak at 2θ° the range 25° for all composites. The results of the dr-uv characterization on the TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> composite comparison of 2:1 showed absorption at 387 nm and obtained band gap energy of 3,20 eV. Based on the data obtained it can be concluded that synthesis of TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> hydrothermally obtained the optimum time 24 hours and the best comparison is contained in the composition 2:1, which produces an anatase structure with a crystal size of 15,899 nm, so that the resulting composite can be used as a photocatalyst.

**Keywords:** Hydrothermal, Sol-gel, TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>.

#### PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan material yang sering dimanfaatkan di berbagai aplikasi karena memiliki energi celah pita yang tinggi. Energi celah yang dimiliki oleh TiO<sub>2</sub> terbagi menjadi 3 berdasarkan struktur kristalnya, yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite* dengan energi celah pita sebesar 3,20 eV, 3,02 eV dan 2,96 eV. TiO<sub>2</sub> dengan struktur *anatase* memiliki kemampuan aktivitas yang besar dalam proses fotokatalitik (Fayrus, *et al.*, 2020). Kemampuan yang dimiliki oleh material TiO<sub>2</sub> salah satunya tergantung pada kristalinitas, ukuran kristal dan fase kristalnya. Kemampuan pada material TiO<sub>2</sub> ini dapat ditingkatkan dengan penambahan material oksida seperti CeO<sub>2</sub> (Zhang, *et al.* 2018), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Yang, *et al.*, 2017), CuO (Lestari, *et al.*, 2013), ZnO (Ortega, *et al.*, 2014), SiO<sub>2</sub> (Hakki, *et al.*, 2017) dan oksida lainnya. Menurut penelitian Asmadi & Kasjono, (2011) TiO<sub>2</sub> memiliki luas permukaan yang kecil sehingga dapat mempengaruhi kinerja dari material TiO<sub>2</sub>.

Mengatasi masalah tersebut maka diperlukan penambahan material oksida yang memiliki luas permukaan yang besar seperti SiO<sub>2</sub>. Kelebihan penggunaan material SiO<sub>2</sub>

antara lain memiliki daya adsorpsi yang besar (Asmadi & Kasjono, 2011) serta dapat menghasilkan struktur kristal anatase dengan tingkat kristalinitas yang tinggi (Mahyar, *et al.*, 2010). Berdasarkan penelitian Li, *et al.* (2005), TiO<sub>2</sub> yang dikompositkan dengan SiO<sub>2</sub> menghasilkan struktur *anatase* dengan ukuran kristal yang kecil dibandingkan TiO<sub>2</sub> murni.

Berbagai metode dilakukan untuk meningkatkan kemampuan material TiO<sub>2</sub> salah satunya dengan menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel digunakan karena kemampuannya dalam mengontrol sifat permukaan komposit oksida. Menurut penelitian Li, *et al.* (2005) metode sol-gel menghasilkan kristal yang tidak teratur sehingga perlakuan hidrotermal dapat diterapkan untuk menghindari hal tersebut dengan menumbuhkan inti kristal secara bertahap, dikarenakan proses *aging* yang dilakukan pada saat proses hidrotermal membuat proses hidrolisis dan kondensasi lebih lanjut serta terjadinya penyusunan ulang struktur menjadi teratur (Wang, *et al.*, 1999).

Pada penelitian sebelumnya sintesis komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel dan sol-gel-hidrotermal dengan *precursor* titanium n-butoxida (TB) dan tetra etil

ortosilika (TEOS) berdasarkan variasi persentase berat SiO<sub>2</sub> dalam TiO<sub>2</sub>. Hasil menunjukkan bahwa metode sol-gel-hidrotermal memiliki stabilitas termal yang baik serta dapat meningkatkan pertumbuhan kristal TiO<sub>2</sub> yang ditunjukkan dengan terbentuknya struktur kristal anatase yang lebih dominan dan semakin kecilnya ukuran kristal dibandingkan menggunakan metode sol-gel (Li, *et al.*, 2005).

Pada penelitian ini belum dilakukan sintesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel-hidrotermal dengan *precursor* yang berbeda yaitu *precursor* titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan tetraetilortosilikat (TEOS). Studi pada penelitian ini difokuskan pada waktu perlakuan hidrotermal dan perbandingan komposisi *precursor* terhadap komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari karakteristik variasi waktu perlakuan hidrotermal dan komposisi mol *precursor* dari komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>.

## METODE

### Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian adalah botol semprot, autoklaf, cawan petri, corong, desikator, *hotplate*, kertas saring, labu ukur, peralatan alat gelas, pH meter, pipet ukur, pipet volume, tanur, *Diffused Reflectance UV (DR-UV) Angilent technologies cary 60 UV-Vis, X-Ray Diffraction (XRD) PANalytical* dan *Fourier Transform Infra Red Spectroscopy (FT-IR) Shimazu Prestige 21*.

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah akuades (H<sub>2</sub>O), asam klorida (HCl) *Merck*, etanol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) *J.B Baker*, tetra etil ortosilika (C<sub>8</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>Si) *Aldrich*, titanium tetra isopropoksida (C<sub>12</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>Ti) *Aldrich*.

### Prosedur Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Januari sampai Juli 2019, bertempat di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura.

Penelitian dilakukan dengan mengacu pada Hakki, *et al.* (2017). Sintesis material TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dengan perbandingan 0,016 mol *precursor* TTIP dan TEOS 1:1 yang dilarutkan dalam etanol. Campuran bahan tersebut ditambahkan dengan HCl 1M diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Gel yang diperoleh disaring dan dicuci dengan akuades. Gel tersebut dimasukkan dalam autoklaf yang sudah berisi 100 mL akuades dan dioven (4 jam, 8 jam, 18 jam dan 24 jam). Selanjutnya gel dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C dan dikalsinasi pada suhu 450°C selama 5 jam.

Waktu optimum perlakuan hidrotermal yang didapat digunakan dalam sintesis TiO<sub>2</sub> 0,016 mol dan 0,016 mol SiO<sub>2</sub> serta sintesis perbandingan mol *precursor* TiO<sub>2</sub> dan SiO<sub>2</sub> 0,016 : 0,032 (1:2) dan

0,032 : 0,016 (2:1). Hasil tersebut akan dikarakterisasi menggunakan XRD, FT-IR dan DR-UV.

Nilai energi celah pita dapat ditentukan dengan menggunakan metode grafik plot Tauc, seperti persamaan di bawah ini:

$$hv^{1/n} = A(hv - E) \quad (1)$$

Dengan:

h = Konstanta Planck

v = Frekuensi dengan  $v = c/\lambda$

E<sub>g</sub> = Band Gab

A = Konstanta Proposional

Berdasarkan pola difraksi dari XRD, maka dilakukan perhitungan ukuran kisi kristal melalui persamaan Debye-Scherrer (Listanti, *et al.*, 2018):

$$D = \frac{0,9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Dengan:

h = ukuran kristal

λ = Panjang Gelombang

β = Nilai dari Full Width at Half Maximum (FWHM) (Rad)

θ = Sudut Difraksi (Derajat)

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>

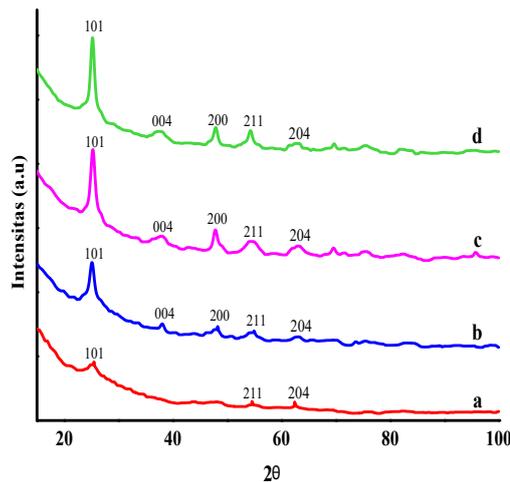
Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> berhasil disintesis menggunakan metode sol-gel-hidrotermal dengan *precursor* TTIP dan TEOS. Kedua prekursor tersebut dicampurkan dengan pengadukan. Pencampuran ini bertujuan untuk menghidrolisis dan membentuk ikatan Ti-O-Si dari Si-O-Si dan Ti-O-Ti. Setelah proses kondensasi dilanjutkan dengan proses pematangan yang bertujuan untuk membuat gel menjadi sempurna dengan ikatan-ikatan yang ada dalam polimer (Fernandez, 2011).

Proses selanjutnya, gel yang terbentuk diberi perlakuan hidrotermal bertujuan memicu pertumbuhan inti kristal, serta membentuk keseragaman susunan kristal. Menurut Kim, *et al.* (2007) perlakuan hidrotermal dapat menghasilkan struktur *anatase* dan meningkatkan kristalinitas kristal serta memperkecil ukuran kristal. Gel yang awalnya berbentuk amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya menjadi lebih teratur yang disebabkan adanya pemanasan yang memicu terbentuk pertumbuhan inti kristal (Dipowardhani, *et al.*, 2008).

Tahapan selanjutnya yaitu proses kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik yang tertinggal pada pori material (Dipowardhani, *et al.*, 2008). Kalsinasi dilakukan dengan memanaskan sampel pada suhu tinggi. Suhu kalsinasi yang

digunakan pada penelitian ini adalah 450°C. Menurut penelitian Sulistyono, *et al.* (2018) komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> yang dikalsinasi pada suhu 450°C menghasilkan fasa *anatase* serta ukuran kristal komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> lebih kecil dibandingkan suhu 250°C dan 350°C.

**Variasi Waktu Perlakuan Hidrotermal Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>**



Gambar 1. Pola difraksi sinar x komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 18jam dan (d) 24 jam

Berdasarkan Tabel 2 dapat diketahui bahwa puncak-puncak pada 2θ yang terbentuk bersesuaian dengan *International Center for Diffraction Data* (ICDD). Pola difraksi puncak tertinggi TiO<sub>2</sub> berada pada semua sampel komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> kisaran 2θ = 25° yang merupakan bidang [101] untuk struktur kristal *anatase*. Hasil yang diperoleh tidak berbeda jauh dengan penelitian Riazian, *et al.* (2011) struktur kristal komposit TiO<sub>2</sub> fasa *anatase* terdapat pada puncak tertinggi di 2θ kisaran 25,10° sampai 25,60°.

Berdasarkan hasil XRD maka dapat ditentukan ukuran kisi kristal menggunakan persamaan Deybe-Screer yang ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 2. Pola difraksi XRD pada 2θ° untuk semua sampel komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>

Sampel	2θ						<sup>1</sup> Literatur
	TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub>		ICDD				
4 jam	25,475°	54,566°	62,413°	25,224°	54,848°	62,540°	23.3369°
							37.8284°
8 jam	25,107°	38,044°	48,250°	25,224°	37,814°	48,464°	48.0680°
							53.9084°
18 jam	25,262°	37,807°	47,777°	24,768°	37,781°	46,892°	55.0841°
							62.7040°
24 jam	25,201°	38,431°	47,854°	25,224°	38,459°	47,848°	

Keterangan: <sup>1</sup>Kasanah & Amaria, 2014

Tabel 1. Ukuran kisi kristal pada variasi waktu perlakuan hidrotermal

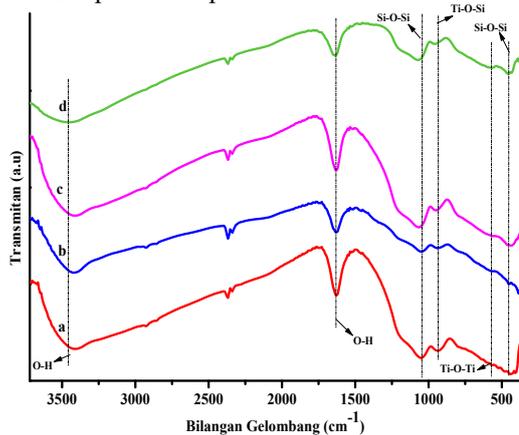
Sampel	Ukuran Kisi Kristal (nm)
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 4 jam	96,360
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 8 jam	36,607
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 18 jam	10,365
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 24 jam	10,495

Berdasarkan ukuran kisi kristal pada Tabel 1, proses sintesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dengan waktu hidrotermal sebelum 18 jam menunjukkan ukuran yang lebih besar karena pembentukan inti kristal belum sempurna, sehingga ukuran kristalnya relatif lebih besar. Sedangkan setelah 18 jam, telah terjadi penyusunan ulang inti kristal menjadi lebih teratur sehingga diperoleh ukuran kisi kristal yang lebih kecil. Pada waktu hidrotermal 24 jam, terjadi sedikit kenaikan ukuran kisi kristal namun tidak signifikan jika dibandingkan dengan waktu hidrotermal 18 jam. Hal ini diperkirakan akibat terbentuknya kerangka Ti-O-Ti pada komposit, yang dikonfirmasi dengan data analisis FTIR.

Berdasarkan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) diperoleh 0,8187° pada perlakuan hidrotermal 24 jam. Nilai ini lebih kecil dibandingkan waktu hidrotermal 18 jam yakni sebesar 0,9210°. Menurut Wahyuningsih, *et al.* (2013), nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil.

Berdasarkan hasil XRD dapat disimpulkan bahwa waktu hidrotermal 24 jam menghasilkan puncak yang cenderung tajam pada sudut 2θ = 25,2008°. Hal ini dikarenakan proses hidrotermal dapat meningkatkan pertumbuhan inti kristal sehingga kristalinitas yang terbentuk semakin tinggi serta susunan Kristal yang seragam (Sulistyono, *et al.*, 2018).

Karakterisasi komposit  $TiO_2-SiO_2$  menggunakan FT-IR bertujuan untuk melihat keberhasilan sintesis melalui analisis gugus-gugus fungsi. Transmisi spektrum FT-IR komposit  $TiO_2-SiO_2$  berkisar pada  $400 - 4000\text{ cm}^{-1}$ . Pola spektrum yang dihasilkan dari FT-IR ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan spektrum hasil sintesis menunjukkan pola spektrum yang sesuai dengan komposit  $TiO_2-SiO_2$  dapat dilihat pada Tabel 2.



Gambar 2. Perbandingan struktur hasil FT-IR komposit  $TiO_2-SiO_2$ (a) 4 jam, (b) 8 jam, (c) 18 jam dan (d) 24 jam

Hasil sintesis memiliki bilangan gelombang yang tidak berbeda jauh dengan referensi komposit  $TiO_2-SiO_2$ . Pada waktu perlakuan waktu perlakuan hidrotermal 24 jam terbentuk vibrasi Ti-O-Ti dari  $TiO_2$  pada bilangan gelombang  $570\text{ cm}^{-1}$ , hal ini terjadi karena waktu *aging* pada proses hidrotermal 24 jam dapat memicu pertumbuhan kerangka Ti-O-Ti, serta terjadinya penyusunan ulang akibat dari proses hidrolisis dan kondensasi lebih lanjut, sedangkan pada waktu hidrotermal 4 jam, 8 jam dan 18 jam tidak muncul vibrasi Ti-O-Ti.

Hal ini diperkirakan karena, waktu perlakuan hidrotermal yang diberikan belum cukup, oleh karena itu, kerangka Ti-O-Ti yang terbentuk lebih sedikit, sehingga vibrasi Ti-O-Ti menjadi lemah dan tidak terdeteksi oleh FT-IR. Hasil ini bersesuaian dengan penelitian Hanapi, *et al.* (2017) semakin lama waktu hidrotermal maka pertumbuhan kristal  $TiO_2$  semakin meningkat. Tabel 3 menunjukkan adanya vibrasi ikatan Ti-O-Si pada bilangan gelombang kisaran  $930-960\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan terjadinya reaksi kimia antara  $TiO_2$  dan  $SiO_2$  membentuk ikatan Ti-O-Si. Ikatan Ti-O-Si muncul pada semua sampel yang menandakan keberhasilan sintesis.

Tabel 3. Gugus fungsi spektrum FT-IR

Literatur	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )				Gugus fungsi
	4 jam	8 jam	18 jam	24 jam	
3400	3410	3410	3410	3448	<sup>1</sup> Vibrasi ulur OH dari Ti-OH/Si-OH
1629	1627	1627	1627	1635	<sup>1</sup> Vibrasi tekuk O-H dari Ti-OH/Si-OH
1050	1049	1064	1064	1072	<sup>1</sup> Vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-O-Si
930-960	941	948	948	956	<sup>2</sup> Vibrasi Ti-O-Si
500	-	-	-	570	Vibrasi Ti-O-Ti
400-500	447	439	439	460	<sup>2</sup> Vibrasi tekuk Si-O-Si

Keterangan: <sup>1</sup>Kumar and Styła, 2012, <sup>2</sup>Li, *et al.*, 2005

#### Variasi *Precursor* Komposit $TiO_2-SiO_2$

Berdasarkan Tabel 5 puncak  $TiO_2$  maupun  $TiO_2-SiO_2$  menunjukkan puncak  $2\theta$  tertinggi pada kisaran  $25^\circ$  yang merupakan bidang [101] dengan struktur kristal *anatase*. Puncak tersebut merupakan puncak khas dari senyawa  $TiO_2$ . Puncak yang terbentuk tidak berbeda jauh dengan penelitian Wulandari, *et al.* (2018) menyatakan bahwa puncak difraksi  $TiO_2$  berada pada  $2\theta$  kisaran  $25^\circ$  yang merupakan puncak  $TiO_2$  dengan struktur kristal *anatase*.

Berdasarkan hasil XRD dapat disimpulkan bahwa komposisi *precursor* komposit  $TiO_2-SiO_2$  perbandingan 2:1 menghasilkan puncak yang cenderung tajam pada sudut  $2\theta = 25,2899^\circ$ .

Berdasarkan pola difraksi yang terbentuk maka dilakukan perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang bertujuan untuk memperkirakan ukuran kisi kristal  $TiO_2$ ,  $TiO_2-SiO_2$  1:1, 1:2 dan 2:1. Hasil perhitungan

rata-rata ukuran kisi kristal dapat dilihat pada Tabel 4.

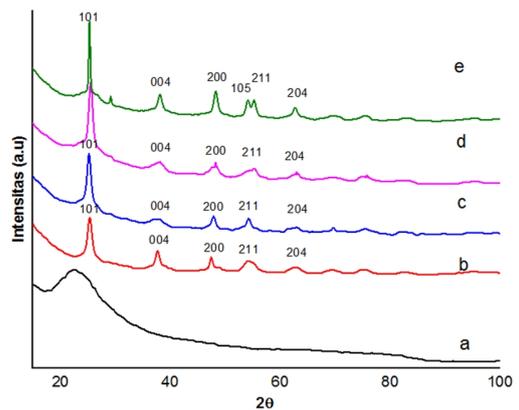
Tabel 4. Ukuran kisi kristal pada variasi mol precursor

Sampel	Ukuran Kisi Kristal (nm)
TiO <sub>2</sub>	11,441
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 1:1	10,495
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 1:2	39,099
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 2:1	15,899

Ukuran kisi kristal komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:2 memiliki ukuran yang lebih besar dibandingkan komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:1 dan 2:1, diperkirakan hal ini dapat terjadi karena banyaknya komposisi material SiO<sub>2</sub> cenderung menyebabkan terjadi aglomerasi. Menurut penelitian Wulandari, *et al.* (2018) penambahan SiO<sub>2</sub> pada TiO<sub>2</sub> memberikan pengaruh terhadap partikel, sehingga menimbulkan terjadinya aglomerasi pada partikel.

Analisis gugus fungsi menggunakan FT-IR dilakukan untuk mendukung hasil analisis XRD. Berdasarkan Tabel 6 diketahui bahwa pembentukan ikatan Ti-O-Si ditandai dengan hilangnya serapan 802,39 cm<sup>-1</sup> pada sampel

SiO<sub>2</sub> yang merupakan salah satu karakteristik serapan Si-O dari Si-O-Si serta munculnya serapan baru sekitar 956,69 cm<sup>-1</sup> untuk komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:1, 956,69 cm<sup>-1</sup> untuk komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:2 dan 933,55 cm<sup>-1</sup> untuk komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 2:1 yang merupakan serapan gugus Ti-O-Si. Berdasarkan hasil FT-IR dapat disimpulkan bahwa terbentuknya ikatan Ti-O-Si pada semua sampel yang menandakan keberhasilan sintesis.



Gambar 3. Pola difraksi sinar x dari (a) SiO<sub>2</sub> (b) TiO<sub>2</sub> (c)TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:1 (d) TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 1:2 dan (e) TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 2:1

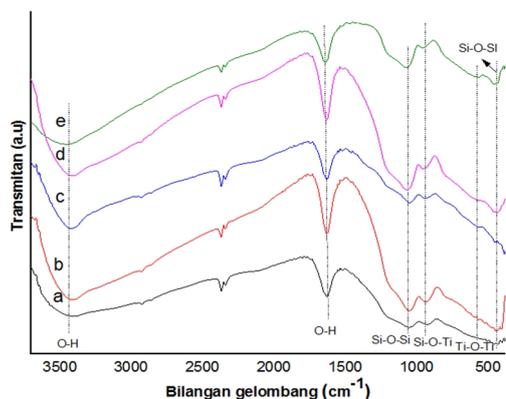
Tabel 5. Pola difraksi XRD pada 2θ untuk semua sampel

Sampel	2θ		2θ ICDD		2θ literatur	
	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>
SiO <sub>2</sub>	-	21°	-	-	-	21,8°
TiO <sub>2</sub>	25,4755°	-	25,316°	-	25,10°	20,861°
1:1	25,2008°	54,2386°	25,224°	54,163°	-	36,550°
1:2	25,5136°	55,3193°	25,427°	55,151°	25,60°	39,470°
2:1	25,2899°	55,2218°	24,950°	55,141°	-	42,457°

Tabel 6. Gugus Fungsi Spektra FT-IR komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>

R	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )					Gugus fungsi
	SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	1:1	1:2	2:1	
3400-3500	3448	3410	3448	3410	3425	<sup>1</sup> Vibrasi ulur OH dari Ti-OH/Si-OH
1629	1635	1627	1635	1635	1635	<sup>1</sup> Vibrasi tekuk O-H dari Ti-OH/Si-OH
1050	1087	1026	1072	1080	1056	<sup>1</sup> Vibrasi ulur asimetris Si-O dari Si-O-Si
930-960	-	-	956	956	933	<sup>2</sup> Vibrasi Ti-O-Si
804	802	-	-	-	-	<sup>1</sup> Vibrasi ulur simetris Si-O dari Si-O-Si
500	-	570	570	-	570	<sup>1</sup> Vibrasi Ti-O-Ti
400-500	462	478	462	462	439	<sup>2</sup> Vibrasi tekuk Si-O-Si

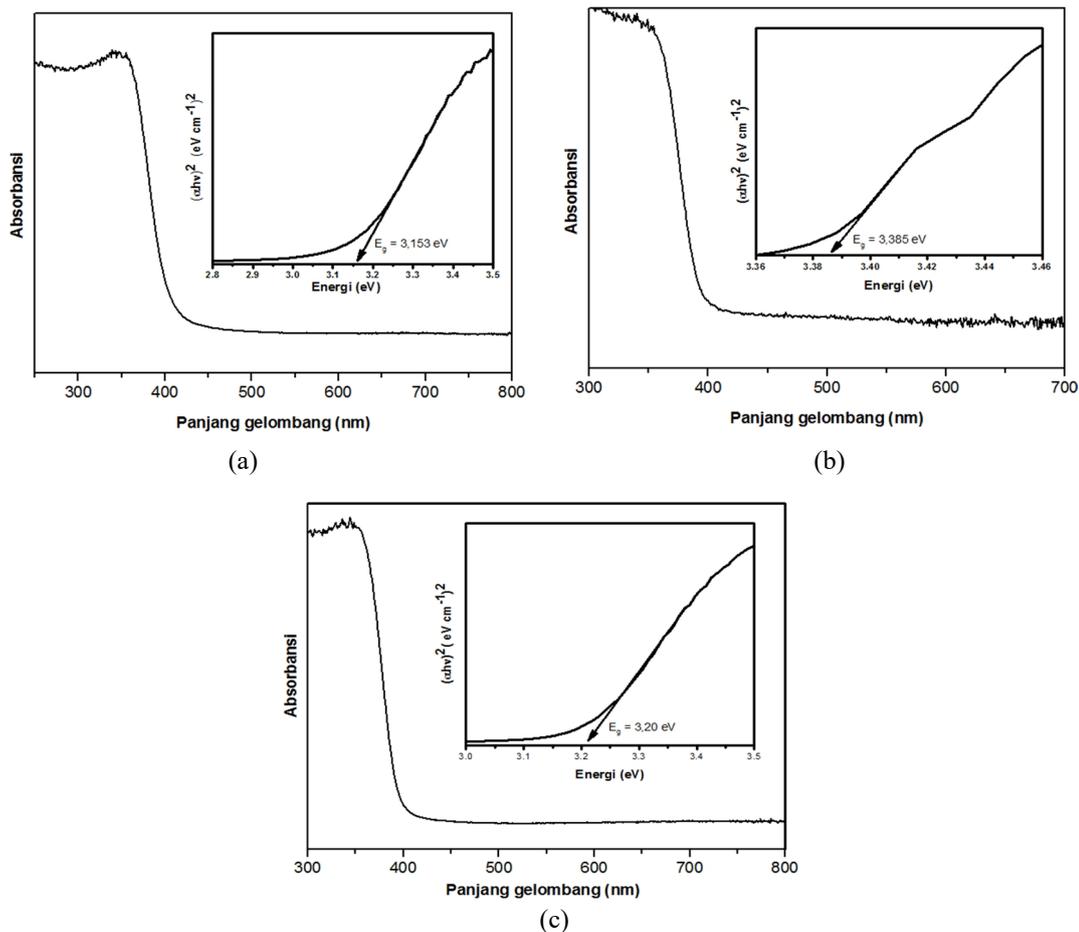
Keterangan: R: Literatur, <sup>1</sup>Kumar and Styla, 2012  
<sup>2</sup>Li, *et al.*, 2005



Gambar 4. Perbandingan struktur hasil FT-IR dari (a)  $SiO_2$  (b)  $TiO_2$  (c)  $TiO_2-SiO_2$  1:1 (d)  $TiO_2-SiO_2$  1:2 dan (e)  $TiO_2-SiO_2$  2:1

Berdasarkan hasil sintesis maka diperoleh energi celah pita komposit  $TiO_2-SiO_2$  hasil sintesis seperti yang ditunjukkan pada Tabel 7. Berdasarkan Tabel 7 dan Gambar 5 diketahui bahwa  $TiO_2$  kontrol memiliki energi celah pita

sebesar 3,153 eV. Energi celah pita mengalami peningkatan dari 3,153 eV menjadi 3,385 eV setelah dikompositkan dengan  $SiO_2$  perbandingan 1:1. Hal ini dikarenakan energi celah pita pada  $SiO_2$  lebih besar sehingga dapat membuat jarak yang cukup besar antara pita valensi ke pita konduksi pada  $TiO_2$ , dengan demikian energi celah pita yang dihasilkan akan melebar. Pada komposit perbandingan 2:1 menghasilkan struktur *anatase* dengan energi celah pita yang sebesar 3,20 eV. Hal ini terjadi karena komposisi  $TiO_2$  yang lebih banyak sehingga dapat memperkecil pelebaran celah pita yang disebabkan oleh  $SiO_2$ . Menurut Linsebigler, *et al.* (1995) struktur *anatase* yang memiliki energi celah pita sekitar 3,20-3,30 eV, yaitu struktur tersebut memiliki aktivitas fotokatalitik yang besar dibandingkan *rutile*. Kesimpulan dari analisis DR-UV bahwa komposit  $TiO_2-SiO_2$  2:1 menghasilkan struktur *anatase* dengan energi celah pita sebesar 3,20 eV.



Gambar 5. Energi celah pita (a)  $TiO_2$ , (b)  $TiO_2-SiO_2$  1:1 dan (c)  $TiO_2-SiO_2$  2:1

Tabel 7. Energi celah pita komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>

Sampel	Energi celah pita (eV)
TiO <sub>2</sub>	3,153
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 1:1	3,385
TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> 2:1	3,20

Berdasarkan hasil karakterisasi menunjukkan terbentuknya kristal TiO<sub>2</sub> dengan struktur kristal anatase dan memiliki ukuran kristal berukuran nanometer berdasarkan hasil XRD Keberhasilan sintesis diperkuat dengan hasil DR-UV yang menunjukkan bahwa energi celah pita TiO<sub>2</sub> berada ada rentang semikonduktor.

### KESIMPULAN

Perlakuan hidrotermal dapat mempengaruhi karakteristik dari komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>. Semua sampel terbentuk ikatan Ti-O-Si berdasarkan analisis FT-IR pada bilangan gelombang sekitar 950 cm<sup>-1</sup>. Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> yang diberi perlakuan hidrotermal selama 24 jam yang menghasilkan puncak yang cenderung tajam pada sudut 2θ = 25,2008° dengan ukuran kisi kristal sebesar 10,495 nm. Komposisi *precursor* mempengaruhi karakteristik komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>. Komposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dengan perbandingan 2:1 pada 2θ= 25,2899° yang menghasilkan struktur kristal *anatase* dengan tingkat kristalinitas yang tinggi dengan energi celah pita sebesar 3,20 eV.

### DAFTAR PUSTAKA

- Asmadi, K., Kasjono, H.S. 2011. *Teknologi Pengolahan Air Minum*, Gosyen, Yogyakarta.
- Dipowardani, B.T., Sriatun., Taslimah. 2008. Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) Dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) Sebagai Pencetak Pori, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 11: 20-28.
- Fayrus, M., Yusuf, A., Santoso, P., & Muljani, S. (2020). Sintesis Komposit Titania Silika Dengan Prpses Sol Gel. *Journal of Chemical and Process Engineering*, 01(01), 36–40
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*, Pascasarjana Universitas Andalas, Padang.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalis pada Permukaan TiO<sub>2</sub>: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II.
- Hakki, A., Lu, Y., Fazhou, W., Donald, E.M. 2017. The Effect of Interfacial Chemical Bonding in TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Composites on Their Photocatalytic NOx Abatement Performance, *Journal of Visualized Experiments*, 125:2-11
- Hanapi, P., Pardoyo., Taslimah., Arnelli., dan Astuti, Y., 2017. Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal Terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 20:79-83.
- Khasanah, U. & Amaria. 2014. Sintesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Dalam Mendegradasi Zat Warna Rhodamin-B, *UNESA Journal of Chemistry*, 3(1):65-72.
- Kim, D.S. & Kwak, S.Y.2007. The Hydrothermal Synthesis of Mesoporous TiO<sub>2</sub> With High Crystallinity Thermal Stability, Large Surface Area, and Enhanced Photocatalytic Activity, *Applied Catalysis A: General*, 323: 110-118.
- Kumar, D.A., Shyla, J.M., Xavier, F.P. 2012. Synthesis and Characterization of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Nano Composites for Solar Cell Applications, *Appl Nanosci*, 2:429-436.
- Lestari, M.W., Saputro, S.H. dan Wahyuni, S. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2: 54-59.
- Li, F.M. & Nathan, A., 2005. *CCD Image Sensors in Deep-Ultraviolet Degradation Behavior and Damage Mechanisme*, Springer, Canada
- Li, Z., Hou, B., Xu, Y., Wu, D., Sun, Y. 2005. Hydrothermal Synthesis, Characterization, and Photocatalytic Performance of Silica-Modified Titanium Dioxide Nanoparticles, *Journal Of Colloid And Interface Science*, 288: 149-154.
- Linsebigler, A.L., Guangquan, L., John, T.Y. 1995. Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> Surfaces: Principles, Mechanisme, and Selected Results, *Chem.Rev.* 95:735-758.
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., Sunaryono, S. 2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel, *Journal of Physical Science And*

- Engineering*, 3:8-15.
- Mahyar, A., Behnajady, M.A., and Modirshahla, N. 2016. Characterization and Photocatalytic Activity Of  $TiO_2$ - $SiO_2$  Mixed Oxide Nanoparticles Prepared By Sol-Gel Method, *Indian Journal Of Chemistry*, 49A: 1593-1600.
- Ortega, D.R., Melemdez, A.M., Pena, P.V., Gonzalez, I., Arroyo, R. 2014. Semiconducting Properties of  $ZnO/TiO_2$  composites by electrochemical Measurements and Their Relationship With photocatalytic Activity, *Electrochimica Acta*, 140: 541-549.
- Riazin, M., Montazeri, N. and Biazar, E., 2011. Nano Structural Properties Of  $TiO_2$ -  $SiO_2$ , *Oriental Journal Of Chemistry*, 27(3): 903-910.
- Sulistiyono, A., Sri, W., Kasmui. 2018. Sintesis dan Karakterisasi  $TiO_2$  (Nanorod)- $SiO_2$  dan Aplikasinya dalam Cat Akrilik, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7:56-63.
- Wahyuningsih, K., Marwoto, P., Sulhadi. 2013. Konduktivitas dan Transmittansi Film Zinc Oxide yang Dideposisikan pada Temperatur Ruang, *Unnes Physics Journal*, 2: 37-43.
- Wang, C. & Ying, J.Y. 1999. Sol-Gel Synthesis and Hydrothermal Processing of Anatase and Rutile Titania Nanocrystals, *Chem. Mater*, 11: 3113-3120
- Wulandari, M., Astaty, Muldarisnur. 2018. Sintesis Nanopartikel  $TiO_2$ -  $SiO_2$  Berpori Sebagai Fotokatalis Untuk Perjernihan Air Limbah Rumah Tangga, *Jurnal Fisika Unand*, 7: 33-38
- Yang, Y., Zhang, Q., Deng, Y., Zhu, C., Wang, D., & Li, Z. (2017). Synthesis of Nano  $TiO_2$ - $Fe_2O_3$  Photocatalyst and photocatalytic degradation properties on oxytetracycline hydrochloride. 128(Icmse), 216–219. <https://doi.org/10.2991/icmse-17.2017.39>.