

# SINTESIS KOMPOSIT TiO<sub>2</sub> NWs/PANI DENGAN METODE HIDROTERMAL DAN UJI AKTIFITAS FOTOKATALIS

## *SYNTHESIS OF NWs/PANI TiO<sub>2</sub> COMPOSITES USING THE HYDROTHERMAL METHOD AND PHOTOCATALYST ACTIVITY TESTS*

ARI JAMHARI PRATAMA<sup>1</sup>, SUDIRMAN<sup>2</sup>, MARIA ULFA<sup>3</sup>

Jurusan Kimia, Fakultas Matetamtika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram, IndonesiaJl. Majapahit no. 62, Gomong, Kec. Selaparang, Kota Mataram, Nusa Tenggara Barat 83126

Email: [arieprma28@gmail.com](mailto:arieprma28@gmail.com), [sudirman28@unram.ac.id](mailto:sudirman28@unram.ac.id)

**Abstrak.** TiO<sub>2</sub> dianggap sebagai salah satu kandidat yang paling menjanjikan untuk aplikasi fotokatalitik, karena fotoaktivitasnya yang unggul, tidak beracun, harga yang murah, dan kerja yang baik di bawah sinar UV. Adanya celah pita yang lebar (3,2 eV) menjadi kendala dalam sintesis TiO<sub>2</sub>. Oleh karena itu, pada penelitian ini telah dilakukan sintesis Titanium (IV) oksida (TiO<sub>2</sub>) dengan metode hidrotermal dengan polialin (PANI) termodifikasi. PANI memiliki stabilitas lingkungan yang baik dengan celah pita 2,8 eV sehingga dapat digunakan sebagai fotosensitizer yang baik untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub>. Morfologi TiO<sub>2</sub> diamati dengan pemindaian SEM yang menunjukkan bahwa diameter NWs berkisar 20 hingga 70 nm. Puncak tipikal TiO<sub>2</sub> yang terdeteksi oleh FTIR tampak pada serapan antara 700-950 cm<sup>-1</sup>, dan TiO<sub>2</sub> NWs ditemukan terbentuk pada bidang 48° (200) pada difraktogram XRD. Persentase kristalinitas TiO<sub>2</sub> komersil 57,1%, TiO<sub>2</sub> NWs 27,3% dan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI 32,9%. Uji aktivitas fotokatalis dilakukan dengan mengoksidasi benzaldehid di bawah sinar UV (365 nm). Munculnya gugus karboksilat dengan serapan 2500-3600 cm<sup>-1</sup>, yang mana pada serapan tersebut terdapat gugus hidroksil yang memiliki ikatan dengan hidrogen dengan karbonil menandakan Titanium (IV) oksida (TiO<sub>2</sub>) berhasil mengoksidasi benzaldehida. Penggunaan PANI dalam uji peforma sebagai fotokatalis tidak menunjukkan serapan yang maksimal pada serapan diatas 3000 cm<sup>-1</sup>.

**Kata kunci:** TiO<sub>2</sub> NWs, TiO<sub>2</sub> NWs/PANI, PANI, fotokatalitik.

**Abstract.** TiO<sub>2</sub> is considered as one of the most promising candidates for photocatalytic applications, because of its superior photoactivity, non-toxicity, low cost, and good performance under UV light. The existence of a wide band gap (3.2 eV) is an obstacle in the synthesis of TiO<sub>2</sub>. Therefore, this research has carried out the synthesis of Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) by hydrothermal method with modified polyalin (PANI). PANI has good environmental stability with a bandgap of 2.8 eV so it can be used as a good photosensitizer to modify TiO<sub>2</sub>. The morphology of TiO<sub>2</sub> observed by SEM scanning showed that the diameter of the NWs ranged from 20 to 70 nm. Typical peaks of TiO<sub>2</sub> detected by FTIR appear at absorptions between 700-950 cm<sup>-1</sup>, and TiO<sub>2</sub> NWs were found to form at 48° (200) plane on the XRD diffractogram. The crystallinity percentage of commercial TiO<sub>2</sub> is 57.1%, TiO<sub>2</sub> NWs is 27.3% and TiO<sub>2</sub> NWs/PANI is 32.9%. The photocatalyst activity test was carried out by oxidizing benzaldehyde under UV light (365 nm). The appearance of a carboxylic group with an absorption of 2500-3600 cm<sup>-1</sup>, in which there is a hydroxyl group that has a hydrogen bond with a carbonyl group indicates that titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) has succeeded in oxidizing benzaldehyde. The use of PANI in the performance test as a photocatalyst did not show maximum absorption above 3000 cm<sup>-1</sup>.

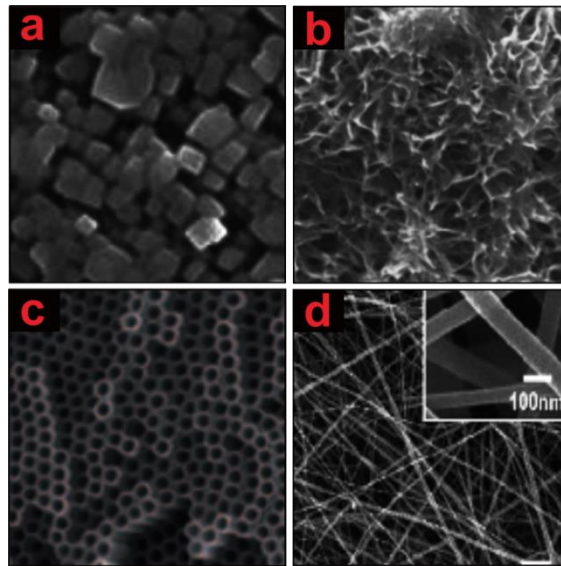
**Key words:** TiO<sub>2</sub> NWs, TiO<sub>2</sub> NWs/PANI, PANI, Photocatalytic

## PENDAHULUAN

Titanium (IV) oksida atau TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu oksida logam semikonduktor yang menarik perhatian di berbagai bidang penelitian. Titanium (IV)

oksida banyak digunakan sebagai fotokatalis karena inert, memiliki ketahanan panas yang baik, dapat menahan suhu tinggi, tidak beracun, harga murah dan memiliki aktivitas fotokatalis yang baik (Azimi, dkk., 2016; Hu, dkk., 2005; Minella, dkk., 2017) serta tersedia secara komersial dan mudah disiapkan di laboratorium (Prawithasari, dkk., 2015). Fotokatalis adalah kombinasi dari proses reaksi fotokimia yang membutuhkan unsur cahaya dan sebuah katalis untuk mempercepat transformasi kimia (Vaiano, dkk., 2015). Aplikasi TiO<sub>2</sub> awalnya diperkenalkan oleh Fujishima dan Honda sebagai fotoelektroda dalam sinar UV pada tahun 1972. Saat ini TiO<sub>2</sub> banyak digunakan sebagai katalis yang ramah lingkungan pada sintesis fotokatalis zat organik (Hoffmann, 2015).

Titanium (IV) oksida dapat diklasifikasikan berdasarkan dimensi (1D-3D), masing-masing dimensi memiliki morfologi nanostruktur yang berbeda. Beberapa bentuk struktur nano TiO<sub>2</sub> satu dimensi (Gambar 2.1) adalah *nanotube*, *nanorods*, *nanosheets*, dan *nanowires* (Rahmat, dkk., 2020). Titanium (IV) oksida satu dimensi memiliki banyak keunggulan dibandingkan TiO<sub>2</sub> nanopartikel atau TiO<sub>2</sub> komersial, seperti rasio aspek yang tinggi, yang membuatnya lebih cocok untuk aplikasi lingkungan (Serhan, dkk., 2019). Titanium (IV) oksida berukuran nano dapat meningkatkan luas permukaan kontak yang lebih besar dan kemampuan untuk menyerap cahaya dalam proses fotokatalitik (Li, dkk., 2020). Dari beberapa struktur nano TiO<sub>2</sub> satu dimensi, yang menjadi fokus dalam beberapa penelitian sebelumnya ialah TiO<sub>2</sub> *nanowires* (NWs) karena sifat morfologi dan optik yang dimilikinya lebih baik dibanding *nanotube* dan *nanorods* (Kumar, dkk., 2010) yang berarti bahwa aktivitas fotokatalitiknya lebih tinggi. Hal ini juga diperkuat oleh Pan, dkk., (2012) bahwa NWs menunjukkan distribusi yang lebih seragam dalam pengaplikasiannya dengan grafena dan menunjukkan aglomerasi yang sedikit. Wu, dkk., (2012) menerangkan lebih lanjut bahwa potensial dari TiO<sub>2</sub> *nanowires* (NWs) sebagai fotokatalis sangat baik dalam degradasi zat pewarna.



Gambar 2.1 Bentuk struktur morfologi TiO<sub>2</sub> satu dimensi;(a) *nanorods* (Sun, dkk., 2011); (b) *nanosheet* (Leng, dkk., 2014); (c) *nanotube* (Roy, dkk., 2011); (d) *nanowires* (Lee, dkk., 2011).

Rekombinasi elektron *hole* dan fotoaktivitas yang rendah di bawah iradiasi cahaya tampak menjadi faktor penghambat dalam pengaplikasian TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis secara luas, celah pita yang relatif lebar (3,2 eV) hanya memungkinkan untuk menyerap radiasi UV ( $\lambda = 380\text{nm}$ ), yang hanya mencakup 3-5% dari sinar matahari (Liang dan Li, 2009). Aktivitas fotokatalis dari TiO<sub>2</sub> dapat ditingkatkan dengan modifikasi permukaan struktur morfologi, ukuran partikel (Min, dkk., 2007), dan merancang celah pita semikonduktor untuk memperluas penyerapan di daerah sinar tampak (Li, dkk., 2011; Zaleska, 2008). Titanium dioksida dapat dikombinasikan dengan polimer elektrokonduktif yang memiliki celah pita yang sempit untuk meningkatkan fotoaktivitasnya (Bingham dan Daoud, 2011). Polimer elektrokonduktif pertama kali diselidiki oleh Shirakawa (1977) seperti polianilin, politiofena, polipirol, dan turunannya banyak digunakan dalam baterai sekunder, sensor gas, dan sel surya (Bhadra, dkk., 2009).

Polianilin (PANI) telah mendapat perhatian khusus sebagai fotosensitizer untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub>, karena memiliki stabilitas lingkungan yang baik, celah pita sempit (2,8 eV), dan sintesis dalam jumlah besar dengan polimerisasi oksidatif (Khatoon, dkk., 2008; Lai, dkk., 2016). Penggunaan polianilin sebagai fotosensitizer dapat meningkatkan fotodegradasi melalui aktivitas fotokatalitiknya yang baik di bawah

sinar UV (Jangid, dkk., 2020). Rahman dan Kar (2020) berhasil memperkenalkan sintesis polimer elektrokonduktif antara PANI dengan TiO<sub>2</sub> untuk meningkatkan penyerapan di bawah cahaya tampak. Penyerapan TiO<sub>2</sub> dari UV ke cahaya tampak dengan komposit polianilin menunjukkan efisiensi peningkatan fotokatalis TiO<sub>2</sub> tanpa mengubah struktur kristalnya (Li, dkk., 2008). Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dengan metode hidrotermal. Selain itu, diamati juga performa fotokatalis dari TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dengan mengoksidasi benzaldehid.

## MATERI DAN METODE

### Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Kimia Lanjut dan Laboratorium Kimia Analitik, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Mataram.

### Prosedur kerja

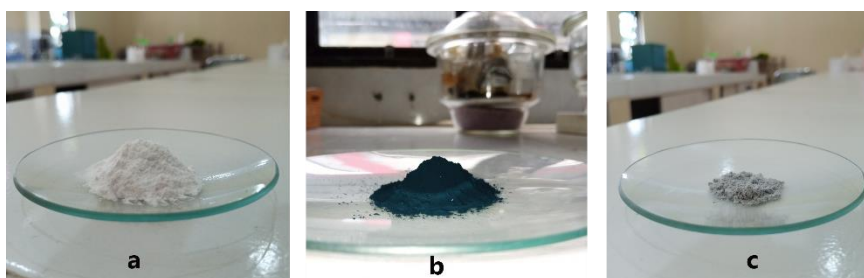
Pelaksanaan penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu pertama sintesis Titanium (IV) oksida disiapkan sesuai dengan metode yang diadopsi dari Pan, dkk. (2012). Titanium (IV) oksida (1g) dilarutkan ke dalam KOH (30 mL) 10M, kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit hingga terbentuk suspensi yang homogen. Suspensi kemudian dituang ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu 200°C selama 24 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci dengan HCL (1M) dan aquades hingga pH= 7, lalu dikeringkan selama 5 jam pada suhu 60°C dan diperoleh bubuk berwarna putih

Sintesis polianilin mengacu pada metode Li, dkk. (2008) yaitu menggunakan metode rapid mixing polimerization melalui dua tahapan dengan oksidator amonium persulfat ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>). Tahap pertama anilin (1,93 mL) dimasukkan ke dalam HCl 1M (100 mL). Tahap kedua APS (5,96 g) dilarutkan dalam aquades (100 mL). Kedua larutan disamakan suhunya dalam lemari pendingin selama 30 menit, lalu dicampur dengan cepat dan disimpan dalam freezer selama 1x24 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci dengan aquades (100 mL) sebanyak 3 kali dan aseton (50 mL) sehingga terbentuk endapan PANI hidroklorid (Emeraldin Salt), dikeringkan selama 5 jam pada suhu 60°C dan diperoleh bubuk berwarna hijau Tua.

Komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dibuat melalui reaksi hidrotermal yang diadopsi dari Pan, dkk. (2012) dan Li, dkk. (2008) yang dimodifikasi cara pemisahan menggunakan sentrifugasi. PANI (10 mg) didispersikan secara ultrasonik selama 1 jam dalam aquades (10 mL) dan etanol p.a (10 mL). TiO<sub>2</sub> NWs (1g) dimasukkan kedalam larutan di atas, diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada suhu kamar hingga membentuk suspensi yang untuk homogen. Suspensi kemudian dituang ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada 125°C selama 3 jam. Endapan yang terbentuk dipisahkan dengan penyaringan dan dicuci dengan aquades, dikeringkan pada suhu kamar dan diperoleh bubuk berwarna hijau muda.

## HASIL DAN DISKUSI

Sintesis Komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dilakukan dengan metode hidrotermal melalui penggabungan TiO<sub>2</sub> NWs dan PANI yang telah disintesis sebelumnya, TiO<sub>2</sub> NWs disintesis pada suhu 200 °C. Penggunaan suhu ini akan berpengaruh pada terbentuknya NWs (Pan, dkk., 2012). Penambahan PANI pada TiO<sub>2</sub> akan menghasilkan warna hijau muda pada Komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI, serbuk PANI awalnya berwarna hijau tua karena telah melalui reaksi polimerisasi. Selama reaksi polimerisasi dan pembentukan persipitan PANI, molekul inisiator akan habis selama pembentukan PANI. Hal ini terjadi dengan adanya penambahan HCl pada reaksi polimerisasi yang menyebabkan warna PANI berubah dari tidak berwarna menjadi hijau tua yang menandakan bahwa reaksi polimerisasi telah selesai.



Gambar 4.1 Hasil sintesis dari; (a) TiO<sub>2</sub> NWs; (b) PANI; (c) TiO<sub>2</sub> NWs/PANI

Hasil sintesis TiO<sub>2</sub> NWs dan PANI yang telah didapat pada penelitian ini selanjutnya dilakukan perhitungan Yield pada TiO<sub>2</sub> NWs dan PANI seperti yang tertera pada (Tabel. 1). Nilai Yield yang diperoleh melebihi 100%, yang dapat

disebabkan dalam sintesis TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan KOH kemungkinan terbentuk senyawa baru KOH menjadi K<sub>x</sub>H<sub>2-x</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub>. Hal ini serupa pada penelitian Youssef, dkk., (2013) endapan yang terbentuk dilambangkan dengan hidrogen dari Na<sub>x</sub>H<sub>2-x</sub>Ti<sub>3</sub>O<sub>7</sub> (x=0,75). Selama sintesis TiO<sub>2</sub> NWs, partikel Titanium (IV) oksida bereaksi dengan KOH pada suhu hidrotermal, sifat basa dari KOH menguraikan TiO<sub>2</sub> menjadi bentuk ionik atau kristal (Shivaraju, dkk., 2010), sedangkan pada PANI disebabkan oleh penggunaan HCl dan APS, yang menyebabkan terjadinya reaksi polimerisasi membentuk garam.

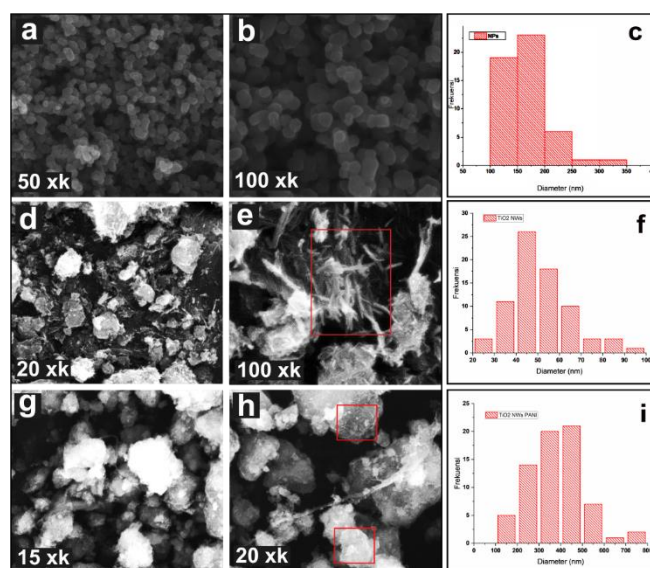
Tabel 1.1 Presentase Yield dari TiO<sub>2</sub> NWs dan PANI

Sampel	Yield (%)
TiO <sub>2</sub> NWs	121,1
PANI	106

Karakterisasi TiO<sub>2</sub> NWs, PANI, dan komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI diamati dengan pencitraan SEM, XRD, dan FTIR. (Gambar 4.2 (a) dan (b)) menunjukkan citra SEM dari morfologi TiO<sub>2</sub> NPs 0D (quantum dot). Struktur NPs memiliki morfologi yang cukup homogen antara satu partikel dengan partikel yang lain. Pada perbesaran 50.000 kali (a) dan 100.000 kali (b), partikel yang teramati memiliki morfologi bulat dan aglomerasi teratur. Hasil pengukuran menggunakan imagej diperoleh diameter rata-rata partikel dari sampel TiO<sub>2</sub> NPs sebesar 157,178 nm (Gambar 4.2 c).

Morfologi TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan metode hidrotermal diteliti lebih lanjut seperti yang terlihat pada Gambar 4.2 (d) dan (e) menunjukkan perubahan morfologi dari TiO<sub>2</sub> NPs menjadi NWs 1D (satu dimensi). Perbesaran 20.000 kali pada Gambar 4.2 (d) menunjukkan bahwa sebaran morfologi TiO<sub>2</sub> tidak merata dan terlihat adanya aglomerasi pada beberapa bagian. Meski demikian pembentukan kristal NWs dapat dilihat pada perbesaran 100.000 kali (Gambar 4.2 e) dengan ukuran diameter rata-rata berkisar 20-70 nm (Gambar. 4.2 f), yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan ukuran diameter NPs. Perbedaan ukuran dapat memberikan pengaruh yang sangat penting terhadap kinerja material, semakin ukuran partikel maka luas permukaan akan semakin meningkat. Titanium (IV) oksida NWs yang terbentuk sebagian besar adalah kawat tunggal dengan jumlah pertumbuhan NWs menumpuk pada satu bagian. Hasil yang diperoleh sesuai dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Pan, dkk., 2012).

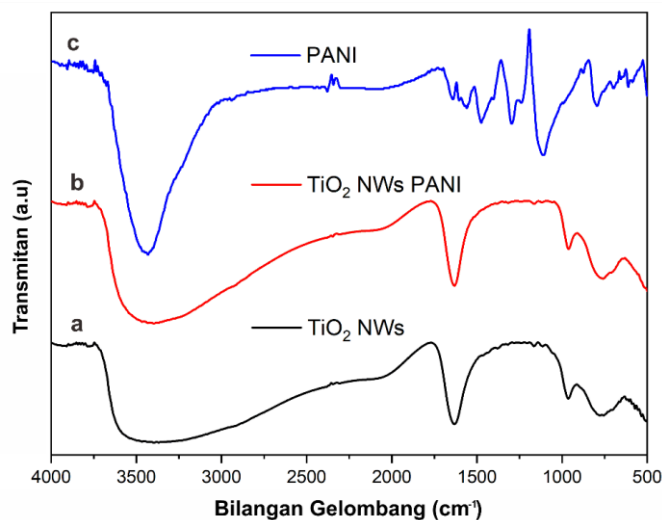
Citra SEM pada Gambar 4.2 (g) dan (h) menunjukkan morfologi permukaan dari komposit TiO<sub>2</sub> NWs/PANI. Hasil karakterisasi menunjukkan sebaran NWs tidak merata dan banyak gumpalan PANI (Gambar 4.2 g). Pada perbesaran 20.000 kali TiO<sub>2</sub> tersebar pada beberapa titik meskipun NWs yang terbentuk tidak begitu jelas (Gambar 4.2 h), diameter NWs terlihat pada Gambar 4.2 (i) dengan ukuran berkisar 200-400 nm. Yu, dkk., (2011) dalam penelitiannya menjelaskan bahwa morfologi yang dihasilkan bergantung pada waktu dan temperatur polimerisasi. Ukuran yang diperoleh berkisar dari 35 hingga 500 nm, sejumlah besar NWs muncul pada serat TiO<sub>2</sub> setelah 5 jam polimerisasi anilin, dan NWs/PANI yang diperoleh membentuk pola yang teratur.



Gambar 4.2 Citra SEM dari (a) TiO<sub>2</sub> NPs perbesaran 50.000x; (b) TiO<sub>2</sub> NPs perbesaran 100.000x; (c) Ukuran diameter TiO<sub>2</sub> NPs; (d) TiO<sub>2</sub> NWs perbesaran 20.000x; (e) TiO<sub>2</sub> NWs perbesaran 100.000x; (f) Ukuran diameter TiO<sub>2</sub> NWs; (g) TiO<sub>2</sub> NWs/PANI perbesaran 15.000x; (h) TiO<sub>2</sub> NWs/PANI perbesaran 20.000x; (i) Ukuran diameter TiO<sub>2</sub> NWs/PANI.

Spektra FTIR TiO<sub>2</sub> NWs, TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dan PANI ditampilkan pada Gambar 4.3. Puncak lebar TiO<sub>2</sub> NWs (Gambar 4.3 a) terlihat pada bilangan gelombang 3422 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya gugus hidroksil, yaitu vibrasi OH regangan (*stretching*) yang berkaitan dengan atom Ti (Ti-OH). Bilangan gelombang 1627 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya vibrasi OH tekukan (*bending*) dan bilangan gelombang di bawah 1000 cm<sup>-1</sup> merupakan ciri khas dari TiO<sub>2</sub> mengindikasikan keberadaan ikatan Ti-O dan O-Ti-O (Soler, dkk., 2002; Kongsong, dkk., 2014). Vibrasi OH *stretching* dan *bending* menunjukkan adanya molekul air pada sampel TiO<sub>2</sub>. Keberadaan molekul air

tersebut dapat dicapai dengan menggunakan aquades sebagai pelarut dalam proses sintesis.



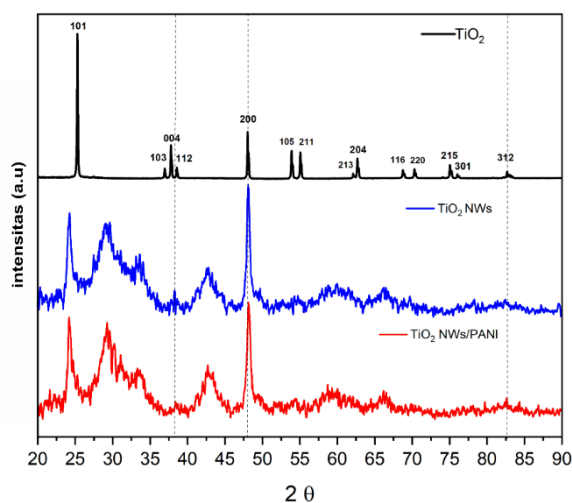
Gambar 4.3 Spektra FTIR hasil sintesis dari; (a) TiO<sub>2</sub> NWs; (b) TiO<sub>2</sub> NWs/PANI; (c) PANI

Spektra PANI yang ditampilkan pada Gambar 4.3 (c) mengacu pada hasil penelitian (Richard dan Widodo., 2014). Pada bilangan gelombang 3434 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan vibrasi N-H regangan (*stretching*) yang merupakan senyawa khas dari polianilin. Vibrasi lainnya yaitu vibrasi C-H tekukan (*bending*) pada 790 cm<sup>-1</sup>, vibrasi C-N tekukan (*bending*) pada 1114 cm<sup>-1</sup> dan bilangan gelombang 1562 cm<sup>-1</sup> dan 1474 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus quinoid dan benzoid. Gugus fungsi C=C yang terdapat pada PANI memiliki ikatan rangkap. Ikatan rangkap ini terkonjugasi dengan ikatan C-H, N-H, C-N pada PANI, membuat PANI menjadi polar. Hal ini karena masing-masing ikatan terkonjugasi ini memiliki keelektronegatifan yang berbeda. Keadaan ini menyebabkan PANI menjadi polimer elektrokonduktif (Susmita dan Muttaqin., 2013).

Spektra FTIR dari TiO<sub>2</sub> NWs/PANI Gambar 4.3 (b) mengonfirmasi pembentukan PANI pada permukaan TiO<sub>2</sub>, spektra menunjukkan intensitas puncak TiO<sub>2</sub> pada 768 cm<sup>-1</sup> berkurang dibandingkan dengan puncak yang sesuai dalam TiO<sub>2</sub> NWs/PANI, hal ini menunjukkan interaksi yang kuat antara PANI dan TiO<sub>2</sub>. Interaksi PANI yang baik dengan TiO<sub>2</sub> menghasilkan pelapisan nanopartikel dengan PANI karena adanya koordinasi antara N dari PANI dan TiO<sub>2</sub> (Zhang, dkk., 2006). Bilangan gelombang 3418 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya vibrasi OH regangan (*stretching*) dan NH regangan (*stretching*) serta vibrasi OH tekukan (*bending*) pada bilangan gelombang 1628 cm<sup>-1</sup>.



Karakterisasi XRD dilakukan untuk menentukan perubahan fasa struktur TiO<sub>2</sub> NWs dan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI. Hasil difraktogram XRD yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan struktur *anatase* JCPDS (No.01-071-1166). Berdasarkan difraktogram yang ditampilkan pada Gambar. 4.4 menunjukkan bahwa tidak ada perubahan yang signifikan antara puncak TiO<sub>2</sub> NWs dengan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI. Dalam morfologi NWs tidak menunjukkan terbentuknya pola difraksi baru setelah ditambahkan PANI, hal ini sesuai dengan penelitian Li, dkk., (2008).

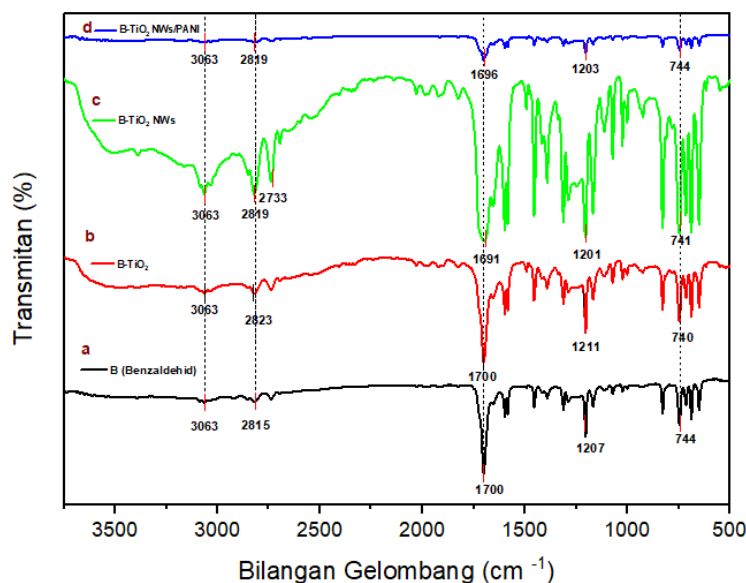


Gambar 4.4 Difraktogram hasil sintesis dari; (a) TiO<sub>2</sub> Komersil; (b) TiO<sub>2</sub> NWs; (c) TiO<sub>2</sub> NWs/PANI

Karakterisasi XRD menunjukkan puncak yang sesuai antara TiO<sub>2</sub> NWs, TiO<sub>2</sub> NWs/PANI, dan TiO<sub>2</sub> komersial pada  $2\theta$  37,8°, dan 48° dikonfirmasi oleh JCPDS (No.01-071-1166) dengan medan hkl (004), dan (200). Hal ini menunjukkan bahwa kristal yang terbentuk bersifat *anatase* sesuai dengan penelitian Fujishima dan Honda (1972). Puncak lain yang relevan muncul pada 53,8° (105) dan 83,1° (312). Tjahjanto dan Gunlazuardi., (2014) menunjukkan nilai  $\theta$  yang sama, yaitu identitas bentuk kristal *anatase* dan tidak ditemukan bentuk kristal *rutile*. Persen kristalinitas yang didapat dari TiO<sub>2</sub> komersial 57,1, TiO<sub>2</sub> NWs 27,3 dan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI 32,9. Dengan meningkatnya persentase TiO<sub>2</sub> sifat amorf menghilang dan menjadi lebih kuat.

Uji performa fotokatalis TiO<sub>2</sub> NWs dan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI dilakukan dengan percobaan mengoksidasi belzahdehid menjadi asam benzoat dengan disinari di bawah sinar UV selama 2 jam. Reaksi fotokatalis dimulai ketika lampu UV dinyalakan dengan panjang gelombang 365 nm. Selanjutnya sampel disentrifugasi untuk menghilangkan katalis dan dianalisis dengan FTIR (Gambar 4.5) untuk mengetahui gugus fungsi yang

terbentuk pada struktur senyawa. Spektre FTIR dari benzaldehid pada Gambar 4.5 a menunjukkan serapan C-H pada bilangan gelombang 2815  $\text{cm}^{-1}$  dan bilangan gelombang 1700  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi C=O regangan (*stretching*). Ikatan C=O merupakan ciri khas dari karbonil adalah salah satu spektre serapan yang dapat membedakan benzaldehid karena tidak dimiliki oleh  $\text{TiO}_2$  dan PANI.

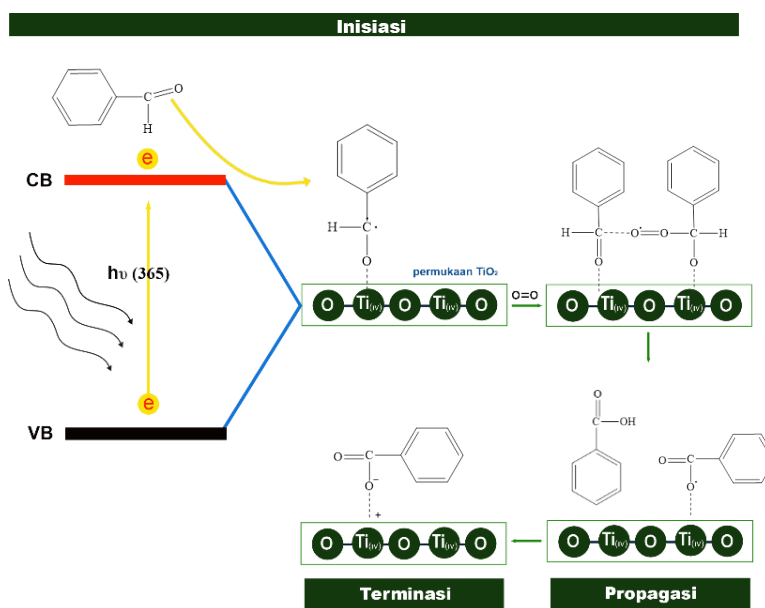


Gambar 4.5 Spektre FTIR hasil oksidasi dari; (a) Benzaldehid murni; (b) Benzaldehid- $\text{TiO}_2$ ; (c) Benzaldehid- $\text{TiO}_2$  NWs; (d) Benzaldehid-  $\text{TiO}_2$  NWs/PANI

Benzaldehid yang telah teroksidasi dengan katalis  $\text{TiO}_2$  komersial dan  $\text{TiO}_2$  NWs, mulai terlihat adanya serapan pada kisaran bilangan gelombang 3600-2500  $\text{cm}^{-1}$  (Gambar 4.5 b dan c) pada serapan tersebut terdapat gugus hidroksil yang memiliki ikatan dengan hidrogen. Pita serapan teramati pada bilangan gelombang 2823  $\text{cm}^{-1}$  dan 2819  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus -CO-H mengonfirmasi bahwa aldehid diubah menjadi asam. Dengan demikian, dapat ditunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  berhasil mengoksidasi benzaldehid. Namun, pada spektre  $\text{TiO}_2$  NWs/PANI (Gambar 4.5 d), pada bilangan gelombang di atas 2000  $\text{cm}^{-1}$  tidak menunjukkan serapan yang jelas, kemungkinan hal ini disebabkan karena PANI larut dalam benzaldehid, sehingga proses oksidasi tidak berjalan optimal.

Mekanisme reaksi oksidasi benzaldehid menjadi asam benzoat secara keseluruhan ditunjukkan pada Gambar 4.6 Mekanisme yang diusulkan adalah reaksi oksidasi radikal termasuk inisiasi, propagasi dan terminasi. Tahap inisiasi dimulai dengan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi  $\text{TiO}_2$ . Elektron aktif

diasumsikan bertabrakan dengan molekul benzaldehida teradsorpsi pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Kemudian molekul tersebut akan diubah menjadi molekul radikal benzaldehid yang diharapkan berikatan dengan molekul oksigen membentuk radikal oksigen benzaldehid. Tahap propagasi dimulai dengan kompleks radikal oksigen dari benzaldehid bertabrakan dengan molekul benzaldehid lainnya, menghasilkan asam benzoat dan radikal benzoat. Kemudian diakhiri dengan tahap terminasi, yaitu radikal benzoat, distabilkan dalam keadaan *hole*  $\text{TiO}_2$  menghasilkan ion benzoat



Gambar 4.6. Usulan Mekanisme Reaksi Oksidasi Benzaldehid menjadi Asam Benzoat.

## KESIMPULAN

1. Titanium (IV) oksida NWs dan Komposit  $\text{TiO}_2$  NWs/PANI berhasil disintesis menggunakan metode hidrotermal, dengan diameter 20-70 nm. Persen yield  $\text{TiO}_2$  NWs dan PANI yang diperoleh berturut-turut adalah 121,1 dan 106 %.
2. Puncak  $\text{TiO}_2$  yang khas terjadi pada serapan 700-950  $\text{cm}^{-1}$ . Polianilin (PANI) ditandai dengan adanya cincin benzoid dan quinoid dengan serapan pada 1562 dan 1474  $\text{cm}^{-1}$ .  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk adalah *anatase* berdsarakan pola XRD. Dan

ditemukan tidak ada perbedaan difraksi yang khas antara TiO<sub>2</sub> NWs dengan TiO<sub>2</sub> NWs/PANI.

3. Performa TiO<sub>2</sub> NWs/PANI menunjukkan aktivitas fotokatalis yang kurang baik dalam mengoksidasi benzaldehid dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> NWs menunjukkan hasil yang lebih tinggi dalam oksidasi benzaldehid di bawah sinar UV dengan panjang gelombang 365 nm. Hal ini dapat dikarenakan PANI larut dalam benzaldehid.

## DAFTAR PUSTAKA

- Azimi, H.R., Ghoranneviss, M., Elahi, S.M., dan Yousefi, R. (2016). Photovoltaic and UV Detector Applications Of ZnS/Rgo Nanocomposites Synthesized by A Green Method. *Ceramics International*, 42(12), 14094-14099. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.06.018.
- Bhadra, S., Khastgir, D., Singha, N.K., dan Lee, J.H. (2009). Progress in Preparation, Processing and Applications Of Polyaniline. *Progress in Polymer Science (Oxford)*, 34(8), 783–810. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2009.04.003.
- Bingham, S., dan Daoud, W.A. (2011). Recent Advances in Making Nano-Sized TiO<sub>2</sub> Visible-Light Active Through Rare-Earth Metal Doping. *Journal of Materials Chemistry*, 21(7), 2041–2050. DOI: 10.1039/c0jm02271c.
- Devi, S.M., Nivetha, A., dan Prabha, I. (2020). Role of Citric Acid/Glycine-Reinforced Nanometal Oxide for the Enhancement of Physio-chemical Specifications in Catalytic Properties. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 33(12), 3893–3901. DOI: 10.1007/s10948-020-05607-x.
- Fujishima, A., dan Honda. K. (1972). Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 283(37-38).
- Hoffmann, N. (2015). Photocatalysis with TiO<sub>2</sub> Applied to Organic Synthesis. *Australian Journal of Chemistry*, 68(11), 1621–1639. DOI: 10.1071/CH15322.
- Hu, J.S., Ren, L.L., Guo, Y.G., Liang, H.P., Cao, A.M., Wan, L.J., dan Bai, C.L. (2005). Mass Production and High Photocatalytic Activity of ZnS Nano porous Nanoparticles. *Angewandte Chemie*, 117(8), 1295–1299. DOI: 10.1002/ange.200462057.
- Jangid, N.K., Jadoun, S., Yadav, A., Srivastava, M., dan Kaur, N. (2021). Polyaniline TiO<sub>2</sub> Based Photocatalysts for Dyes Degradation. In *Polymer Bulletin* 78(8). DOI: 10.1007/s00289-020-03318-w.
- Khatoun, A., Mohd Khalid, F.M. (2008). Preparation and Electroanalytical Characterization of Polyaniline: Polyacrylonitrile Composite Films Atika. *Journal of Applied Polymer Science*, 108, 3769–3780. DOI: 10.1002/app.
- Kongsong, P., Sikong, L., Niyomas, S., dan Rachpech, V. (2014). Photocatalytic Antibacterial Performance of Glass Fibers thin Film Coated with N-doped SnO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>. *The Scientific World Journal*, 2014. DOI: 10.1155/2014/869706.

- Kumar, A., Madaria, A.R., dan Zhou, C. (2010). Growth of Aligned Single-Crystalline Rutile TiO<sub>2</sub> Nanowires on Arbitrary Substrates and Their Application in Dye-Sensitized Solar Cells. *J. Phys. Chem*, 114(17).
- Lai, J., Yi, Y., Zhu, P., Shen, J., Wu, K., Zhang, L., dan Liu, J. (2016). Polyaniline-based Glucose Biosensor: A review. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 782, 138–153. DOI:10.1016/j.jelechem.2016.10.033.
- Li, G., Zou, B., dan Feng, S. (2020). Synthesis of N-Doped TiO<sub>2</sub> with Good Photocatalytic Property. *Phys B Condens Matter*, 588. DOI: 10.1016/j.physb. 2020.412184.
- Li, X., Wang, D., Cheng, G., Luo, Q., An, J., dan Wang, Y. (2008). Preparation of Polyaniline-modified TiO<sub>2</sub> Nanoparticles and Their Photocatalytic Activity under Visible Light Illumination. *Applied Catalysis B: Environmental*, 81(3–4), 267–273. DOI: 10.1016/j.apcatb.2007.12.022.
- Li, Y., Wang, W., Qiu, X., Song, L., Meyer, H.M., Paranthaman, M.P., Eres, G., Zhang, Z., dan Gu, B. (2011). Comparing Cr, and N only Doping with (Cr, N)-Codoping for Enhancing Visible light Reactivity of TiO<sub>2</sub>. *Applied Catalysis B:Environmental*, 110,148–153. DOI: 10.1016/j.apcatb.2011.08.0 37.
- Liang, H.C, dan Li, X.Z. (2009). Visible-induced Photocatalytic Reactivity of Polymer-Sensitized Titania Nanotube Films. *Applied Catalysis B:Environ mental*, 86(1–2), 8–17. DOI: 10.1016/j.apcatb.2008.07.015.
- Min, S., Wang, F., dan Han, Y. (2007). An investigation on Synthesis and Photocatalytic Activity of Polyaniline Sensitized Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> Composites. *Journal of Materials Science*, 42(24), 9966–9972. DOI: 10.1007 /s10853-007-2074-z.
- Minella, M., Sordello, F., dan Minero, C. (2017). Photocatalytic Process in TiO<sub>2</sub>/Graphene Hybrid Materials. Evidence of Charge Separation by Electron Transfer from Reduced Graphene Oxide to TiO<sub>2</sub>. *Catalysis Today*, 281,29–37. DOI: 10.1016/j.cattod.2016.03.040.
- Pan, X., Zhao, Y., Liu, S., Korzeniewski, C.L., Wang, S., dan Fan, Z. (2012). Comparing Graphene-TiO<sub>2</sub> Nanowire and Graphene-TiO<sub>2</sub> Nanoparticle Composite Photocatalysts. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 4(8), 3944–3950. DOI: 10.1021/am300772t.
- Prawithasari, R.E., Ilma F., Mudjijono, Teguh E.S., dan Dwidjono H.D. (2015). Aktivitas Fotokatalis Nano TiO<sub>2</sub> Terdukung Pada Membran Selulosa Asetat/Nata De Coco (CA/NDC) dalam Reaksi Fotodegradasi Metilen Biru. *ALCHEMY jurnal penelitian kimia*, 11(1).90-101.
- Rahman, K.H., dan Kar, A.K. (2020). Titanium- dioxide (TiO<sub>2</sub>) Concentration Dependent Optical and Morphological Properties of PANI-TiO<sub>2</sub> Nano composite. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 105. DOI: 10. 1016/j.mssp.2019.104745.
- Rahmat, S.T., Tan, W.K., Kawamura, G., Matsuda, A., dan Lockman, Z. (2020). Synthesis of Rutile TiO<sub>2</sub> nanowires by Thermal Oxidation of Titanium in the Presence of KOH and Their Ability to Photoreduce Cr(VI) ions. *J Alloys Compd*. DOI:10.1016/j.jallcom.2019.152094.
- Richard, Y., dan Widodo, D.S. (2014). Elektropolimerisasi Anilin secara Potensiostatik dengan Penambahan Dopan. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 17(1), 12–16. DOI: 10.14710/jksa.17.1.12-16.
- Serhan, M., Sprowls, M., Jackemeyer, D., Long, M., Perez, I. D., Maret, W., Tao, N., dan Forzani, E. (2019). A Review of One-dimensional TiO<sub>2</sub> Nano structured Materials for Environmental and Energy Applications. *Journal of Chemistry A*, 1-3. DOI: 10.1039.
- Shirakawa, H., Louis, E.J., MacDiarmid, A.G., Chiang, C.K., dan Heeger, A.J. (1977). Synthesis of

- Electrically Conducting Organic Polymers: Halogen Derivatives of Polyacetylene, (CH)<sub>x</sub>. *Journal of the Chemical Society, Chemical Communications*, 16, 578–580. DOI: 10.1039/C397700 00578.
- Shivaraju, H., Byrappa, K., Kumar, T.M.S.V., dan Ranganathaiah, C. (2010). Hydrothermal Synthesis and Characterization of TiO<sub>2</sub> Nanostructures on the Ceramic Support and their Photo-catalysis Performance. *Bulletin of the Catalysis Society of India*, 9, 37–50.
- Soler, I.G.J.D.A.A., Louis, A., dan Sanchez, C. (2002). Synthesis and Characterization of Mesostructured Titania-Based Materials through Evaporation-Induced Self-assembly. *Chemistry of Materials*, 14(2), 750–759. DOI: 10.1021/cm011217a.
- Susmita, R., dan Muttaqin, A. (2013). Analisis Sifat Listrik Komposit Polianilin (PANI) Terhadap Penambahan Bottom Ash Sebagai Elektroda Super kapasitor *Jurnal Fisika Unand*, 2(2), 107–113.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J. (2014). Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis : Keterkaitan antara Ketebalan Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis:Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 5(2).81–91.
- Vaiano, V., Sacco, O., Sannino, D., dan Ciambelli, P. (2015). Process Intensification in the Removal of Organic Pollutants from Wastewater Using innovative Photocatalysts Obtained Coupling Zinc Sulfide Based Phosphors with Nitrogen Doped Semiconductors. *Journal of Cleaner Production*, 100. 208–211. DOI: 10.1016/j.jclepro.2015.03.041.
- Wu, H. Bin, H.H., dan Lou, X.W.D. (2012). Direct synthesis of Anatase TiO<sub>2</sub> Nanowires with Enhanced Photocatalytic Activity. *Advanced Materials*, 24(19), 2567–2571. DOI: 10.1002/adma.201200564.
- Youssef, A.M., Malhat, F.M., dan Abd El-Hakim, A.E.F.A. (2013). Preparation and Utilization of Polystyrene Nanocomposites Based on TiO<sub>2</sub> Nanowires. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52(3), 228–235. DOI: 10.1080/03602559.2012.735311.
- Yu, Q.Z., Wang, M., Chen, H.Z., dan Dai, Z.W. (2011). Polyaniline Nanowires on TiO<sub>2</sub> Nano/Microfiber Hierarchical Nano/Microstructures: Preparation and Their Photocatalytic Properties. *Materials Chemistry and Physics*, 129(1–2), 666–672. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2011.05.012.
- Zaleska, A. (2008). Doped-TiO<sub>2</sub>: A Review. *Recent Patents on Engineering*, 2(3), 157–164. DOI: 10.2174/187221208786306289.
- Zhang, L., Liu, P., dan Su, Z. (2006). Preparation of PANI-TiO<sub>2</sub> Nanocomposites and Their Solid-phase Photocatalytic Degradation. *Polymer Degradation and Stability*, 91(9), 2213–2219. DOI: 10.1016/j.polymdegradstab.2006.01.002.