

## **Analisa Gugus Fungsi Titanium Dioksida Nanotube dari Hasil Ekstraksi Pasir Mineral Tulungagung**

Istiqomah<sup>1</sup>, Lydia Rohmawati<sup>2</sup>, Woro Setyarsih<sup>3</sup>, Ajeng Hefdea<sup>4</sup>, Entang Wulanchayani<sup>5</sup>

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya Istiqomah<sup>1</sup>

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya Lydia Rohmawati<sup>2</sup>

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya Woro Styarsih<sup>3</sup>

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya Ajeng Hefdea<sup>4</sup>

Universitas Negeri Surabaya, Jl. Ketintang, Surabaya Entang Wulanchayani<sup>5</sup>

*E-mail:* Lydiarohmawati@unesa.ac.id

**Abstrak:** Pasir mineral merupakan salah satu sumber daya alam yang ketersediaannya sangat melimpah di Indonesia khususnya di Tulungagung. Namun hingga saat ini pasir mineral hanya dimanfaatkan sebagai bahan bangunan. Oleh karena itu tujuan dari penelitian ini adalah mengekstraksi titanium dioksida nanotube (TDN) dari pasir mineral Tulungagung menggunakan metode hidrotermal. Ekstraksi dilakukan dengan proses separasi magnetik hingga mendapatkan serbuk magnetik yang selanjutnya dilarutkan dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan divacuum pump. Hasilnya berupa filtrat yang dinetralkan menggunakan aquades untuk membentuk endapan TiO<sub>2</sub>. Endapan TiO<sub>2</sub> tersebut dikalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam. Kemudian dilakukan proses hidrotermal untuk mendapatkan TDN dengan melarutkan TiO<sub>2</sub> dan NaOH, dimana larutan yang terbentuk dimasukkan ke dalam autoclave dan di oven selama 24 jam. Selanjutnya larutan tersebut dinetralkan menggunakan HCl dan aquades hingga netral dan terbentuk endapan putih. Endapan yang didapatkan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam. Setelah itu dilakukan karakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam TiO<sub>2</sub> dan TDN. Hasil analisis menunjukkan bahwa terdapat vibrasi ikatan O-H pada bilangan gelombang 3398,69 cm<sup>-1</sup>, Ti-O-Ti pada bilangan gelombang 424,58-898,86 cm<sup>-1</sup> dan pada bilangan gelombang 167,97 cm<sup>-1</sup> terdapat ikatan Ti-OH.

**Kata kunci:** Pasir Mineral Tulungagung, Hidrotermal, Titanium Dioksida Nanotube

**Abstract:** Mineral sand is a natural resource which is very abundant in Indonesia, especially in Tulungagung. But mineral sand has been only used as building material. Therefore the purpose of this study is to extract titanium dioxide nanotubes (TDN) from the Tulungagung mineral sand using the hydrothermal method. Extraction is carried out by magnetic separation process to get magnetic powder which is then dissolved in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and vacuum pump. The result is a filtrate that neutralized using aquades to form TiO<sub>2</sub> precipitate. The TiO<sub>2</sub> precipitate was calcined at 500 ° C for 2 hours. Then the hydrothermal process is carried out to obtain TDN by dissolving TiO<sub>2</sub> and NaOH, where the formed solution is put into the autoclave and oven for 24 hours. Then the solution is neutralized using HCl and distilled water until neutral and formed white precipitate. The precipitate was calcined at 600 ° C for 2 hours. After that FTIR characterization was carried out to determine the functional groups contained in TiO<sub>2</sub> and TDN. The analysis shows that there is an OH bond at the wave number 3398.69 cm<sup>-1</sup>, Ti-O-Ti at the wave number 424.58-898.86 cm<sup>-1</sup> and at the wave number 167.97 cm<sup>-1</sup> there is a relation of Ti-OH .

**Keywords:** Tulungagung Mineral Sand, Leaching, Titanium Dioxide Anatase.

## PENDAHULUAN

Salah satu material yang menarik di era penelitian bidang nanoteknologi adalah titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ). Kajian tentang  $\text{TiO}_2$  nanotube telah menarik banyak peneliti untuk mengembangkannya dalam berbagai aplikasi seperti mengurangi polutan karena sifat fotokatalisnya. Sifat fotokatalis suatu material dipengaruhi oleh morfologinya. Semakin besar luas permukaan suatu material maka sifat fotokatalisnya semakin baik. Luas permukaan suatu material akan semakin besar jika bentuk partikelnya mendekati tube meskipun tetap berukuran nano (Chen, dkk., 2003).  $\text{TiO}_2$  nanotube telah diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti panel surya (Mor, dkk., 2006), sensor (Varghese, dkk., 2003), filter air (Park, dkk., 2006), dan obat-obatan (Kasuga, dkk., 2006). Beberapa metode telah ditemukan untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  nanotube (TDN) seperti metode template (Liu, dkk., 2002), hidrotermal (Kasuga, dkk., 1998) dan anodisasi (Ruan, dkk., 2005). Diantara ketiga metode tersebut, metode yang paling banyak digunakan adalah metode hidrotermal karena tidak membutuhkan biaya yang mahal. Metode hidrotermal dilakukan dengan melarutkan  $\text{TiO}_2$  kedalam larutan NaOH. Diameter tube yang didapatkan tergolong cukup kecil yaitu kurang dari 50 nm sehingga dapat digunakan sebagai fotokatalis yang baik (Bavykin, dkk., 2006). Penelitian oleh Dicastilo dkk (2018) berhasil melakukan sintesis TDN dengan metode hidrotermal yang dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$ . TDN yang didapatkan memiliki diameter tube sebesar 19-22 nm. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya vibrasi gugus O-H pada bilangan gelombang  $3443\text{ cm}^{-1}$  dan ikatan Ti-OH pada bilangan gelombang  $1639\text{ cm}^{-1}$  serta ikatan Ti-O-Ti pada rentang bilangan gelombang 400 hingga  $800\text{ cm}^{-1}$ .

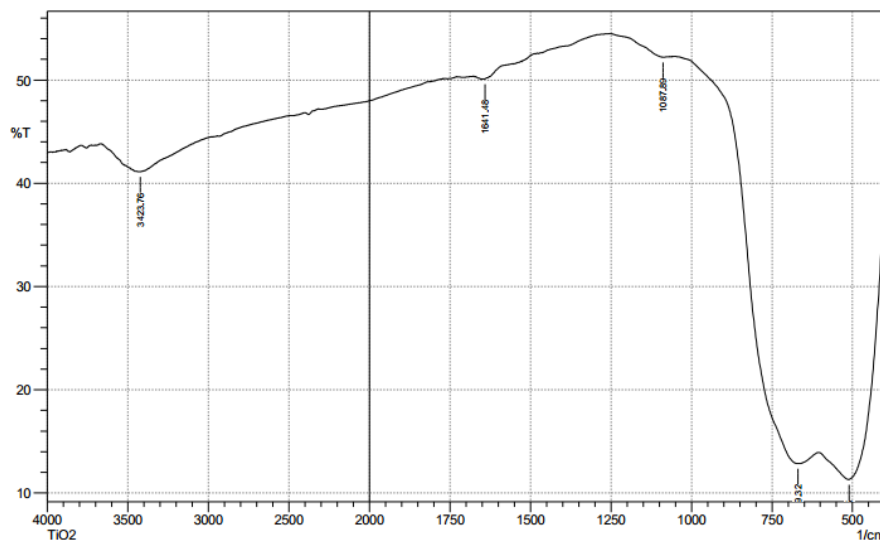
Titanium dioksida yang digunakan dapat berasal dari bahan fabrikasi, sintesis dengan beberapa bahan menggunakan metode tertentu maupun dengan cara ekstraksi dari bahan alam seperti pasir mineral. Pasir mineral tersebar luas di Indonesia khususnya di pulau Jawa bagian utara dan selatan (Iftitah, dkk., 2018). Unsur utama yang dimiliki oleh pasir mineral adalah Fe dan Ti yang berikatan membentuk senyawa ( $\text{FeTiO}_3$ ), *hematite* ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan *magnetite* ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Setiawati, dkk., 2013). Senyawa yang bisa dimanfaatkan sebagai bahan ekstraksi  $\text{TiO}_2$  adalah *ilmenite*. Salah satu daerah yang memiliki pasir mineral berlimpah adalah Tulungagung, Jawa Timur sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai penghasil titanium dioksida. Kadar titanium dioksida yang dimiliki oleh pasir mineral Tulungagung adalah sebesar 18,5% (Mukti, 2013). Berdasarkan penelitian sebelumnya maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis TDN dengan menggunakan metode hidrotermal.  $\text{TiO}_2$  yang digunakan didapatkan dari hasil ekstraksi pasir mineral Tulungagung. Selanjutnya TDN dikalsinasi pada suhu  $600^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan dikarakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsinya. Hasil yang diharapkan dari penelitian ini adalah mendapatkan gugus fungsi yang sama dengan referensi yang telah ada saat ini.

## METODE

Pasir mineral Tulungagung dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan dan diseparasi magnet hingga didapatkan pasir mineral magnetik dan pasir mineral non magnetik. Pasir magnetik dihaluskan hingga lolos ayakan 200 mesh. Serbuk magnetik diseparasi kembali untuk mendapatkan serbuk pasir mineral magnetik. Selanjutnya serbuk pasir mineral

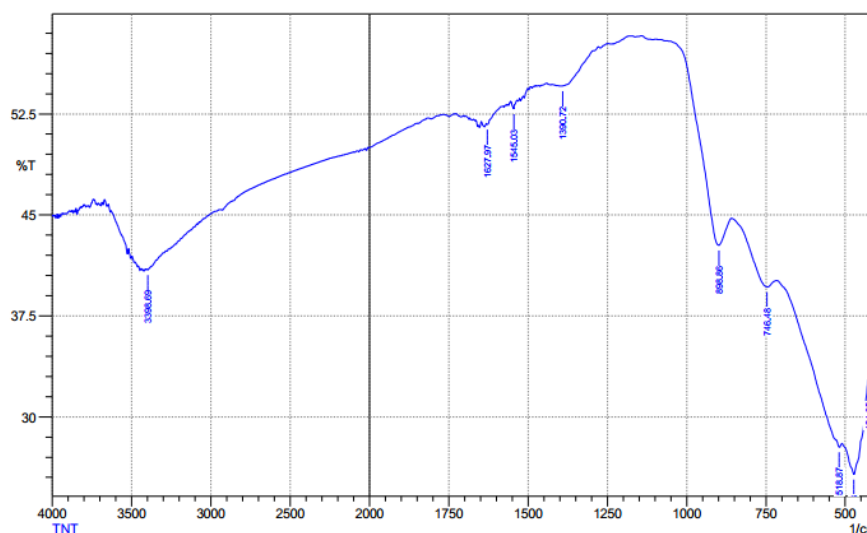
magnetik dilarutkan ke dalam larutan  $H_2SO_4$  dan distirer pada suhu  $120^\circ C$  hingga terbentuk *slurry*. *Slurry* yang didapatkan divacuum pump untuk memisahkan endapan dan filtrat. Kemudian filtrat dinetralkan dengan menambahkan aquades dan dipanaskan pada suhu  $200^\circ C$  hingga terbentuk endapan  $TiO_2$ . Endapan  $TiO_2$  tersebut dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan.  $TiO_2$  yang telah kering dikalsinasi pada suhu  $500^\circ C$  selama 2 jam.  $TiO_2$  yang didapatkan kemudian dilarutkan ke dalam NaOH dan diautoclave selama 24 jam. Endapan yang terbentuk dikeringkan menggunakan oven kemudian dikalsinasi pada suhu  $600^\circ C$  selama 2 jam. Selanjutnya  $TiO_2$  dan TDN dikarakterisasi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat di dalam sampel. Hasil karakterisasi selanjutnya dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk pada bilangan gelombang tertentu.

## HASIL



**Gambar 1. Hasil Karakterisasi FTIR Titanium Dioksida**

Hasil karakterisasi FTIR  $TiO_2$  ditunjukkan pada Gambar 1. Karakterisasi FTIR dilakukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah pada rentang nilai angka gelombang  $400-4000\text{ cm}^{-1}$ .



**Gambar 1. Hasil Karakterisasi FTIR Titanium Dioksida Nanotube (TDN)**

**Tabel 1. Bilangan gelombang karakteristik hasil karakterisasi FTIR TDN (Dicastilo *et al.*, 2018)**

| Gugus Fungsi | Bilangan Gelombang Referensi (cm <sup>-1</sup> ) | Bilangan Gelombang Eksperimen (cm <sup>-1</sup> ) |
|--------------|--|---|
| O-H          | 3443   | 3398,69   |
| Ti-OH        | 1639   | 167,97  |
| Ti-O-Ti      | 800-400  | 424,58-898,86                                     |

## PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi FTIR TiO<sub>2</sub> pada Gambar 1 menunjukkan bahwa terdapat vibrasi atom Ti-O-O pada bilangan gelombang 511,15 cm<sup>-1</sup>, pada bilangan gelombang 669,32 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi atom Ti-O, dan terdapat regangan O-C-O pada bilangan gelombang 1087,89 cm<sup>-1</sup> (Listianti, dkk., 2018). Pada bilangan gelombang 1641,48 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi ikatan grup O-H. Sementara itu vibrasi O-H. Hal ini sesuai dengan hasil karakterisasi FTIR pada penelitian sebelumnya, dimana dapat diketahui bahwa pada angka gelombang 400-850 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi Ti-O (Kaur, dkk., 2014), terdapat vibrasi Ti-O pada bilangan gelombang 633 cm<sup>-1</sup> dan 732 cm<sup>-1</sup>, pada bilangan gelombang 1052 cm<sup>-1</sup> terdapat regangan O-C-O (Molea & Popescu 2011), pada bilangan gelombang 1630-1640 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi ikatan grup O-H akibat adanya penyerapan air dan pada bilangan gelombang 3443 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi O-H terkait dengan atom titanium (Ti-OH) (Kongsong, dkk., 2014).

Berdasarkan Tabel 1 maka dapat diketahui bahwa pada saat TiO<sub>2</sub> diubah menjadi TDN terdapat beberapa ikatan yang hilang dari TiO<sub>2</sub> seperti Ti-O-O dan O-C-O. Selain itu terdapat peningkatan transmitansi pada bilangan gelombang 167,97 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan adanya ikatan Ti-OH pada sampel TDN. Hal ini disebabkan oleh adanya NaOH pada proses sintesis TDN (Nguyen, 2018; Li, dkk., 2005)).

## SIMPULAN DAN SARAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat diketahui bahwa titanium dioksida hasil ekstraksi pasir mineral Tulungagung dapat diubah menjadi bentuk nanotube (TDN) menggunakan metode hidrotermal. Hasil analisis menunjukkan bahwa terdapat gugus baru yang terbentuk pada sampel TDN yaitu Ti-OH dengan bilangan gelombang  $167,97\text{ cm}^{-1}$  akibat perlakuan NaOH pada saat proses sintesis. Diharapkan pada penelitian selanjutnya mampu melakukan karakterisasi SEM untuk mengetahui morfologi TDN yang terbentuk.

## DAFTAR RUJUKAN

- Bavykin, D.V., Friedrich, J.M., Walsh, F.C.2006. Protonated Titanates And  $\text{TiO}_2$  Nanostructured Materials: Synthesis, Properties And Applications, *Adv. Mater.* 18 , pp. 2807–2824.
- Chen, Y.F., Lee, C.Y., Yeng, M.Y., Chiu, H.T.2003. Preparing titanium dioxide with various morphologies. *Mater. Chem. Phys.* 81, pp. 39-44.
- Dicastillo, C.L.D., Patino, C., Galotto, M.J., Palma, J.L., Alburquenquen, D., Escrig, J.2018. Novel Antimicrobial Titanium Dioxide Nanotubes Obtained through a Combination of Atomic Layer Deposition and Electrospinning Technologies. *Nanomaterials*.128.1-17
- Iftitah, Ajeng., Istiqomah dan Mufida, Rahayu. 2018. Sintesis Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Dari Pasir Besi Pesisir Tulungagung Dengan Proses Leaching/Hidrometalurgi. *PPM*, (34), 788-793.
- Kasuga, T.2006. Formation Of Titanium Oxide Nanotubes Using Chemical Treatments And Their Characteristic Properties Thin Solid Films. *Langmuir* 496, pp. 141–145.
- Kasuga, T., Hiramatsu, M., Hoson, A., Sekino, T., Niihara, K.1998. Formation Of Titanium Oxide Nanotube, *Langmuir* 14, pp. 3160–3163.
- Kaur, M dan Verma, N.K.2014.  $\text{CaCO}_3/\text{TiO}_2$  Nanoparticles Based Dye Sensitized Solar Cell. *J.Mater. Sci. Technol.*, vol. 30, no. 4, pp. 328–334.
- Kongsong, P., Sikong, L., Niyomwas, S., Rachpech, V.2014. Photocatalytic Antibacterial Performance of Glass Fibers Thin Film Coated with N-Doped  $\text{SnO}_2/\text{TiO}_2$ . *Sci. World J.*, vol.2014, pp. 1–9
- Li, G., Li, L., Goates, J.B., Woodfield, B.F.2005. High Purity Anatase  $\text{TiO}_2$  Nanocrystals: Near Room-Temperature Synthesis, Grain Growth Kinetics, and Surface Hydration *Chemistry. J. Am. Chem. Soc.* 127, 8659-8666.
- Listianti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., Sunaryono, S.2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano  $\text{TiO}_2$  Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *JPSE (Journal of Physical Science and Engineering)*, Vol. 3, No. 1, 2018, Page 8 – 15
- Liu, S.M., Gan, L.M., Liu, L.H., Zhang, W.D., Zheng, H.C.2002. Synthesis Of Single-Crystalline  $\text{TiO}_2$  Nanotubes, *Chem. Mater.* 14 (2002), pp. 1391–1397.
- Molea, A dan Poescu, V.2011. The Obtaining Of Titanium Dioxide Nanocrystalline Powders. *Optoelectron. Adv. Mater. – RAPID Commun.*, vol. 5, no. 3, pp. 242–246, 16
- Mor, G.K., Shankar, K., Paulose, M., Varghese, O.K., Grimes, C.K.2006. Use Of Highly-Ordered  $\text{TiO}_2$  Nanotube Arrays In Dye-Sensitized Solar Cells. *Nano Lett.* 2, pp. 215–218.

## Prosiding

Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya (SNKP) 2019

Malang, 03 November 2019

---

- Mukti, L. A. 2013. Ekstraksi  $\text{TiO}_2$  Berbasis Pasir Kabupaten Tulungagung melalui Proses Magnetic Separation dan Leaching  $\text{H}_2\text{SO}_4$  serta Karakterisasi Konstanta Dielektrik. *Skripsi*. Universitas Negeri Malang
- Nguyen, T.D.H., Nong, T.T., Nguyen, V.Q., Nguyen, T.Q., Le, Q.T.2018. Investigation On The Storage Of Benzotriazole Corrosion Inhibitor In  $\text{TiO}_2$  Nanotube. *Nanotechnol.*9.1-7.
- Park, J.H., Kim, S., Bard, A.J.2006. Novel Carbon-Doped  $\text{TiO}_2$  Nanotube Arrays With High Aspect Ratios For Efficient Solar Water Splitting. *Nano Lett.* 6, pp. 24–28.
- Ruan, C., Paulose, M., Varghese, O.K., Mor, G.K., Grimes, C.A.2005. Fabrication Of Highly Ordered  $\text{TiO}_2$  Nanotube Arrays Using An Organic Electrolyte. *J. Phys. Chem. B* 109,pp. 5754–5759.
- Setiawati, L. D., Rahman, T. P., Nugroho, D. W., Nofrizal, Ikono, R., Suryandaru, Rochman, N. T. 2013. Ekstraksi Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dari Pasir Besi dengan Metode Hidrometalurgi. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*.
- Varghese, O.K., Gong, D., Paulose, M., Ong, K.G., Grimes, C.A.,2003.Hydrogen Sensing Using Titania Nanotubes, *Sensors Actuat.* B 93, pp. 338–344.