

PENGARUH PELARUT TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂)

Atik Setyani¹⁾, Emas Agus Prastyo Wibowo¹⁾

¹⁾Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang
Email: setyaniatikatric@gmail.com, emasagus@ymail.com

ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah untuk membandingkan jenis pelarut dalam proses pembentukan nanopartikel titanium dioksida dengan metode sol gel. Hasil karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa penggunaan pelarut berpengaruh terhadap kristalinitas dan fasa material yang terbentuk. Berdasarkan Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) *card* nomor 84-1286 menunjukkan difraktogram nano TiO₂ hasil sintesis sebagian besar merupakan fasa anatas. Hal ini terlihat dari nilai 2 teta yang diperoleh yaitu 24,45°; 47,29°; 53,18°; 61,64° untuk fasa anatas dan 54,65°; 74,16° untuk fasa rutil. Hanya saja persentase fasa anatas pada nano TiO₂ menggunakan pelarut metanol lebih besar jika dibandingkan dengan hasil nano TiO₂ dengan pelarut etanol. Berdasarkan perhitungan ukuran partikel nano TiO₂ menggunakan persamaan *Debye-Scherer* didapatkan ukuran nano TiO₂ menggunakan metanol sebesar 13.78 nm sedangkan nano TiO₂ menggunakan etanol sebesar 34.26 nm.

Kata Kunci: Pelarut, sol-gel, titanium dioksida

EFFECT OF SOLVENTS ON THE CHARACTERISTICS OF NANOPARTICLES TITANIUM DIOXIDE (TiO₂)

ABSTRACT

The purpose of this study was to compare the type of solvent in the process of formation of titanium dioxide nanoparticles with sol gel method. *X-Ray Diffraction* (XRD) characterization results indicate that the use of solvent effect on crystallinity and phase material formed. Based Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) 84-1286 card numbers show diffractogram nano TiO₂ synthesized largely a anatase phase. This can be seen from a value of 2 theta obtained by the 24,45°; 47,29°; 53,18°; 61,64° to phase anatase and 54,65°; 74,16° for rutile phase. Only a small percentage of the nano TiO₂ anatase phase using methanol solvent is greater when compared with the results of nano TiO₂ with ethanol. Based on the calculation of nano TiO₂ particle size using equation *Debye-Scherer* obtained nanosized TiO₂ using methanol amounted to 13.78 nm while the nano TiO₂ using ethanol amounted to 34.26 nm.

Keywords: Solvent, sol-gel, titanium dioxide

PENDAHULUAN

Perkembangan teknologi nano material menunjukkan kontribusi besar pada perkembangan material *science* yang banyak dikaji karena menunjukkan sifat yang unik. Berbagai macam penelitian dikembangkan untuk mengetahui sifat baru dari material nano. Salah satunya dengan cara memodifikasi morfologi maupun mengkombinasikan dengan material lain agar memiliki sifat yang lebih unggul (Y.Xia, 2003). Titania IV Oksida (TiO₂) merupakan salah satu material *science* yang

menarik untuk dikaji dan dikembangkan dalam berbagai penelitian karena sifat yang dimilikinya. TiO₂ yang memiliki sifat nontoksik menjadi salah satu pilihan utama untuk dikembangkannya dalam sintesis material berbahan TiO₂ (Sekino, 2010).

Sol gel merupakan salah satu metode yang digunakan untuk melakukan synthesis nano TiO₂. Selain mudah, metode sol gel banyak dipilih karena dapat digunakan untuk mengontrol pembentukan fasa dan ukuran nano TiO₂ Desong *et al.*, (2011). Senyawa yang digunakan dalam sintesis TiO₂

menggunakan metode sol gel adalah alkoksida TTiP yang berfungsi sebagai prekursor Ti, pelarut, air sebagai media untuk proses hidrolisis dan larutan asam sebagai penstabil. Pada saat proses sol gel berlangsung terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid membentuk fasa cair kontinyu yang akhirnya akan berubah menjadi padatan nanostruktur setelah dilakukan pengeringan (Mingwei *et al.*, 2006). Menurut Behnajady *et al.*, (2011) menyebutkan terdapat beberapa faktor yang berpengaruh terhadap proses pembentukan nanomaterial pada proses sol gel, diantaranya rasio hidrolisis (perbandingan mol TTiP dengan mol air), keasaman larutan dan salah satu faktor yang terpenting adalah penggunaan jenis pelarut karena berpengaruh terhadap proses reaksi sol gel. Untuk itulah penelitian terkait jenis pelarut dalam sintesis nano TiO₂ perlu dilakukan.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

TTiP (Titanium (IV) isopropoxide) kadar 97% (Sigma-Aldrich), NaOH (Merck), CH₃COOH (Merck), metanol, ethanol, Aquades, Indikator Universal (Merck) dan kertas saring.

Preparasi sampel

Preparasi nano TiO₂ dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TTiP dan pelarut methanol untuk sampel A dan ethanol untuk sampel B. Ratio molar yang digunakan adalah 1:1 (solvent:metoksida TTiP). Langkah Pertama, menyiapkan 35 mL pelarut secara presisi dengan gelas ukur kemudian dibagi kedalam erlenmeyer (30 mL) dan beaker glass (5mL). 30 ml pelarut kemudian ditambahkan CH₃COOOH. Penambahan asam dilakukan sampai pH ± 1 diiringi dengan pengadukan menggunakan stirrer secara konstan selama 10 menit agar larutan terdistribusi merata. Suasana larutan dijaga cukup asam agar hidrolisis tidak berlangsung secara cepat. Setelah dilakukan pengadukan dilanjutkan dengan menambahkan TTiP sebanyak 4,13ml secara *drop to drop*, dilanjutkan dengan penambahan (5 ml pelarut+0,252 ml air) secara tetes demi tetes diikuti dengan pengadukan konstan selama

± 5 jam. Proses aging dilakukan selama 48 jam dan dilanjutkan dengan pengovenan. Kalsinasi TiO₂ dilakukan pada suhu 450°C dilanjutkan dengan karakterisasi XRD. Terdapat 2 sampel dimana sampel A (metanol, AA); sampel B (etanol, AA).

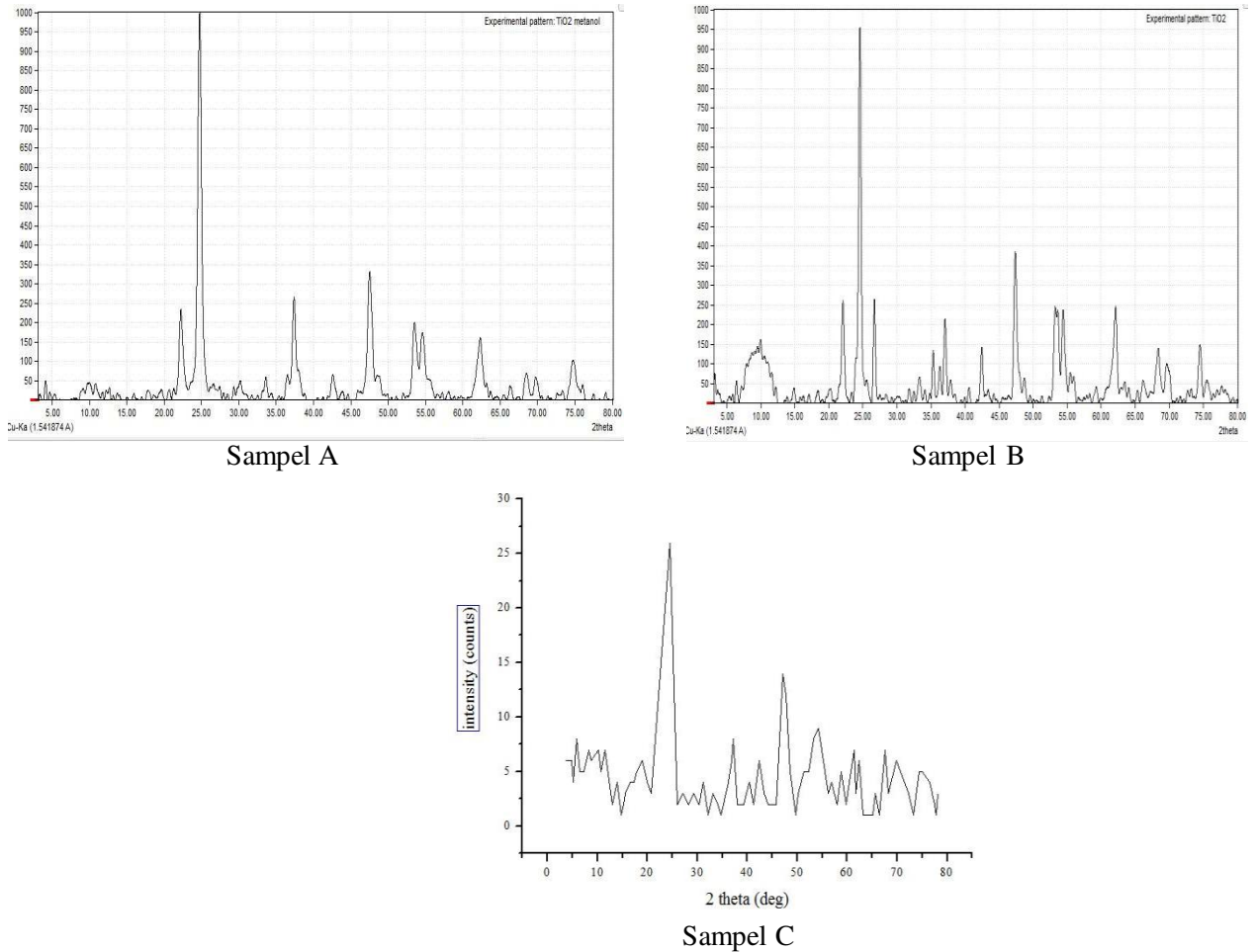
Sampel C disintesis dengan cara 25 mL TTiP yang dilarutkan dalam 8 mL dengan diaduk magnetic stirrer. Kemudian campuran ditambahkan ke dalam 200 mL aquades dan diaduk selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 3 mL HNO₃ dan diaduk selama 60 menit, didiamkan selama 3 hari dalam suhu kamar. Gel yang didapat dikeringkan pada suhu 75°C selama 3 hari dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 2 jam (Mohamed *et al.*, 2015). Ketiga sampel akan diuji menggunakan instrumen XRD guna mengetahui pengaruh pelarut dan asam terhadap kristalinitas dan ukuran partikel nano TiO₂.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis nanopartikel TiO₂ variasi pelarut dengan metode sol gel di uji menggunakan instrumen XRD. Gambar 1 menunjukkan difraktogram XRD Sampel A dan Sampel B.

Hasil karakterisasi XRD pada gambar 1 menunjukkan bahwa penggunaan pelarut berpengaruh terhadap kristalinitas dan fasa material yang terbentuk. Kristalinitas dan fasa suatu material merupakan salah satu karakter yang perlu diperhatikan untuk menentukan aplikasi dari suatu material (Bessekhouad *et al.*, 2003). Difaktogram XRD pada gambar 1 menunjukkan bahwa penggunaan methanol meningkatkan kristalinitas nanopartikel TiO₂.

Hal ini disebabkan karena pelarut yang berbeda akan mempunyai polaritas yang berbeda. Polaritas yang berbeda pada metanol dan etanol akan berpengaruh pada besarnya reaktivitas pada proses hidrolisis dan kondensasi (Behnajady *et al.*, 2011). Kedua proses ini merupakan faktor yang berpengaruh terhadap keberhasilan sintesis nanopartikel TiO₂ menggunakan metode sol-gel.

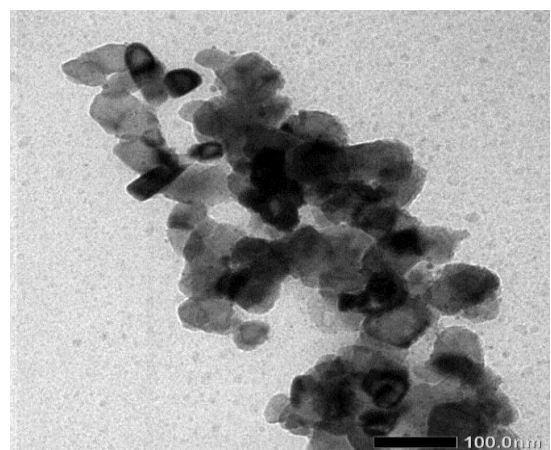


Gambar 1. Difraktogram XRD Nano TiO₂ Sampel A , Sampel B, dan Sampel C

Berdasarkan JCPDS card nomor 84-1286 menunjukkan difraktogram nano TiO₂ hasil sintesis sebagian besar merupakan fasa anatas. Hal ini terlihat dari nilai 2 teta yang diperoleh yaitu 24,45°; 47,29°; 53,18°; 61,64° untuk fasa anatas dan 54,65°; 74,16° untuk fasa rutil. Hanya saja persentase fasa anatas pada nano TiO₂ menggunakan pelarut metanol lebih besar jika dibandingkan dengan hasil nano tio2 dengan pelarut etanol. Berdasarkan perhitungan ukuran partikel nano TiO₂ menggunakan persamaan *Debye-Scherer* didapatkan ukuran nano TiO₂ menggunakan metanol sebesar 13.78 nm sedangkan nano tio2 menggunakan etanol sebesar 34.26 nm

Karakterisasi dengan TEM

Berdasarkan Gambar 2 hasil karakterisasi TEM terlihat bahwa struktur nano TiO₂ sudah terbentuk.



Gambar 2. Analisis nanopartikel TiO₂ menggunakan pelarut metanol.

KESIMPULAN

Pelarut pada proses sintesis nanopartikel TiO₂ menggunakan metode sol gel berpengaruh terhadap kristalinitas dan ukuran partikel material.

DAFTAR PUSTAKA

- Behnajady, M.A., Eskandarloo, H., Modirshahla, N., Shokri, M. 2011. Investigation of The Effect of Sol-Gel Synthesis Variables on Structural and Photocatalytic Properties of TiO₂ Nanoparticles. *Journal of Desalination* 278 (2011) 10–17.
- Bessekhouad, Y., D. Robert., J.V. Weber. 2003. Synthesis of Photocatalytic TiO₂ Nanoparticles: Optimization of The Preparation Conditions, *J. Photochem. Photobiol. A* 157 47–53.
- Desong, W., Xiao, L., Luo, Q., Xiao, L & Duan, Y. 2011. Highly Efficient Visible Light TiO₂ Photocatalyst Prepared by Sol-Gel Method at Temperatures Lower than 300°C. *Journal of Hazardous Materials* 192(1): 150 – 159.
- Mingwei, C., Ma, E & Hemker, K. 2006. *Mechanical Behavior of Nanocrystalline Metals. in Nanomaterials Handbook*. Taylor & Francis Group.
- Sekino, T. 2010. Synthesis and Applications of Titanium Oxide Nanotubes. *Journal of Inorganic and Metallic Nanotubular Materials* 117: 17-32.
- Xia, P. Y., Sun, Y., Wu, Y., Mayers, B., Gates, B., Yin, Y., Kim, F & Yan, H. 2003. One-Dimensional Nanostructures: Synthesis, Characterization, and Applications. *Journal of Advanced Materials*. 15(5): 353-389.