

## Sintesis dan Karakterisasi Titanium Oksida Dalam Cairan Ion 1-Butil-3-Metil Imidazolium Klorida dengan Metode Hidrotermal

### *Synthesis and Characterization of Titanium Oxide in 1-Butyl-3-Methyl Imidazolium Chloride Ionic Liquid by Hydrothermal Method*

Riri Enriyani<sup>1\*</sup>, Muhammad Ali Zulfikar<sup>2</sup>, Anita Alni<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Chemical Analysis Study Program, Politeknik AKA Bogor Jl. Pangeran Sogiri No.283, Tanah Baru, Bogor Utara, Kota Bogor, Jawa Barat 16154

<sup>2</sup>Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Institut Teknologi Bandung, Jalan Ganesha No. 10 Bandung

\*E-mail: [enriyani.riri@gmail.com](mailto:enriyani.riri@gmail.com)

DOI: <https://doi.org/10.26874/jkk.v5i1.111>

Received: 1 March 2022, Revised: 7 April 2022, Accepted: 14 April 2022, Online: 25 May 2022

#### Abstrak

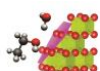
Pada penelitian ini dilakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metode hidrotermal dimana pelarut yang digunakan adalah campuran cairan ion 1-butyl-3-metil imidazolium klorida (BMIM Cl) dan air dengan perbandingan 3:7 v/v. Cairan ion 1-butyl-3-metil imidazol disintesis dengan prekursor metil imidazol dan klorobutana kemudian dikarakterisasi menggunakan NMR 43 MHz.  $\text{TiO}_2$  yang telah disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v) kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, UV-Vis/DR dan BET serta dibandingkan hasilnya dengan  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan pelarut air. Hasil analisis XRD diperoleh bahwa pada sintesis  $\text{TiO}_2$  baik dengan pelarut air maupun BMIM Cl : air (3:7 v/v) menghasilkan kristal anatase dan brokit dimana ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v) lebih kecil yaitu 17,70 nm dan yang disintesis dengan pelarut air sekitar 20,35 nm. Berdasarkan data karakterisasi SEM diperoleh struktur morfologi yang lebih homogen pada  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v). Karakterisasi menggunakan UV-Vis/DR dan BET diperoleh bahwa  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan BMIM Cl : air (3:7 v/v) memiliki *band gap* yang lebih besar dan luas permukaan serta pori yang lebih besar dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan pelarut air.

**Kata kunci:** hidrotermal, BMIM Cl, celah pita, pori

#### Abstract

In this study,  $\text{TiO}_2$  was synthesized using the hydrothermal method which the solvent used was a mixture of 1-butyl-3-methyl imidazolium chloride ion (BMIM Cl) with water in a ratio of 3:7 v/v. Ionic liquid of 1-butyl-3-methyl imidazole was synthesized with methyl imidazole and chlorobutane as precursors and then characterized using 43 MHz NMR.  $\text{TiO}_2$  which had been synthesized with BMIM Cl : water (3:7 v/v) was then characterized using XRD, SEM, UV-Vis/DR and BET then compared the results with  $\text{TiO}_2$  synthesized with water solvent. Based on of XRD analysis was obtained that  $\text{TiO}_2$  was synthesized by BMIM Cl : water (3:7 v/v) and water solvent produced anatase and brookite crystals where the crystal size of  $\text{TiO}_2$  synthesized with BMIM Cl : water (3:7 v/v) as solvent was smaller that is 17.70 nm and which is synthesized with water solvent is about 20.35 nm. Based on the SEM characterization data, the morphological structure was more homogeneous. Based on the characterization data using UV-Vis/DR and BET, it was obtained that  $\text{TiO}_2$  synthesized with BMIM Cl : water (3:7 v/v) had a bigger band gap and larger surface area and pores than  $\text{TiO}_2$  synthesized by water solvent.

**Keywords:** hydrothermal, BMIM Cl, band gap, pore



## 1 Pendahuluan

Titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan oksida logam Ti (Titanium) yang paling banyak dijumpai [1]. Dalam proses fotokatalitik, titanium oksida atau dikenal dengan Titania banyak digunakan sebagai fotokatalis karena sifatnya yang mendekati fotokatalis ideal. Titanium oksida bentuk kristal diketahui memiliki tiga fase kristal yang berbeda yaitu rutil, anatase, dan brokit. Anatase dikenal sebagai fase kristal yang paling reaktif terhadap cahaya, eksitasi elektron ke pita konduksi dapat dengan mudah terjadi apabila kristal ini dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari pada celah energinya [2].

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dapat dilakukan dengan berbagai metode diantaranya metode hidrotermal, metode sol-gel, metode sovotermal, metode *direct oxidation* dan elektrodeposisi. Metode hidrotermal adalah salah satu metode sintesis kristal dengan reaksi kimia heterogen yang melibatkan pelarut air pada suhu di atas  $25^\circ\text{C}$  dengan tekanan besar dari 1 atm pada sistem tertutup. Teknik hidrotermal melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air. Kelebihan metode hidrotermal dibandingkan dengan metode yang lain adalah terbentuk *powder* secara langsung dari larutan, ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan material awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda serta kereaktifan bubuk yang dihasilkan tinggi. Selain itu, metode hidrotermal juga menghasilkan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi dan distribusi ukuran partikel yang homogen [3].

Dekade ini, banyak dikembangkan pelarut berupa *Room Temperature Ionic Liquid* (RTIL) atau cairan ion di dalam proses fotokatalitik. Cairan ion adalah senyawa yang memiliki titik lebur rendah dan berfasa *liquid* di bawah suhu  $100^\circ\text{C}$ . Cairan ion merupakan alternatif pelarut organik yang ramah lingkungan dan sering disebut sebagai *designer solvents*. Cairan ion banyak digunakan dalam berbagai aplikasi disebabkan sifat fisik dan sifat kimianya yang berbeda dari pelarut yang lain seperti stabilitas termal yang tinggi, reaktif, titik uap yang rendah, stabilitas kimia dan kelarutan yang cukup besar [4]. Cairan ion memiliki pengaruh yang besar dalam pembentukan struktur kristal dan morfologi fotokatalis. Cairan ion dapat berfungsi sebagai *soft template*, pembentuk struktur nano dan mikro dengan distribusi yang homogen pada  $\text{TiO}_2$  [5].

Telah dilakukan penelitian sebelumnya dengan judul Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$ /Karbon Aktif menggunakan Metode Sol Gel.

Hasil dari penelitian tersebut adalah  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan metode sol gel dalam pelarut isopropanol masih terdapat fasa rutil dengan karakterisasi XRD. Fasa rutil pada  $\text{TiO}_2$  memiliki tingkat aktivitas fotokatalitik yang paling rendah dibandingkan fasa anatase dan brokit [6]. Pada penelitian ini dilakukan penelitian dengan judul Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  Dalam Cairan Ion 1-Butil-3-Metil Imidazolium Klorida dengan Metode Hidrotermal. Cairan ion yang digunakan sebagai pelarut dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  diharapkan dapat mempertajam puncak kristal anatase sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi.

## 2 Metode Penelitian

### 2.1 Alat

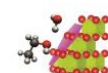
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia 50 mL, pipet tetes, gelas ukur 25 mL, spatula, batang pengaduk, labu refluks 50 mL dan kondensor. Instrumen yang digunakan adalah *microwave* CEM, neraca analitik, NMR (*Nuclear Magnetic Resonance*) Spinsolve Magritek, XRD (*X-ray Diffraction*) Shimadzu XRD-7000 Maxima, SEM (*Scanning Electron Microscope*) JEOL JSM-6360LA, BET (*Brunauer Emmett Teller*) Quantachrome Quadrasorb SI, spektrofotometer UV-Vis dan DRS (*UltraViolet-visible dan Diffuse Reflectance*) Thermo Scientific Evolution 220, pH-meter Lutron pH-201, spektrofotometer UV-Vis Jenway 6705.

### 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah 1-metilimidazol (Sigma-Aldrich, USA), 1-klorobutana (Sigma-Aldrich, USA), etil asetat (Sigma-Aldrich, USA), aseton, plat KLT, methanol (Sigma-Aldrich, USA), n-heksana (Sigma-Aldrich, USA), kloroform (Sigma-Aldrich, USA), Tetra Etil Orto Titanat (Sigma-Aldrich, USA) dan isopropil alkohol (Sigma-Aldrich, USA).

### 2.3 Sintesis BMIM Cl

Sebanyak 0,30 mol (24,62 g) 1- klorobutana dan 0,31 mol (27,76 g) 1-metilimidazol ditempatkan di dalam reaktor *microwave*. Campuran dipanaskan di dalam reaktor *microwave* ( $84^\circ\text{C}$ , 200 W) dan dilakukan iradiasi selama 1 jam 30 menit. Cairan ionik yang dihasilkan dicuci dengan etil asetat sebanyak 3 kali, diambil filtratnya dan dikeringkan di bawah vakum pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Produk



dikarakterisasi menggunakan spektrometer  $^1\text{H-NMR}$  [8].

#### 2.4 Sintesis dan Karakterisasi $\text{TiO}_2$

3,0 g TEOT dilarutkan dalam 20 mL isopropil alkohol (IPA) kemudian diaduk dan ditambahkan tetes demi tetes campuran cairan ion dan air (3:7) v/v sebanyak 60 mL. Campuran reaksi diaduk selama 2 jam pada suhu kamar dan dihasilkan endapan. Reaksi dimasukkan ke dalam *autoclave* selama 24 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$  kemudian disaring, dicuci dengan aquadest dan dikeringkan pada suhu kamar selama 12 jam. RTIL dan senyawa organik yang terperangkap dihilangkan dengan kalsinasi pada suhu  $520^\circ\text{C}$ .  $\text{TiO}_2$  dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM, BET, spektrofotometer UV Vis dan DRS [9].

### 3 Hasil dan Diskusi

#### 2.1 Sintesis Cairan Ion BMIM Cl

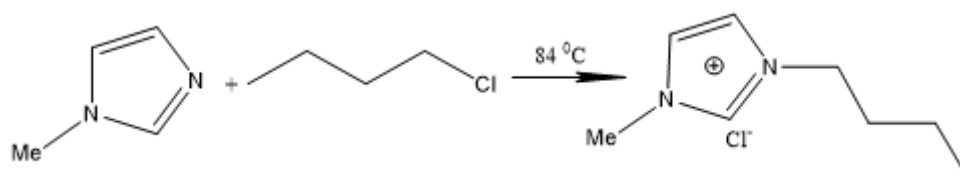
Cairan ion adalah garam yang cair pada suhu kamar. Mereka juga disebut sebagai "desainer pelarut" karena sifat pelarutnya dapat disetel untuk aplikasi tertentu dengan memvariasikan anion kombinasi kation. Mereka memiliki susunan unik dari sifat fisiko-kimia, yang membuatnya

unggul, dibandingkan dengan pelarut organik konvensional [10-13].

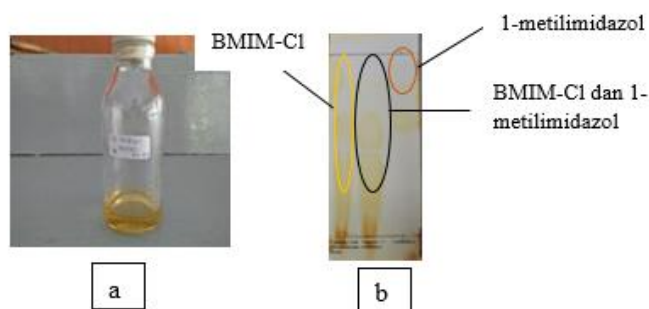
Sintesis cairan ion 1-butyl-3-metilimidazolium klorida pada Gambar 1 menghasilkan cairan berwarna kuning orange seperti pada Gambar 2 (a) yang dicuci dengan menggunakan etil asetat untuk menghilangkan senyawa pengotor dan prekursor awal dalam reaksi sintesis tersebut.

Dalam proses pencucian cairan ion terbentuk dua fasa, dimana fasa organik merupakan etil asetat dan fasa air merupakan cairan ion yang telah disintesis. Fasa air diambil dan diuapkan untuk menghilangkan etil asetat yang sedikit larut di dalam cairan ion. Cairan ion yang telah diuapkan kemudian dikarakterisasi menggunakan NMR dan dilakukan uji KLT.

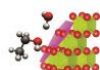
Hasil KLT yang dilakukan seperti pada Gambar 2 (b) terlihat bahwa prekursor awal masih terdapat di dalam cairan ion yaitu 1-metilimidazol. Hal ini menyebabkan terbentuknya dua noda pada produk cairan ion. Prekursor awal dihilangkan dari campuran reaksi dengan cara evaporasi selama 1 jam. Cairan ion yang telah terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan spektroskopi  $^1\text{H NMR}$  seperti pada Gambar 3.

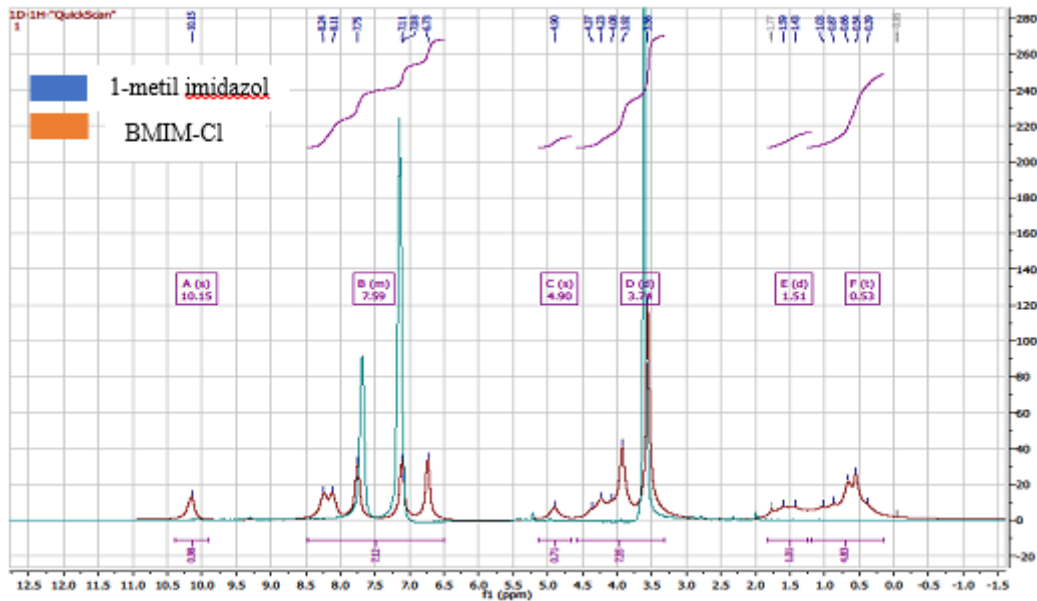


Gambar 1. Reaksi sintesis cairan ion BMIM Cl



Gambar 2. (a) Cairan ion 1-butyl-3-metilimidazolium klorida setelah evaporasi (b) hasil KLT





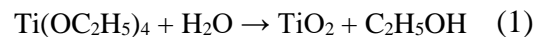
**Gambar 3.** Spektrum  $^1\text{H}$  NMR 1-metilimidazol dengan 1-butil-3-metilimidazolium klorida

Spektrum NMR pada Gambar 3 terlihat bahwa cairan ion 1-butil-3-metilimidazolium klorida yang disintesis telah terbentuk dengan munculnya puncak baru dan pergeseran antara spektrum 1- metilimidazol dengan 1-butil-3-metilimidazolium klorida khususnya pada daerah aromatik. Pergeseran  $^1\text{H}$  NMR pada daerah aromatik 1- metilimidazol adalah 7,67 (s, 3H), 7,13 (q,  $J = 1.1$  Hz, 8H), sedangkan pergeseran  $^1\text{H}$  NMR pada daerah aromatik 1-butil-3-metilimidazolium klorida adalah 10,15 (s, 1H), 8,51 – 7,55 (m, 2H), 6,97 (dt,  $J = 15,5, 1,1$  Hz, 2H). Cairan ion yang dihasilkan dengan rendemen 52,02% masih belum murni disebabkan masih ada pengotor dari prekursor awal yaitu 1-metilimidazol. Hal ini terlihat pada Gambar 3 dimana spektrum 1-metilimidazol masih terlihat di dalam spektrum cairan ion 1-butil-3-metilimidazolium klorida yang integrasinya kurang dari 1.

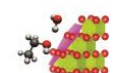
## 2.2 Sintesis dan Karakterisasi $\text{TiO}_2$

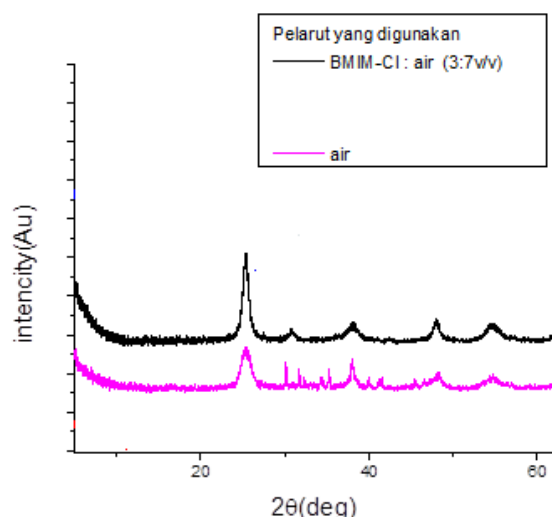
Metode yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  adalah metode hidrotermal yang dilakukan pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . Sintesis hidrotermal dapat didefinisikan sebagai metode sintesis dari kristal tunggal yang tergantung pada kesolutan dari mineral pada air panas dibawah tekanan tinggi.

Pertumbuhan kristal dibentuk dalam apparatus yang terdiri dari tekanan vessel baja yang disebut *autoclave* [14]. Sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metode hidrotermal menghasilkan endapan putih dalam bentuk serbuk. Reaksi yang terjadi dalam proses sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metode hidrotermal dapat dilihat pada persamaan 1.



Prekursor yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  adalah TEOT (Tetra Etil Orto Titanat). Sintesis hidrotermal dilakukan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  di dalam *autoclave* selama 24 jam dan direfluks dengan asetonitril selama 24 jam untuk menghilangkan cairan ion yang masih terperangkap di dalam  $\text{TiO}_2$ . Tahap selanjutnya setelah proses hidrotermal adalah kalsinasi. Kalsinasi bertujuan untuk mendekomposisi surfaktan yang tertinggal pada pori material [15]. Kalsinasi dilakukan dengan memanaskan sampel pada suhu tinggi.  $\text{TiO}_2$  dikalsinasi untuk mempertajam puncak kristal dan kalsinasi dilakukan pada suhu di bawah  $600^\circ\text{C}$  untuk mencegah munculnya fasa rutil.  $\text{TiO}_2$  kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, UV-Vis/DR, SEM, TEM dan BET.





**Gambar 4.** Difraktogram TiO<sub>2</sub>

Berdasarkan Gambar 4 diperoleh bahwa di dalam TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan dua variasi pelarut menghasilkan kristal anatase dan brokit. Puncak kristalinitas yang paling tajam terlihat pada TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan pelarut BMIM-Cl : air (3:7v/v).

Hasil XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal menggunakan persamaan 2.

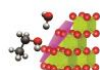
$$B = \frac{K \lambda}{D \sin \theta_B} \quad (2)$$

- B = ukuran kristal (nm)  
 k = 0,9  
 $\lambda$  = 1,56 Å  
 D = FWHM  
 $\theta_B$  = 2θ/2

TiO<sub>2</sub> memiliki tiga struktur kristal yaitu rutil, brokit dan anatase. Kristal anatase berada pada 2θ : 25,48; 36,98; 37,79; 38,90 dan 48,08 [16]. Secara fotokatalitik, struktur anatase menunjukkan aktivitas yang lebih baik dari segi kereaktifan dibandingkan dengan struktur rutil [17]. Struktur anatase merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan struktur rutil dan struktur ini muncul pada rentang suhu pemanasan dekomposisi senyawa titanium (400-650°C). Selain itu *bandgap* energi anatase lebih kecil daripada rutil sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi [18].

Cairan ion terdiri dari kation organik dan anion. Kation yang digunakan dalam sintesis cairan ion yaitu 1-metilimidazol sedangkan anion yang digunakan adalah Cl<sup>-</sup>. Rantai alkil yang digunakan dalam cairan ion adalah rantai butil. Semakin panjang rantai alkil yang digunakan pada kation akan menurunkan konduktivitas dari cairan ion karena interaksi yang dominan antara rantai alkil dengan kation. Semakin panjang rantai alkil juga meningkatkan viskositas dan asosiasi ion karena gaya van der Waals yang terjadi semakin kuat [19].

Ukuran anion yang digunakan dalam sintesis cairan ion memberikan dua pengaruh yang berlawanan. Pertama, anion dengan ukuran besar memiliki *charge density* yang lebih kecil sehingga perpindahan ion-ion semakin bebas. Kedua, anion dengan ukuran besar dapat membatasi perpindahan ion-ion sehingga menurunkan nilai konduktivitasnya [20]. Pada Tabel 1 diperoleh bahwa ukuran kristal TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan cairan ion BMIM-Cl : air (3:7v/v) memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan menggunakan pelarut air. Hal ini sesuai dengan literatur dimana perbedaan jenis pelarut berdampak pada proses hidrolisis. Rasio perbandingan BMIM-Cl : air sebesar 3:7 v/v karena memberikan ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan rasio lainnya berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Liu et.al [8]. Semakin polar pelarut yang digunakan menyebabkan proses hidrolisis semakin mudah karena ikatan hidrogen antara prekursor dengan pelarut lebih mudah terjadi [21]. Selain itu, pelarut yang polar akan lebih menstabilkan gugus titanol, dengan semakin banyak inti yang stabil



maka reaksi kondensasi akan tersebar ke seluruh inti sehingga ukuran kristal yang terbentuk semakin kecil [22].

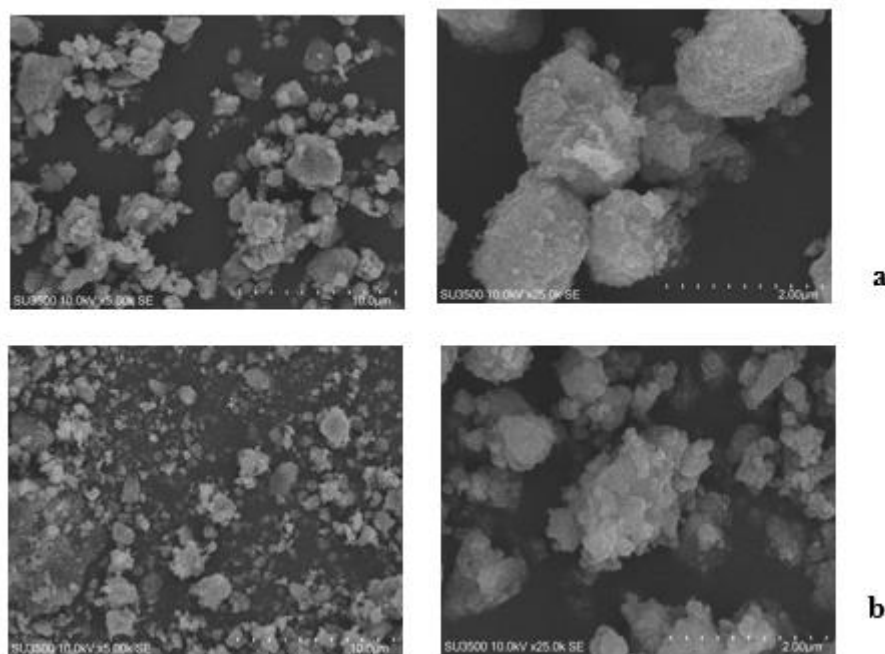
**Tabel 1.** Ukuran kristal TiO<sub>2</sub>

Pelarut TiO <sub>2</sub>	Ukuran kristal (nm)
BMIM-Cl : air (3:7v/v)	17,70
Air	20,35

Variasi anion pada cairan ion juga mempengaruhi morfologi TiO<sub>2</sub> dimana cairan ion dapat berfungsi sebagai *soft template*, pembentuk struktur nano dan mikro dengan distribusi yang homogen pada TiO<sub>2</sub> dan mencegah terjadinya aglomerasi pada TiO<sub>2</sub>. Molekul air akan berinteraksi sangat kuat dengan anion cairan ion melalui ikatan hidrogen. Sedangkan, kation dari

cairan ion tidak berinteraksi dengan air sehingga kation berlawanan arah dengan anion dan menimbulkan *stack* antara ikatan  $\pi-\pi$  atau interaksi non kovalen antar cincin imidazol. Hal ini menyebabkan cairan ion berperan sebagai agen pembentukan template [23].

Karakterisasi dengan SEM berfungsi untuk melihat morfologi dari permukaan TiO<sub>2</sub>. Berdasarkan karakterisasi TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan SEM pada Gambar 5 diperoleh bahwa TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan BMIM-Cl : air (3:7v/v) strukturnya lebih homogen dibandingkan dengan yang disintesis dengan air saja. Hal ini disebabkan oleh perbedaan sifat pelarut yang digunakan dalam sintesis TiO<sub>2</sub>. Pelarut berfungsi menghalangi pemisah fasa cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut campuran air dan cairan ion mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada suhu kamar yang menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna [24].

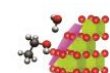


**Gambar 5.** Hasil morfologi SEM TiO<sub>2</sub> yang disintesis (a) BMIM-Cl:air (3:7v/v) dan (b) air (5000 kali dan 25000 kali)

Selanjutnya dilakukan karakterisasi TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan UV-Vis/DR dan BET. Karakterisasi UV-Vis/DR dilakukan untuk menentukan nilai *band gap* hasil sintesis TiO<sub>2</sub>. Prinsip Spektrofotometer UV-Vis/DR berdasarkan teori Kubelka-Munk, jika suatu material dengan ketebalan x, diradiasikan dengan sejumlah energi foton maka material tersebut akan menyerap atau menghamburkan energi foton. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan

UV-Vis/DR pada Tabel 2 diperoleh TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan pelarut air memiliki *band gap* yang lebih kecil dibandingkan dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v). Perhitungan *band gap* dapat dilakukan secara *direct* dan *indirect* menggunakan persamaan 3 Kubelka-Munk.

$$F(R) = \frac{1-R^2}{2R} \quad (3)$$



Semakin kecil *band gap* maka aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> semakin tinggi karena cahaya yang mengenai fotokatalis memiliki energi yang lebih besar dari pada *band gap*, sehingga pembentukan OH radikal (OH) akan semakin cepat. Sedangkan BET digunakan untuk menentukan diameter dan volume pori, serta luas permukaan spesifik material. Berdasarkan prinsip adsorpsi desorpsi gas adsorbat. Mekanisme adsorpsi gas tersebut berupa penyerapan gas (nitrogen, argon dan helium) pada permukaan

suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada suhu tetap [25]. Semakin besar luas permukaan maka ukuran pori juga semakin besar dan aktivitas fotokatalitiknya semakin tinggi karena semakin besar luas permukaan akan meningkatkan sisi aktif dari TiO<sub>2</sub>. Berdasarkan hasil BET, TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan pelarut BMIM BF<sub>4</sub> : air (3:7 v/v) memiliki luas permukaan, ukuran pori dan volume pori yang paling besar seperti pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Hasil karakterisasi TiO<sub>2</sub> menggunakan UV-Vis/DR dan BET

Pelarut TiO <sub>2</sub>	<i>Band Gap</i> (eV)	S <sub>BET</sub> (m <sup>2</sup> /g)	BJH (nm)	Vpori (cc/g)
BMIM Cl : air (3:7v/v)	3,31	75,21	6,56	0,23
Air	3,29	46,83	5,24	0,11

Berdasarkan Tabel 2, TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut air memiliki *band gap* yang lebih kecil dibandingkan TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v). Namun, ukuran pori dan luas permukaannya sangat kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v). Sehingga TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v) berpotensi meningkatkan aktivitas TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis dibandingkan dengan pelarut air. Perbedaan *band gap* dan luas permukaan dari TiO<sub>2</sub> sangat dipengaruhi oleh kekuatan ikatan hidrogen yang terjadi antara anion cairan ion dengan air. Semakin kuat ikatan hidrogennya maka akan terjadi *blocked* antara ikatan  $\pi$ - $\pi$  *stacking* pada ikatan ion cairan ion. Peristiwa tersebut menyebabkan lambatnya pertumbuhan kristal anatase pada TiO<sub>2</sub> dan menyebabkan TiO<sub>2</sub> terbentuk dengan luas permukaan yang kecil [26].

#### 4 Kesimpulan

Sintesis TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan metode hidrotermal dan dikarakterisasi menggunakan XRD, UV DR, SEM dan BET. Hasil analisis XRD diperoleh bahwa pada sintesis TiO<sub>2</sub> baik dengan pelarut air maupun BMIM Cl : air (3:7 v/v) menghasilkan kristal anatase dan brokit dimana ukuran kristal TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v) lebih kecil yaitu 17,70 nm dan yang disintesis dengan pelarut air sekitar 20,35 nm. Berdasarkan data karakterisasi SEM diperoleh struktur morfologi yang lebih homogen pada TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut BMIM Cl : air (3:7 v/v). Berdasarkan data karakterisasi

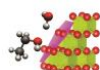
dengan menggunakan UV-Vis/DR dan BET, diperoleh bahwa TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan BMIM Cl : air (3:7 v/v) memiliki *band gap* yang lebih besar dan luas permukaan serta pori yang lebih besar dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan pelarut air.

#### Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Organik dan Kimia Analitik Institut Teknologi Bandung yang telah memfasilitasi sarana serta prasarana atas terselesainya penelitian ini. Kami juga mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Pengelola Dana Pendidikan (LPDP) Nomor Kontrak: PRJ-1525 /LPDP.3/2016 yang telah ikut serta dalam memberikan bantuan dana penelitian.

#### Daftar Pustaka

- [1] Greenwood NN, Earnshaw A. Chemistry of the Elements 2 nd ed. Oxford : Butterworth Heinemann; 1997
- [2] Mital GS., Tripathi, M., 2011, A review of TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Physical Chemistry*, 56: 1639-1657
- [3] Hasri., Muharram., Fauziah N, 2020, Sintesis Nanosilika Daun Bambu (*Bambusa sp*) Menggunakan Metode Hidrotermal. *Jurnal Kartika Kimia*, 3(2) : 96 -100.
- [4] Ghandi K., 2014, A Review of Ionic Liquids, Their Limits and Applications. *Green and Sustainable Chemistry*, 4: 44-53



- [5] Luczak J., Marta PG., Marta D., Wojciech L., Ewelina G., Samanta M., Janusz R., Adriana ZM., 2017, Visible light photocatalytic activity of ionic liquid-TiO<sub>2</sub> spheres: effect of the ionic liquid's anion structure. *ChemCatChem*, 10 : 861
- [6] Jannah SN. Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub>/Karbon Aktif Menggunakan Metode Sol-Gel, Skripsi. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim, 2019
- [7] Slamet K., Pardoyo., Agus S ., 2016, Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub> Terdoping Nitrogen (N-Doped TiO<sub>2</sub>) dengan Metode Sol Gel, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi.*, 19(2) : 63-67
- [8] Tian P., Zen J., Zhao Z., Meng B., Qin T., Sun L., 2013, The Synthesis and Characterization of 1-Methyl-3-Butyl Imidazole Tetrafluoroborate. *Applied Mechanics and Materials*, 303-306: 2640 – 2643
- [9] Liu H., Liang H., Hu H., Wang M., 2009, Hydrothermal Synthesis for Mesostructured Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> in an Ionic Liquid – Water Mixtures and its Photocatalytic Performance. *Solid State Science*, 11(9): 1655 -1160
- [10] Seddon KR., 1996, Room-temperature ionic liquids-neoteric solvents for clean catalysis. *Kinet. Catal*, 37: 693–697.
- [11] Lagrost C., Carrié D., Vaultier M., Hapiot P., 2003, Reactivities of some electrogenerated organic cation radicals in room-temperature ionic liquids: Toward an alternative to volatile organic solvents. *J. Phys. Chem. A*, 107: 745–752.
- [12] Shariati A., Peters CJ., 2005, High-pressure phase equilibria of systems with ionic liquids. *J. Supercrit. Fluids*, 34: 171–176
- [13] Shariati A., Gutkowski K., Peters CJ., 2005 Comparison of the phase behavior of some selected binary systems with ionic liquids. *AIChE J*, 51: 1532–1540.
- [14] Walujodjati A., 2008, Sintesis Hidrotermal dari Serbuk Oksida Keramik, *Momentum*, 4(2): 33-37
- [15] Bimo TD., Sriatun., Taslimah., 2008, Sintesis Silika Kristalin Menggunakan Surfaktan Cetiltrimetilamonium Bromida (CTAB) dan Trimetilamonium Klorida (TMACl) sebagai Pencetak Pori. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 11(1): 20 – 28
- [16] Ramya KR., Praveen K., Arun V., 2015, Molecular simulations of anion and temperature dependence on structure and dynamics of 1-hexyl-3- methylimidazolium Ionic Liquids. *Journal of Physical Chemistry*, 119: 14800-14806.
- [17] Su C., Hong BY., Tseng CM., 2004, Sol-gel preparation and photocatalysis of titanium dioxide. *Catalysis Today*, 96: 119 - 126.
- [18] Licciulli A, Lisi D. Self-Cleaning Glass. Lecce : Universita Degli Studio
- [19] Han CC., Ho SY., Lin YP., Lai YC., Liang WC., Chen-Yang YW., 2010, Effect of  $\pi$ - $\pi$  stacking of water miscible ionic liquid template with different cation chain length and content on morphology of mesoporous TiO<sub>2</sub> prepared via sol-gel method and the applications. *Microporous Mesoporous Mater*, 131:217–223
- [20] Kowsari MH., Salman A., Mahmud A., Bijan N., 2009, Molecular dynamics simulation of imidazolium-based ionic liquids. II. Transport coefficients. *Journal of Chemical Physics*, 129.
- [21] Ridwan A., Wahyuni S., 2015, Pengaruh Pelarut Terhadap Karakteristik Nano TiO<sub>2</sub> – SiO<sub>2</sub> Sebagai Penambah Self-Cleaning Cat Akrilik. *Indonesian journal of Chemical Science*, 4(2): 1-6
- [22] Schubert U, Husing N. Synthesis of Inorganic Material. Second, Revised and Updated Edition. Weinheim: Wiley-VCH Chaharmahali; 2005
- [23] Shuanfeng H., Haiyan WJC., Jinsong L., Baoqing F., Mingbo Z., Guangbin J., Fang Z., Zhenjiang Y., 2008, Synthesis of mesostructure anatase TiO<sub>2</sub> particles in room- temperature ionic liquids. *Material Letters*, 62 :2954- 2956.
- [24] Pravita AR. Sintesis Lapisan TiO<sub>2</sub> Menggunakan Prekursor TiCl<sub>4</sub> untuk Aplikasi Kaca Self Cleaning dan Anti Fogging. Skripsi. Padang: Universitas Andalas; 2012
- [25] Perwira G. Analisis Luas Permukaan Arang Aktif Dengan Menggunakan Metode BET (SAA). Semarang: Universitas Negeri Semarang; 2014.
- [26] Luczak J., Marta PG., Marta D., Wojciech L., Ewelina G., Samanta M., Janusz R., Adriana ZM., 2017, Visible light photocatalytic activity of ionic liquid-TiO<sub>2</sub> spheres: effect of the ionic liquid's anion structure. *ChemCatChem*, 10: 861.

