

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPORI TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/KITOSAN  
DENGAN PENAMBAHAN SURFAKTAN DTAB**

**SKRIPSI SARJANA KIMIA**



**Oleh**

**STEFANI KRISTA**

**BP : 0910412029**

**JURUSAN S1 KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG  
2013**

## DAFTAR ISI

|   |             |
|---|-------------|
| <b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>                                  | <b>i</b>    |
| <b>INTISARI.....</b>  | <b>ii</b>   |
| <b>ABSTRACT.....</b>  | <b>iii</b>  |
| <b>KATA PENGANTAR.....</b>                                      | <b>iv</b>   |
| <b>DAFTAR ISI.....</b>  | <b>v</b>    |
| <b>DAFTAR GAMBAR.....</b>                                       | <b>vii</b>  |
| <b>DAFTAR TABEL.....</b>  | <b>viii</b> |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN.....</b>                                     | <b>ix</b>   |
| <b>BAB I PENDAHULUAN</b>  |             |
| 1.1 Latar belakang.....   | 1           |
| 1.2 Rumusan masalah.....  | 2           |
| 1.3 Tujuan penelitian.....                                      | 3           |
| 1.4 Manfaat penelitian.....                                     | 3           |
| <b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>                                  |             |
| 2.1 Titania (TiO <sub>2</sub> ).....                            | 4           |
| 2.2 Silika (SiO <sub>2</sub> ).....                             | 6           |
| 2.3 Kitosan.....  | 7           |
| 2.4 Surfaktan DTAB.....   | 10          |
| 2.5 Metoda Sol-Gel.....   | 10          |
| <b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>                            |             |
| 3.1 Waktu dan tempat penelitian.....                            | 13          |
| 3.2 Bahan kimia, peralatan, dan instrumentasi.....              | 13          |
| 3.3 Prosedur Kerja  |             |
| 3.3.1 Sintesis TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> .....         | 13          |
| 3.3.2 Sintesis TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan..... | 14          |

## **BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

|  |    |
|--|----|
| 4.1 Pengamatan Sifat Fisik Sampel.....         | 15 |
| 4.2 Analisis XRD.....                          | 16 |
| 4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Surfaktan DTAB..... | 18 |
| 4.2.2 Pengaruh Perbandingan Ti dan Si.....     | 19 |
| 4.2.3 Pengaruh Lama Kalsinasi.....             | 20 |
| 4.3 Analisis SEM-EDX.....                      | 22 |
| 4.4 Analisis FTIR.....                         | 26 |

## **BAB V KESIMPULAN DAN SARAN**

|                            |           |
|----------------------------|-----------|
| 5.1 Kesimpulan.....        | 32        |
| 5.2 Saran.....             | 32        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA.....</b> | <b>33</b> |

## **LAMPIRAN**

## DAFTAR GAMBAR

|                       |   |    |
|-----------------------|---|----|
| <b>Gambar 2.1.1</b>   | : Mekanisme reaksi fotokatalisis TiO <sub>2</sub> .....   | 4  |
| <b>Gambar 2.1.2</b>   | : Struktur TiO <sub>2</sub> (a) anatase (b) rutil.....  | 5  |
| <b>Gambar 2.3.1.1</b> | : Struktur kitin.....   | 8  |
| <b>Gambar 2.3.1.2</b> | : Struktur kitosan.....   | 8  |
| <b>Gambar 2.3.1.3</b> | : (a)unit glukosaamina (b)asetilglukosaamina dari kitosan..   | 8  |
| <b>Gambar 2.3.2.1</b> | : Mekanisme Reaksi TiO <sub>2</sub> dan Kitosan.....  | 9  |
| <b>Gambar 2.5.1</b>   | : Gambaran Umum Proses Sol-Gel .....  | 12 |
| <b>Gambar 4.2</b>     | : Pola XRD dari kontrol dan TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> /kitosan-2.....  | 17 |
| <b>Gambar 4.2.1</b>   | :Pola XRD TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan variasi surfaktan DTAB.. .....  | 18 |
| <b>Gambar 4.2.2</b>   | : Pola XRD TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan variasi Ti:Si.....   | 19 |
| <b>Gambar 4.2.3</b>   | : Pola XRD TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan variasi waktu kalsinasi.....   | 21 |
| <b>Gambar 4.3</b>     | : Analisis SEM dari TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> dengan perbesaran 20.000x..  | 22 |
| <b>Gambar 4.3.1</b>   | : Analisis SEM kontrol TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> (Ti:Si = 1:1 dan 2:1)<br>dengan penambahan surfaktan DTAB 20%.....  | 23 |
| <b>Gambar 4.3.2</b>   | : Analisis SEM TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan variasi waktu kalsinasi..  | 23 |
| <b>Gambar 4.3.3</b>   | : Analisis EDX dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> (b) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-2<br>dengan penambahan DTAB 10%.....   | 24 |
| <b>Gambar 4.3.4</b>   | : Analisis EDX dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> (1:1) (b) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> (2:1)<br>dengan penambahan DTAB 20%.....  | 25 |
| <b>Gambar 4.3.5</b>   | : Analisis EDX dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-2 dan<br>(b) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-3.....   | 26 |
| <b>Gambar 4.4</b>     | : Spektrum FTIR dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> (b) TiO <sub>2</sub> SiO <sub>2</sub> /kitosan-2<br>dengan penambahan DTAB 10%.....   | 27 |
| <b>Gambar 4.4.1</b>   | : Spektrum FTIR dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-1 (1:1) (b) TiO <sub>2</sub> -<br>SiO <sub>2</sub> /kitosan-2 (2:1).....   | 28 |
| <b>Gambar 4.4.2</b>   | : Spektrum FTIR dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-2 kalsinasi 3 jam<br>(b) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-3 kalsinasi 5 jam.....  | 29 |
| <b>Gambar 4.4.3</b>   | : Spektrum FTIR dari (a) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-2 DTAB 10%<br>(b) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-4 DTAB 20% (c) TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan-5<br>DTAB<br>30%..... | 30 |

## DAFTAR TABEL

|  |    |
|--|----|
| <b>Tabel 4.1:</b> Pengamatan Sifat Fisik Sampel..... | 15 |
|--|----|

## DAFTAR LAMPIRAN

|   |    |
|---|----|
| <b>Lampiran 1:</b> Skema Kerja Sintesis TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /Kitosan.....                              | 37 |
| <b>Lampiran 2:</b> Dasar-Dasar Perhitungan Dalam Penelitian.....  | 38 |
| <b>Lampiran 3:</b> JCPDS TiO <sub>2</sub> Anatase.....  | 41 |
| <b>Lampiran 4:</b> Perhitungan Ukuran Kristal TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /Kitosan dengan Metoda Scherrer..... | 44 |
| <b>Lampiran 5:</b> Spektrum FTIR TiO <sub>2</sub> -SiO <sub>2</sub> /kitosan Berbagai Variasi....                     | 45 |

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Titania ( $\text{TiO}_2$ ) dengan struktur kristal anatase, ukuran nano, dan luas permukaan besar secara luas lebih banyak digunakan untuk berbagai aplikasi. Struktur kristal dan morfologi permukaan dari titania merupakan faktor penting untuk aplikasi spesifik, seperti katalis. Titania tipe anatase memberikan aktivitas katalitik yang tinggi, terutama untuk dekomposisi dari polutan-polutan organik di lingkungan, seperti zat warna dan mikroorganisma<sup>(1)</sup>. Untuk meningkatkan kinerja dari titania sebagai katalis, telah dilakukan berbagai modifikasi proses, antara lain pengaturan kondisi sintesis dan penambahan senyawa-senyawa tertentu.

Silika ( $\text{SiO}_2$ ) merupakan oksida logam yang memiliki sifat mekanik baik, porositas tinggi, kestabilan panas, dan daya dispersi yang besar terhadap titania<sup>(2)</sup>. Oleh karena itu, silika digunakan sebagai material pendukung pada titania, sehingga diharapkan dapat meningkatkan kinerja titania sebagai fotokatalis sesuai dengan salah satu tujuan dari penelitian ini, yaitu untuk diaplikasikan sebagai bahan antimikroba, ketika *dicoating* pada kain katun.

Disamping itu, dilakukan juga penambahan kitosan. Kitosan merupakan suatu biopolimer yang tidak bersifat toksik, *biocompatible*, dan *biodegradable*. Kitosan berfungsi memodifikasi karakter (*template* struktur pori) dan memberikan peningkatan sifat anti mikroba pada titania<sup>(3)</sup>.

Sintesis bubuk titania telah dilakukan menggunakan berbagai metode, seperti metode hidrotermal, oksidasi, dan dekomposisi uap. Metode sol-gel digunakan secara luas dalam pembuatan oksida logam transisi karena memiliki keunggulan, yaitu menghasilkan mikrostruktur skala nano dan menjaga homogenitas *raw material*, serta kemungkinan menghasilkan struktur metastabil yang unik pada temperatur yang rendah. Bubuk titania yang dibuat dengan metode sol-gel biasanya berbentuk amorf dan dikristalisasi dengan proses post-deposisi, seperti kalsinasi, hidrotermal, dan sebagainya<sup>(4)</sup>.

K. Balachandaran (2010) telah melakukan penelitian untuk melihat efek ukuran, morfologi permukaan, dan kestabilan panas dari nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ . Dari penelitian tersebut dilaporkan bahwa  $\text{SiO}_2$  memberikan pori dan kestabilan panas yang baik, sehingga dapat mempertahankan struktur anatase dari kristal  $\text{TiO}_2$ <sup>(5)</sup>.

Selain itu, sintesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan telah diteliti oleh E. Pabon (2003) dimana TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> tanpa kitosan membentuk kristal pada suhu 900°C<sup>(6)</sup>. Efek dari surfaktan kationik CTAB (*Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide*) terhadap titania yang telah diteliti oleh J Medina-Valtierra (2006) menunjukkan hasil bahwa TiO<sub>2</sub> terdistribusi dengan lebih homogen, tetapi intensitas kristal semakin rendah seiring dengan penambahan konsentrasi surfaktan CTAB<sup>(7)</sup>.

Dari uraian di atas dan berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, maka pada penelitian ini dilakukan berbagai variasi terhadap sintesis nanopori TiO<sub>2</sub>, yaitu dengan adanya penambahan SiO<sub>2</sub>, kitosan, dan surfaktan DTAB (Dodesil Trimetil Amonium Bromida). Adapun variabel proses sintesis yang divariasikan adalah perbandingan Ti dan Si (1:1 dan 2:1), konsentrasi surfaktan DTAB (10, 20, dan 30%), dan lama kalsinasi pada suhu 550°C (3 dan 5 jam). Metode sintesis yang digunakan adalah metode sol-gel karena memiliki berbagai keunggulan seperti yang telah diuraikan diatas. Sintesis katalis TiO<sub>2</sub> ini akan diaplikasikan sebagai anti mikroba pada kain katun.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka diperoleh perumusan masalah sebagai berikut:

1. Apakah sintesis nanopori TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan dapat dilakukan dengan penambahan surfaktan DTAB pada proses sol-gel.
2. Apakah komposisi Ti dan Si mempengaruhi morfologi (struktur, ukuran, dan bentuk) dari TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan.
3. Apakah lama waktu kalsinasi mempengaruhi morfologi (bentuk, struktur, dan ukuran) dari TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan.

## **1.3 Tujuan Penelitian**

Berdasarkan perumusan masalah di atas, maka penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari proses sintesis nanopori TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan dengan penambahan variasi konsentrasi surfaktan DTAB pada proses sol gel.
2. Mempelajari pengaruh variasi komposisi Ti dan Si terhadap morfologi (struktur, bentuk, dan ukuran) dari TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/kitosan.

3. Mempelajari pengaruh variasi lama kalsinasi terhadap morfologi (bentuk, struktur, dan ukuran) dari  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Manfaat penelitian ini adalah diharapkan dapat memberikan informasi mengenai suatu metoda dalam sintesis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ /kitosan, sehingga diperoleh produk yang memiliki kinerja baik jika diaplikasikan sebagai senyawa anti mikroba pada industri tekstil.