

OPTIMASI WAKTU DAN SUHU HIDROTERMAL PADA SINTESIS NANOTABUNG TiO₂ TERDOPING NITROGEN UNTUK APLIKASI FOTOKATALIS

OPTIMIZATION OF TIME AND TEMPERATURE HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF NITROGEN DOPED TiO₂ NANOTUBE FOR PHOTOCATALYST APPLICATION

Laila Khoiriyah Lukman, Cahyorini Kusumawardani*

Program Studi Kimia, Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Yogyakarta

*email korespondensi: cahyorini.k@uny.ac.id

Abstrak

Nanotabung nitrogen-doped TiO₂ (N-TiO₂) disintesis dengan metode hidrotermal dari titanium tetra isopropoksida (TTIP) sebagai precursor Ti, etilendiamin sebagai sumber nitrogen dan etanol sebagai pelarut. Pengaruh parameter sintesis dipelajari dengan melakukan variasi suhu (110, 130, dan 150°C) dan waktu hidrotermal (24, 48, dan 72 jam). Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan spektroskopi UV-Vis DRS. Aktivitas fotokatalitik material nanotabung N-TiO₂ diuji dalam reaksi degradasi metilen biru dilakukan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kenaikan suhu hidrotermal dan lama waktu hidrotermal menyebabkan ukuran kristal semakin besar, dan E_g menurun. Uji fotokatalis material hasil sintesis menunjukkan hasil terbaik pada sampel hasil sintesis pada temperatur 130°C selama 48 jam yang memiliki karakteristik struktur lebih kristalin, energi celah pita yang relatif rendah, dan mampu mendegradasi metilen biru sebesar 74,94% di bawah sinar UV.

Kata Kunci: nanotabung N-TiO₂, suhu hidrotermal, waktu hidrotermal, struktur kristal, aktivitas fotokatalis.

Abstract

Nitrogen-doped TiO₂ (N-TiO₂) nanotubes were synthesized by hydrothermal method from titanium tetra isopropoxide (TTIP) as titanium precursor, ethylenediamine as a nitrogen source and ethanol as a solvent. The effect of the synthesis parameters was studied by varying temperature (110, 130, and 150 °C) and hydrothermal time (24, 48, and 72 hours). The synthesized material was characterized using XRD and UV-Vis DRS spectroscopy. The photocatalytic activity of the N-TiO₂ nanotube material was tested in the methylene blue degradation reaction carried out. The results showed that the increase in hydrothermal temperature and hydrothermal length caused the crystal size to get bigger, and E_g decreased. The photocatalyst test of the synthesized material showed the best results on the synthesized sample at a temperature of 130 °C for 48 hours which had more crystalline structural characteristics, relatively low bandgap energy, and was able to degrade methylene blue by 74.94% under UV light.

Keywords: N-TiO₂ nanotubes, hydrothermal temperature, hydrothermal time, crystal structure, photocatalyst activity

Pendahuluan

Fotokatalisis berbasis material semikonduktor telah menarik banyak perhatian karena prosesnya yang hemat energi dan ramah lingkungan serta banyak diaplikasikan untuk mendegradasi polutan seperti metil orange, dan metil biru yang bersifat toksik dan karsinogenik [12]. Material semikonduktor yang sering digunakan sebagai bahan fotokatalis antara lain TiO₂, ZnO, CdS, dan Ag₃PO₄ [3]. Sebelumnya Projosantoso (2019) pernah merekayasa fotodegradasi metilen biru dibawah sinar UV dan sinar tampak menggunakan katalis [(Ni-Cu)_x@SiO₂] didukung silica. TiO₂ merupakan salah satu material semikonduktor yang telah digunakan secara luas sebagai

fotokatalis karena memiliki efisiensi dan stabilitas tinggi, mudah dipreparasi, bersifat non toksik, fotoaktivitas tinggi, dan mudah diaplikasikan di berbagai bidang [6].

Secara natural, TiO₂ memiliki tiga fase struktur kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite* [13]. Struktur *anatase* merupakan struktur kristal yang menunjukkan aktivitas fotokatalitik fase kristal lebih tinggi dibanding fase kristal lainnya. TiO₂ fase *anatase* memiliki energi celah pita (*band gap*) sebesar 3,2 eV yang berarti hanya aktif di daerah UV dan hanya dapat memanfaatkan sekitar 3-5% dari total radiasi matahari yang sampai ke permukaan bumi. Jadi, untuk meningkatkan efisiensi TiO₂ dalam pemanfaatan energi matahari perlu dilakukan usaha meningkatkan respon

terhadap cahaya tampak. TTIP merupakan prekursor yang banyak digunakan peneliti karena sifatnya lebih tahan pembentukan TiO_2 lebih cepat dibandingkan TiCl_4 [5].

Doping permukaan TiO_2 dengan penambahan non logam merupakan solusi bagi keterbatasan semikonduktor untuk memperluas respon optik dan meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 . Beberapa jenis dopan diberbagai studi seperti N, I, C, dan S [12]. Nitrogen termasuk dopan yang cukup efektif karena ukuran atomnya yang mirip dengan oksigen, memiliki energi ionisasi kecil, dan stabilitas yang baik. Asahi dalam Kusumawardani [4] menyatakan bahwa N- TiO_2 menunjukkan peningkatan perilaku fotokatalitik dibandingkan dengan TiO_2 tanpa pendopingan di bawah iradiasi cahaya tampak.

Beberapa struktur nano TiO_2 yang telah banyak dikembangkan di berbagai bidang misalnya di bidang energi, antara lain nanotabung, nanopartikel, dan nanofiber [2]. Nanotabung merupakan salah satu struktur nano yang dapat menghasilkan rasio luas permukaan yang tinggi, dan dapat menyerap cahaya yang lebih banyak [7]. Berbagai metode untuk mensintesis nanotabung TiO_2 seperti sol-gel, hidrolisis, hidrotermal, dan anodisasi [13]. Metode hidrotermal merupakan metode dengan keuntungan seperti persiapan sederhana, murah, dan aman untuk mensintesis nanotabung dengan kemurnian tinggi [3].

Karakter TiO_2 yang disintesis dengan metode hidrotermal sangat dipengaruhi oleh kondisi hidrotermal (suhu, konsentrasi dan durasi hidrotermal dalam proses persiapan sampel) [6]. Wu *et al.* (2010) menyatakan bahwa penyerapan fotokatalis N- TiO_2 mengalami peningkatan respon di daerah cahaya tampak seiring meningkatnya suhu hidrotermal dan menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang semakin tinggi. Berdasarkan uraian di atas, maka dilakukan penelitian sintesis nanotabung N- TiO_2 menggunakan metode hidrotermal dengan prekursor TTIP sebagai sumber Ti, dan etilendiamin sebagai sumber nitrogen dan pencetak pori. Dalam penelitian ini dilakukan variasi suhu dan waktu hidrotermal untuk mendapatkan kestabilan struktur kristal, meningkatkan respon di daerah sinar tampak, dan meningkatkan aktivitas fotokatalitik N- TiO_2 .

Analisis hasil sintesis untuk menentukan struktur kristal, ukuran partikel, dan parameter kisi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*), menentukan energi celah pita dengan *Spectrofotometri UV-Vis Reflectance (DRS)*, dan aktivitas fotokatalitik dilakukan dengan uji degradasi metilen biru yang dikarakterisasi menggunakan spectronik UV.

Metode Penelitian

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan adalah TTIP ($\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$), etilendiamin ($\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$), etanol, asam asetat glasial, air deionisasi, NaOH, dan HCl.

Prosedur Kerja

Sintesis TiO_2 terdoping nitrogen

Sintesis dilakukan dengan preparasi material sintesis N- TiO_2 , melarutkan 6,7 ml etilendiamin dalam 80 ml etanol dan diaduk selama 60 menit. Kemudian, ditambahkan 3 ml TTIP. Campuran direfluks 4 jam pada temperatur 70°C sambil diduk. Lalu, didiamkan hingga suhu kamar, dan keasaman larutan diatur dengan menambahkan asam asetat glasial bertetes-tetes hingga pH 5-6. Kemudian dilakukan proses hidrolisis. Setelah proses hidrolisis, campuran didiamkan selama 48 jam. Kemudian, disentrifus untuk mendapatkan endapan yang akan dioven pada temperatur 110°C selama 4 jam. Padatan yang diperoleh dikalsinasi pada temperatur 450°C selama 4 jam, untuk menghasilkan serbuk N- TiO_2 .

Sintesis nanotabung N- TiO_2 melalui metode hidrotermal

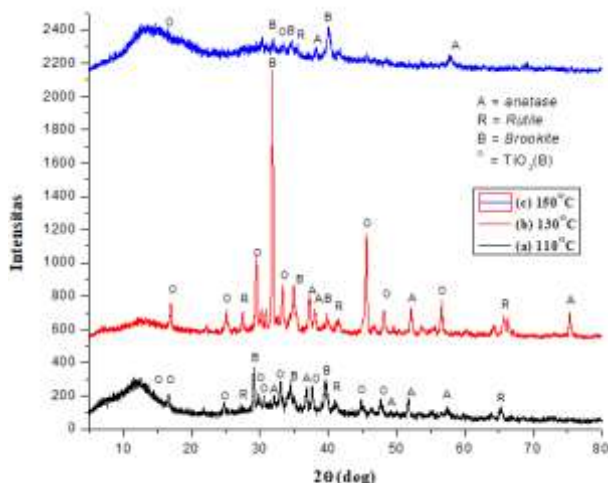
Proses hidrotermal dilakukan dengan melarutkan serbuk N- TiO_2 dalam NaOH 6M sambil diaduk selama 2 jam. Kemudian, dimasukkan ke dalam teflon *chamber* untuk proses autoclave pada temperatur 110°C selama 48 jam. Setelah hidrotermal, endapan yang diperoleh dicuci dengan HCl 0,5 M selama 4 jam sambil diaduk. Endapan yang telah dihasilkan dioven pada temperatur 90°C selama 4 jam, dilanjutkan kalsinasi pada temperatur 500°C selama 4 jam untuk mendapatkan nanotabung N- TiO_2 . Prosedur tersebut diulang kembali pada suhu hidrotermal 130°C , 150°C , variasi waktu hidrotermal 24 jam dan 72 jam. Nanotabung N- TiO_2 yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD, UV-VIS DRS, dan fotodegradasi metilen biru.

Hasil an Pembahasan

Analisis Karakterisasi N- TiO_2

Nanotabung N- TiO_2 hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan alat XRD dengan sumber radiasi $\text{Cu K}\alpha$ (1.54060 \AA) pada rentang 2θ sekitar 5° - 80° . Pola difraktogram material N- TiO_2 yang disintesis melalui variasi suhu hidrotermal disajikan pada Gambar 1. Gambar 1 terlihat adanya perubahan intensitas hasil sintesis

material TiO_2 terdoping nitrogen pada suhu hidrotermal yang terlihat cukup jelas. Metode hidrotermal pembentukan nanotabung melalui temperatur 110°C hingga 150°C menggunakan TiO_2 sebagai material, menghasilkan fasa *anatase*, *rutile*, dan *brookite* [1,6,14]. Terdapat salah satu polimorf TiO_2 yaitu $\text{TiO}_2(\text{B})$ [4].



Gambar 1. Pola difraktogram XRD dari sintesis material N- TiO_2 pada suhu hidrotermal (a) 110°C (b) 130°C (c) 150°C

Gambar 1 menunjukkan bahwa material hasil sintesis N- TiO_2 pada variasi suhu hidrotermal diasumsikan memiliki struktur nanotabung dengan ditandai munculnya puncak dibawah 20° sekitar pada $2\theta = 11^\circ$ namun kemungkinan mengalami ketidakstabilan yang berakibat puncak bergeser dikarenakan puncak belum terlalu jelas terlihat [6,9,12]. Perubahan intensitas pada puncak difraktogram hasil sintesis variasi suhu hidrotermal mempengaruhi struktur kristalografi dan morfologi serta sifat fisika-kimia [6,8]. Berdasarkan data yang diperoleh, ukuran kristal setiap fase dihitung berdasarkan nilai FWHM dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Hasil yang didapat merupakan rata-rata ukuran kristal nanotabung N- TiO_2 setiap fase nya disajikan pada Tabel 1.

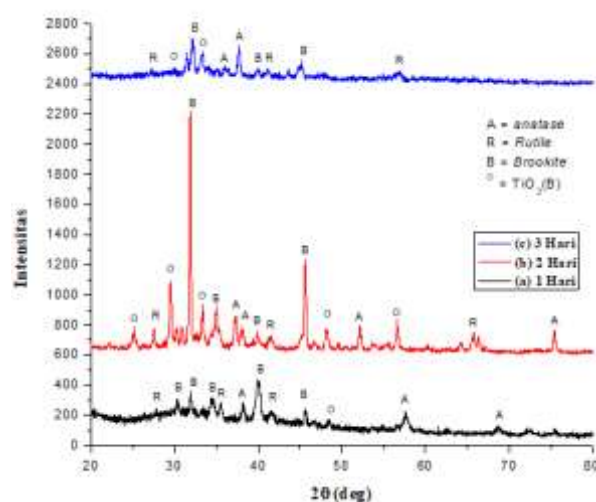
Tabel 1. Hasil rata-rata ukuran kristal nanotabung N- TiO_2 suhu hidrotermal

Sampel(nm)	110°C	130°C	150°C
Anatas	9,188	11,327	14,864
Rutil	18,887	29,545	32,961
Brookit	23,568	32,253	35,282
$\text{TiO}_2(\text{B})$	12,657	15,864	21,936

Hasil rata-rata ukuran kristal nanotabung N- TiO_2 cenderung meningkat yang dipengaruhi oleh kenaikan suhu. Secara umum, kristalinitas

nanotabung meningkat seiring kenaikan suhu hidrotermal dan suhu optimal berada pada kisaran temperatur 100°C hingga 200°C [6]. Penentuan parameter kisi diperoleh dari hasil refinement melalui program *U-Fit*. Nilai parameter kisi acuan untuk fase anatas dengan *space group* $I4_1/amd$, rutil dengan *space group* $P4_2/mnm$, brookit dengan *space group* $Pbca$ [10] dan $\text{TiO}_2(\text{B})$ dengan *space group* $C2/m$ [11]. Perubahan parameter kisi berdasarkan hasil data menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh tidak jauh dari standar acuan.

Analisis selanjutnya, material N- TiO_2 yang digunakan untuk variasi waktu hidrotermal divariasikan waktu hidrotermal pada temperatur 130°C . Pola difraktogram material N- TiO_2 yang disintesis melalui variasi waktu hidrotermal yang telah disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Pola difraktogram XRD hasil sintesis material N- TiO_2 Waktu Hidrotermal (a) 24 jam (b) 48 jam (c) 72 jam

Berdasarkan difraktogram diatas, muncul beberapa puncak-puncak fase TiO_2 yakni fase *anatase*, *rutile*, *brookite*, dan $\text{TiO}_2(\text{B})$. Puncak-puncak dari difraktogram variasi waktu hidrotermal menunjukkan terjadinya peningkatan intensitas dari difraktogram variasi lama waktu hidrotermal 24 jam ke 48 jam, namun pada 72 jam intensitas menurun. Dong *et al* menyatakan bahwa pada temperatur 130°C dengan waktu hidrotermal 12 jam menghasilkan lembaran nano dan beberapa nanotabung, pada 24 jam diperoleh lebih banyak nanotabung dan beberapa lembaran nano [12]. Kemudian, setelah 36 jam diperoleh hasil yang hampir semua produk berbentuk nanotabung. Berikut hasil rata-rata ukuran kristal nanotabung N- TiO_2 disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil rata-rata ukuran kristal nanotabung N-TiO₂ waktu hidrotermal

Sampel (nm)	24 jam	48 jam	72 jam
Anatas	10.929	12.508	15.437
Rutil	23.096	29.545	33.414
Brookit	28.735	32.869	35.226
TiO ₂ (B)	15,382	17,684	22,427

Berdasarkan Tabel 2 terlihat bahwa variasi waktu hidrotermal mempengaruhi besar ukuran kristal pada material, semakin lama waktu hidrotermal menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Perubahan parameter kisi terjadi sama seperti variasi sebelumnya, menunjukkan bahwa seiring kenaikan waktu hidrotermal terhadap senyawa N-TiO₂. Besarnya parameter kisi masih mendekati parameter acuan dan perubahan tidak signifikan terlihat jauh berbeda.

Analisis Struktur Elektronik

Hasil sintesis TiO₂ terdoping nitrogen dikarakterisasi menggunakan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* dengan panjang gelombang 200-800 nm. Data tersebut digunakan untuk menghitung besarnya energi celah pita (*band gap*). Besar energi celah pita dihitung dengan menghubungkan grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R'_{\infty})/h\nu)^{1/2}$. Berdasarkan grafik Gambar 3 dan 4 Energi Celah Pita N-TiO₂ variasi waktu hidrotermal 110°C, 130°C, dan 150°C didapatkan energi celah pita masing-masing perlakuan yang disajikan seperti Tabel 3. Berdasarkan grafik energi celah pita N-TiO₂ variasi waktu hidrotermal didapatkan energi celah pita yang disajikan seperti Tabel 4. Tabel 3 dan Tabel 4 menunjukkan bahwa suhu dan waktu hidrotermal berpengaruh terhadap besar energi celah pita, menyebabkan energi celah pita semakin menurun atau menyempit.

Tabel 3. Nilai energi celah pita variasi suhu hidrotermal

Suhu Hidrotermal	E _g (eV)
110°C	3,5
130°C	3,2
150°C	2,6

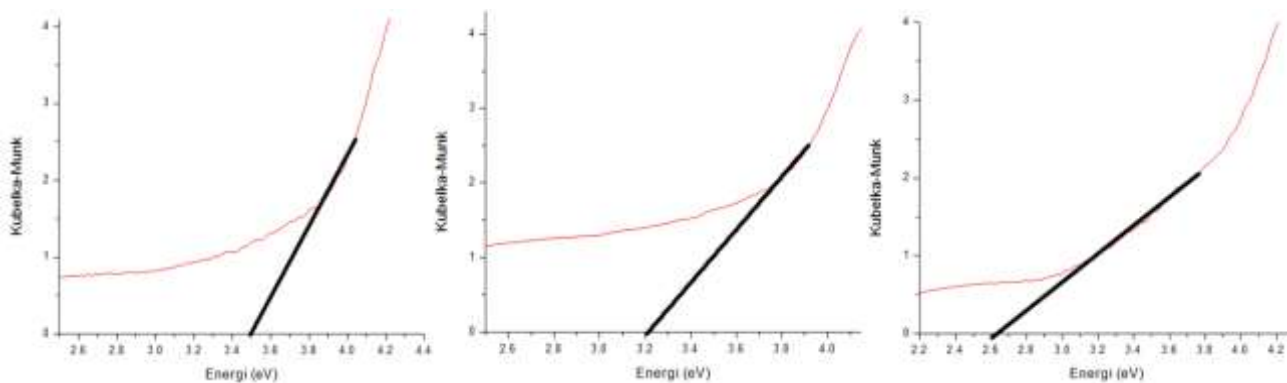
Tabel 4. Nilai energi celah pita variasi waktu hidrotermal

Waktu Hidrotermal	E _g (eV)
24 jam	3,3
48 jam	3,2
72 jam	2,7

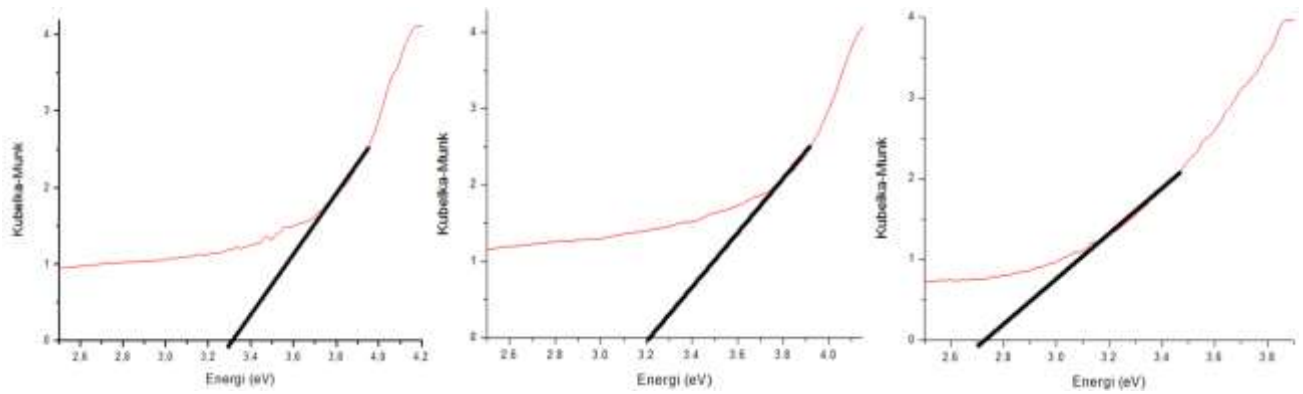
Celah pita yang lebih sempit pada material nanotabung N-TiO₂ akan membantu terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dalam semikonduktor yang terdoping, sehingga mampu meningkatkan respon di daerah sinar tampak dan aktivitas fotokatalitik.

Uji Aktivitas Fotodegradasi Metilen Biru

Fotodegradasi dilakukan dengan bantuan sinar tampak pada panjang gelombang 633,5 nm. Data absorbansi dibuat grafik larutan kurva standar metilen biru dengan cara menghubungkan nilai absorbansi dengan konsentrasi setiap masing-masing konsentrasi metilen biru yang telah ditentukan. Persamaan regresi linier dari kurva yang diperoleh yaitu $y = 0,0747x - 0,0702$. Persamaan yang didapatkan digunakan untuk mencari nilai konsentrasi larutan metilen biru yang terdegradasi dari masing-masing perlakuan tiap waktunya.



Gambar 3. Energi Celah Pita N-TiO₂ Variasi Suhu Hidrotermal



Gambar 4. Energi Celah Pita N-TiO₂ Variasi Suhu Hidrotermal

Penentuan Laju Reaksi

Penentuan orde reaksi dilakukan dengan membuat grafik kurva kinetika reaksi degradasi variasi suhu dan waktu hidrotermal dalam kondisi penyinaran dan kondisi tanpa penyinaran orde ke nol, satu dan dua. Berdasarkan kurva yang diperoleh terlihat bahwa hampir semua variasi perlakuan cenderung mengikuti reaksi orde ke dua dengan nilai R^2 yang lebih besar dibandingkan nilai R^2 orde ke nol dan ke satu yang disajikan pada Tabel 5. Berdasarkan Tabel 5, konstanta laju

reaksi pada kondisi penyinaran memiliki nilai R^2 yang lebih besar dibandingkan pada kondisi tanpa penyinaran. Nilai $k_{\text{sebenarnya}}$ untuk variasi suhu dan waktu hidrotermal telah disajikan pada Tabel 6. Berdasarkan tabel tersebut nilai harga k yang (-) menunjukkan tidak terjadinya fotokatalis sedangkan (+) menunjukkan terjadinya fotokatalis. Namun, perubahan ini tidak begitu signifikan terlihat jelas menunjukkan terjadinya proses fotokatalis.

Tabel 5. Data kinetika orde reaksi fotodegradasi metilen biru

Orde Ke-	Sampel	Kondisi Penyinaran		Kondisi Tanpa Penyinaran	
		K	R^2	k	R^2
0	Suhu Hidrotermal				
	110°C	0,1295	0,7231	0,173	0,7834
	130°C	0,1383	0,8862	0,1369	0,8497
	150°C	0,1243	0,8578	0,1832	0,7903
	Waktu Hidrotermal				
	24 jam	0,1281	0,864	0,0135	0,8109
48 jam	0,1383	0,8862	0,1369	0,8497	
72 jam	0,1674	0,8788	0,2045	0,8338	
1	Suhu Hidrotermal				
	110°C	0,0348	0,9421	0,0321	0,8966
	130°C	0,0384	0,9296	0,0405	0,9317
	150°C	0,0318	0,9053	0,0405	0,954
	Waktu Hidrotermal				
	24 jam	0,0362	0,9723	0,0405	0,8596
48 jam	0,0384	0,9296	0,0405	0,9317	
72 jam	0,0383	0,9725	0,0455	0,9839	
2	Suhu Hidrotermal				
	110°C	0,0079	0,9559	0,0077	0,933
	130°C	0,0111	0,9616	0,0104	0,9669
	150°C	0,0083	0,9431	0,0088	0,9805
	Waktu Hidrotermal				
	24 jam	0,0088	0,9842	0,0095	0,9013
48 jam	0,0111	0,9616	0,0104	0,9669	
72 jam	0,0096	0,9883	0,0101	0,9942	

Tabel 6. Hasil perhitungan konstanta laju reaksi fotodegradasi metilen biru

Orde Ke-	Sampel	Kondisi Penyinaran	Kondisi Tanpa Penyinaran	k _{sebenarnya}
		k _{penyinaran}	k _{tanpa penyinaran}	
2	Suhu Hidrotermal			
	110°C	0,0079	0,0077	0,0002
	130°C	0,0111	0,0104	0,0007
	150°C	0,0083	0,0088	-0,0005
	Waktu Hidrotermal			
	24 jam	0,0088	0,0095	-0,0007
48 jam	0,0111	0,0104	0,0007	
72 jam	0,0096	0,0101	-0,0005	

Sehingga, dapat dikatakan bahwa material N-TiO₂ hanya sebagai absorben bukan fotokatalis, dikarenakan yang terjadi pada material N-TiO₂ dalam penelitian ini hanya proses absorpsi. Hasil pada tabel 6 menyatakan bahwa pada temperatur 130°C selama 48 jam menunjukkan hasil paling tinggi dibandingkan perlakuan lainnya. Hal ini dimungkinkan terjadi karena material pada temperatur 130°C selama 48 jam memiliki struktur yang lebih stabil dan kristalin, serta ukuran kristal yang besar. Namun, hasil energi gapnya masih sama seperti TiO₂ murni sebesar 3,2 eV.

Perubahan ini menunjukkan bahwa tidak terlihat adanya pengaruh dari variasi suhu dan waktu hidrotermal yang signifikan terhadap aktivitas fotokatalitik karena perbedaan yang tidak terlihat jelas. Hal ini menunjukkan bahwa pengaruh suhu dan waktu lebih berpengaruh terhadap pembentukan struktur kristal atau ketidaksesuaian data terhadap literatur. Ketidaksesuaian ini dimungkinkan juga terjadi karena ketika proses uji aktivitas berlangsung material sudah terjadi kerusakan struktur. Besar persentase degradasi metilen biru dihitung melalui rumus berikut:

$$\%D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100$$

Penentuan persentase degradasi untuk setiap perlakuan variasi suhu dan waktu hidrotermal dilakukan dengan memasukkan nilai konsentrasi larutan metilen biru pada waktu ke 90 menit ke rumus yang dapat ditunjukkan pada Tabel 7 dan 8.

Tabel 7. Hasil Perhitungan Persentase Degradasi Variasi Suhu Hidrotermal

Sampel	Persentase Degradasi (%D)	
	Kondisi Tanpa Penyinaran	Kondisi Penyinaran
110°C	68,51	71,49
130°C	72,93	74,94
150°C	69,72	72,26

Tabel 8. Hasil perhitungan persentase degradasi variasi waktu hidrotermal

Sampel	Persentase Degradasi (%D)	
	Kondisi Tanpa Penyinaran	Kondisi Penyinaran
24 jam	71,06	72,93
48 jam	72,93	74,94
72 jam	72,13	73,87

Berdasarkan Tabel 7 dan Tabel 8 terlihat bahwa besar persentase degradasi lebih besar terjadi pada kondisi penyinaran. Besar persentase degradasi dalam variasi suhu dan waktu hidrotermal optimal terdapat pada perlakuan hidrotermal temperatur 130°C, mampu mendegradasi metilen biru sebesar 72,93% pada kondisi tanpa penyinaran dan sebesar 74,94% pada kondisi penyinaran. Kemampuan fotoaktivitas semikonduktor TiO₂ salah satunya dipengaruhi oleh struktur kristal dan ukuran kristal TiO₂. Pada suhu hidrotermal 130°C memiliki struktur kristal berbentuk kristalin dan memiliki struktur fasa anatas lebih banyak daripada perlakuan lainnya.

Simpulan

Kenaikan suhu dan lama waktu hidrotermal berpengaruh terhadap karakter dari hasil sintesis nanotabung N-TiO₂, menghasilkan struktur dan ukuran kristal yang lebih teratur, homogen, serta memperoleh E_g relatif rendah. Namun, variasi tidak berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalis. Material hasil nanotabung N-TiO₂ pada penelitian ini hanya sebagai adsorben belum mampu digunakan sebagai fotokatalis karena hanya terjadi proses adsorpsi. Perlu dilakukan uji karakterisasi lebih lanjut seperti SEM-EDX untuk melihat spesifik bentuk morfologi dari TiO₂ terdoping nitrogen dan menggunakan metode atau variasi lain agar memperoleh hasil yang lebih maksimal.

Pustaka

- [1] Bavykin, D. V., Parmon, V. N., Lapkin, A. A., & Walsh, F. C. (2004). The effect of hydrothermal conditions on the mesoporous structure of TiO₂ nanotubes. *Journal of Materials Chemistry*, 14(22), 337-341.
- [2] Camposeco, R., Castillo, S., Navarrete, J., & Gomez, R. (2016). Synthesis, characterization and photocatalytic activity of TiO₂ nanostructures: Nanotubes, nanofibers, nanowires and nanoparticles. *Catalysis Today*, 266(1), 90-101.
- [3] Han, Z., Peng, J., Liu, L., Wang, G., Yu, F., & Guo, X. (2017). Few-layer TiO₂-B nanosheets with N-doped graphene nanosheets as a highly robust anode for lithium-ion batteries. *RSC Advances*, 7(13), 7864-7869.
- [4] Kusumawardani, C. (2012). Pembentukan kompleks rutenium secara in situ pada TiO₂ terdoping Nitrogen. *Disertasi*. Universitas Gajah Mada: Jurdik Kimia FMIPA.
- [5] Liu, N., Chen, X., Zhang, J., & Schwank, J. W. (2014). A review on TiO₂-based nanotubes synthesized via hydrothermal method: Formation mechanism, structure modification, and photocatalytic applications. *Catalysis Today*, 225(1), 34-51.
- [6] Liu, S. M., Gan, L. M., Liu, L. H., Zhang, W. D., & Zeng, H. C. (2002). Synthesis of single-crystalline TiO₂ nanotubes. *Chemistry of Materials*, 14(3), 1391-1397.
- [7] Pookmanee, P., Promwanna, K., Narong, K., Thanachayanont, C., Junin, C., Ananpattarachai, J., & Phanichphant, S. (2018). Titanium Dioxide Doped with Nitrogen Nanopowder Prepared by Hydrothermal Method. In *Solid State Phenomena* (Vol. 283, pp. 167-172). Trans Tech Publications Ltd.
- [8] Prodjosantoso, A. K., Farrasiya, I. S., Budiasih, K. S., & Utomo, M. P. (2019). The Use of Silica Supported Nickel-Copper Oxide Catalyst for Photodegradation of Methylene Blue. *Oriental Journal of Chemistry*, 35(4), 1414-1420.
- [9] Scarpelli, F., Mastropietro, T. F., Poerio, T., & Godbert, N. (2018). Mesoporous TiO₂ thin films: State of the art. *Titanium Dioxide-Material for a Sustainable Environment*, 508(1), 135-142.
- [10] Sutrisno, H. (2012). Transformasi polimorfik dan karakterisasi mikrostruktur fasa TiO₂ yang dihasilkan melalui kalsinasi nanopita hidrogen titanat. *Jurnal Sains Dasar*, 1(1), 2-7.
- [11] Yang, J., Du, J., Li, X., Liu, Y., Jiang, C., Qi, W., & Peng, H. (2019). Highly hydrophilic TiO₂ nanotubes network by alkaline hydrothermal method for photocatalysis degradation of methyl orange. *Nanomaterials*, 9(4), 526-533.
- [12] Zavala, M. Á. L., Morales, S. A. L., & Ávila-Santos, M. (2017). Synthesis of stable TiO₂ nanotubes: effect of hydrothermal treatment, acid washing and annealing temperature. *Heliyon*, 3(11), e00456.
- [13] Ramadhy, W. F., Rahmalia, W., & Usman, T. (2020). Preparasi dan karakterisasi komposit TiO₂/Metakaolin teraktivasi KOH dalam upaya menurunkan energi celah pita pada anoda TiO₂. *Positron*, 10(1), 19-26.