

PREPARASI FILM TiO₂ DENGAN METODE HIDROTHERMAL

TiO₂ FILM PREPARATION BY HYDROTHERMAL METHOD

Aristanto Wahyu Wibowo, A. K. Prodjosantoso & Cahyorini K.

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

e-mail: prodjosantoso@yahoo.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk membuat film TiO₂ menggunakan metode hidrotermal. Film TiO₂ dibuat dengan cara melapiskan campuran TiO₂, aquades, HCl, & *titanium tetra isopropoxide* (TTIP) pada permukaan kaca *Indium-Tin Oxide* (ITO). Film pada kaca ITO dikalsinasi tersebut pada suhu 500°C. Film TiO₂ dikarakterisasi dengan metode *X-Ray Diffraction* (XRD), spektroskopi UV-Vis, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa TiO₂ memiliki morfologi berbentuk sferis. Ukuran partikel TiO₂ *rutile* adalah berkisar antara 16,9686 nm sampai dengan 24,0999 nm dan *anatase* berkisar antara 20,5708 nm sampai dengan 26,7485 nm. Sedangkan nilai energi celah pita senyawa TiO₂ berkisar antara 3,15 eV sampai dengan 3,56 eV.

Kata kunci: TiO₂, hidrotermal, ukuran partikel, morfologi

Abstract

This study aims to create TiO₂ film by hydrothermal method. The TiO₂ film was made by superimposing all TiO₂ mixture into one which consists of aquadest, HCl, & *titanium (IV) isopropoxide* (TTIP) over *indium tin oxide* (ITO) glass. The film on that ITO glass was calcined at 500°C and characterized by XRD, UV-Vis spectroscopy, and SEM-EDX method.

The research shows TiO₂ has spherical morphology. The TiO₂ *rutile* particle size was ranging from 16,9686 nm to 24,0999 nm and the *anatase* was ranging from 20,5708 nm to 26,7485 nm. The TiO₂ energy band gap value was 3,15 eV to 3,56 eV.

Keywords: *Hydrothermal, Morphology, Particle Size, TiO₂*

PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO_2) telah banyak diteliti dalam beragam aplikasi karena memiliki sifat *inert*, stabil terhadap korosi yang disebabkan cahaya ataupun bahan kimia, relatif murah, dan tidak beracun [1].

Titanium dioksida dapat dihasilkan dari proses sulfat ataupun klorin [2]. Titanium dioksida (TiO_2) menjadi material semikonduktor yang paling banyak diteliti karena sangat menjanjikan dalam teknologi fotovoltaiik. Beberapa metode yang telah digunakan dalam sintesis TiO_2 seperti sol gel [3], dekomposisi termal [4], dan hidrotermal [5].

Pada metode hidrotermal memiliki keuntungan yaitu persiapannya yang sederhana, suhu reaksi yang relatif rendah, dispersi yang seragam untuk doping ion logam, serta kontrol stoikiometri dan memberikan kehomogenan secara kimia yang baik [6]. Metode hidrotermal ini berlangsung dalam waktu yang relatif lama (~ 10 h). Sintesis partikel sferis TiO_2 dengan metode hidrotermal berlangsung selama 5 jam pada 110 °C yang

dilakukan [7]. Oleh karena itu dibutuhkan teknik yang dapat meminimalkan waktu yang dibutuhkan dalam proses hidrotermal.

Pada penelitian ini digunakan titanium tetra isopropoksida (TTIP) sebagai prekursor titanium serta asam klorida sebagai agen pengarah struktur (*structure directing agent*) untuk mendapatkan partikel nanosferis TiO_2 . Reaksi hidrotermal ini dilakukan pada suhu 110°C, 130°C, 150°C, 180°C, dan 200°C selama 10 jam.

METODE PENELITIAN

Alat yang diperlukan adalah peralatan gelas, oven, *teflon*, *muffle furnace*, *Stirer*, krus porselin, XRD *Rigaku Miniflex 600*, UV-Vis, SEM. Bahan yang diperlukan adalah Titanium Tetra Isopropoksida (TTIP) 98%, aquades, HCl (36%), dan kaca substrat ITO.

Preparasi film TiO_2 dilakukan dengan mencampurkan aquades sebanyak 8 mL dan HCl (36%) sebanyak 8 mL sambil diaduk selama 5 menit hingga larutan homogen. Kemudian ditambahkan 0,4 mL TTIP dan diaduk kembali selama 30 menit.

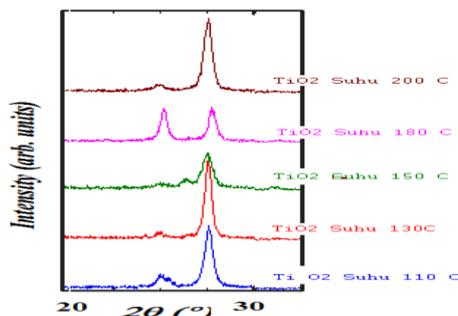
Setelah itu larutan dipindahkan ke dalam teflon dan dimasukkan kaca substrat ITO ke wadah teflon. Selanjutnya teflon dipanaskan selama 10 jam pada suhu 110°C. Setelah mengeluarkan kaca ITO dan didinginkan, lalu kalsinasi selama 3 jam pada suhu 500°C. Kemudian mengulangi langkah kegiatan dengan mengubah variasi suhu pada saat memanaskan teflon berisi larutan dan kaca ITO dengan suhu 130°C, 150°C, 180°C, dan 200°C.

Hasil sintesis film TiO₂ dikarakterisasi menggunakan X-ray Diffraction (XRD), Spectroscopy UV-Vis, Scanning Electron Microscopy (SEM).

HASIL DAN DISKUSI

1. Hasil Karakterisasi XRD

a. TiO₂ variasi temperatur



Gambar 1. Detail difaktogram TiO₂ pada sudut 20°-80°

Gambar 1. adalah difaktogram TiO₂ variasi temperatur hidrotermal yaitu 110°C, 130°C, 150°C, 180°C, dan 200°C yang telah dikalsinasi pada suhu 500°C. Gambar tersebut menunjukkan TiO₂ secara berurutan pada temperatur 110°C, 130°C, 150°C, 180 °C , dan 200 °C yaitu dengan puncak *rutile* sebesar 28,100 ° ; 28,052 ° ; 27,970 ° ; 28,100 ° ; dan 28,036°. Adapun parameter kisi TiO₂ dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil UFIT Parameter Kisi

Sampel	<i>a</i> (Å)	<i>c</i> (Å)	R	D
TiO ₂ 110°C	4,591	2,944	0,1155	0,2439
TiO ₂ 130°C	4,607	2,967	0,0406	0,0576
TiO ₂ 150°C	4,636	2,993	0,0960	0,0519
TiO ₂ 180°C	4,654	2,981	0,0369	0,0456
TiO ₂ 200°C	4,571	2,956	0,0633	0,0299

Sampel yang disintesis pada suhu 200°C menunjukkan nilai parameter kisi paling kecil. Hal ini menunjukkan adanya penyusutan dimensi kristal sebagai akibat adanya transisi struktur *rutile* menjadi *anatase*.

Berdasarkan data yang diperoleh dari karakteristik X-Ray Diffraction, dapat digunakan untuk menghitung fraksi anatase dan rutile yang terdapat pada sampel yang

disintesis pada suhu 110, 130, 150, 180, dan 200°C dengan menggunakan persamaan Spuur Myers. Hasil perhitungan menggunakan persamaan ini disajikan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Perbandingan Fraksi Rutile dan Anatase

Sampel	Fraksi Rutile	Fraksi Anatase
TiO ₂ 110°C	0,70	0,30
TiO ₂ 130°C	0,71	0,29
TiO ₂ 150°C	0,68	0,32
TiO ₂ 180°C	0,71	0,29
TiO ₂ 200°C	0,73	0,27

Ukuran dari kristal TiO₂ dapat ditentukan dengan persamaan Scherrer [8], yaitu :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dari persamaan diatas maka dapat diketahui ukuran partikel berdasarkan puncak kristal utama sebagaimana yang ditunjukkan pada Tabel 3.

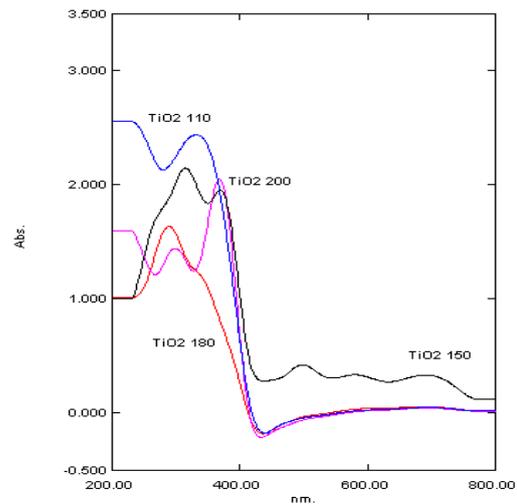
Tabel 3. Ukuran Partikel TiO₂

Suhu	Rutile	Anatase
110°C	19,8701 nm	22,7794 nm
130°C	24,0999 nm	26,7485 nm
150°C	16,9686 nm	18,0897 nm
180°C	23,0855 nm	25,6842 nm
200°C	19,5803 nm	20,5708 nm

2. Karakterisasi UV-Vis TiO₂

Material hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan UV 1700 *pharmaspec uv-vis spectrophotometer specular*

reflectance untuk mengetahui aktivitas absorpsi lapis tipis TiO₂ yang disintesis pada suhu 110 °C, 130 °C , 150 °C, 180 °C , dan 200°C. Spektra absorpsi TiO₂ dapat dilihat pada Gambar 2.

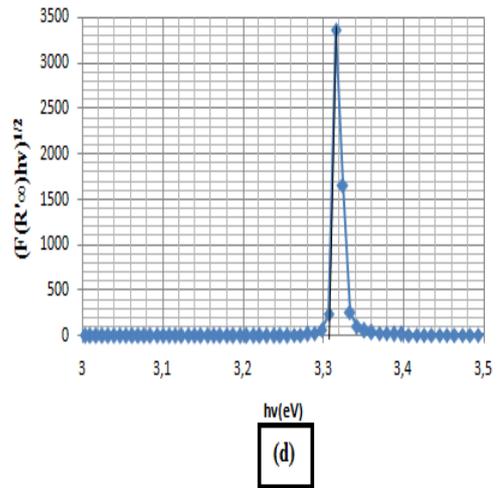
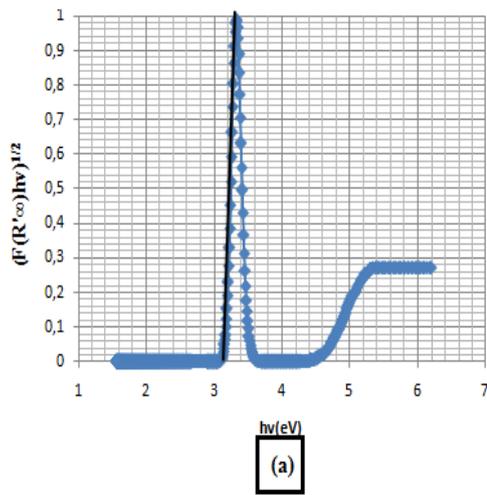


Gambar 2. Spektra UV Senyawa TiO₂ Variasi Suhu

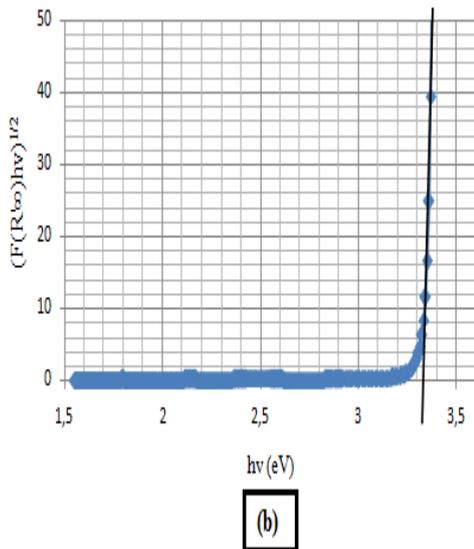
Besar energi celah pita yang terdapat pada senyawa TiO₂ dapat ditentukan menggunakan persamaan Kubelka-Munk:

$$F(R'_{\infty}) = \frac{(1-R'_{\infty})^2}{2R'_{\infty}}$$

Berdasarkan persamaan Kubelka-Munk, dapat diperoleh grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R'_{\infty})h\nu)^{\frac{1}{2}}$. Gambar (3.a-d) menunjukkan cara perhitungan energi celah pitadari TiO₂. Sedangkan besarnya energi celah pita dapat dilihat pada Tabel 4.

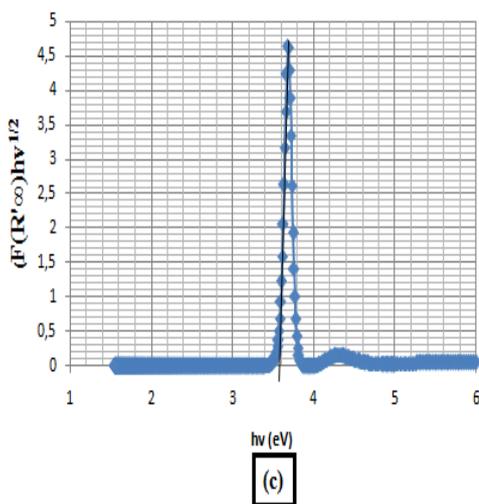


Gambar 3. Grafik Energi Celah Pita Senyawa TiO_2 110°C = (a); TiO_2 150°C = (b); TiO_2 180°C = (c); TiO_2 200°C = (d)

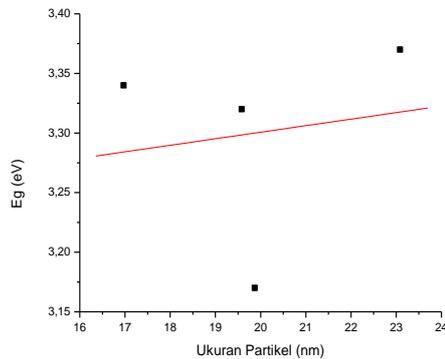


Tabel 4. Nilai energi celah pita TiO_2

Temperatur hidrotermal	E_g
110°C	3,17 eV
150°C	3,34 eV
180°C	3,37 eV
200°C	3,32 eV



Berdasarkan dari Tabel 4. terlihat bahwa semakin tinggi suhu yang digunakan pada sintesis maka semakin tinggi nilai energi celah pita yang diperoleh. Namun tidak demikian dengan sampel yang disintesis pada suhu 200 °C yang menunjukkan energi celah pita yang semakin rendah yaitu 3, 32 eV.



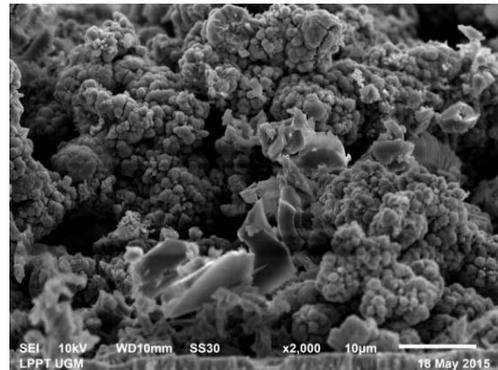
Gambar 4. Grafik Hubungan Energi Celah Pita vs Ukuran Partikel

Pada Gambar 4. menunjukkan hubungan antara energi celah pita dengan ukuran partikel dengan menggunakan persamaan linear $Y = 3,19111 + 0,00548X$.

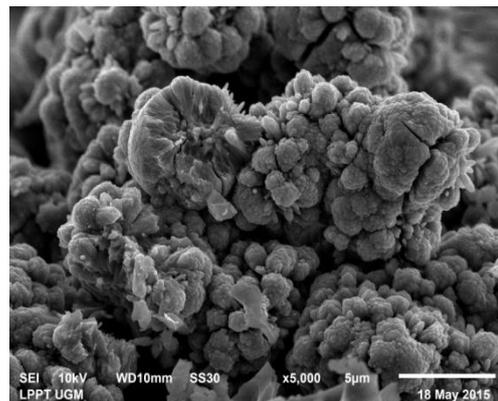
3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Sampel yang dianalisis dengan SEM adalah TiO_2 130 °C, karena senyawa TiO_2 130 °C hasil XRD memiliki puncak-puncak yang lebih teratur. Mikrograf senyawa TiO_2 130 °C tersaji pada Gambar 5 untuk perbesaran 2000x, dan Gambar 6. untuk perbesaran 5000x. Berdasarkan mikrograf SEM senyawa TiO_2 130 °C dengan berbagai perbesaran menunjukkan bentuk yang tidak teratur dan cenderung berbentuk sferis (*spherical*) dengan permukaan

kasar. Sampel TiO_2 130°C memiliki distribusi ukuran antara 5-10 μm dan memiliki ketebalan berkisar 58,183 μm .



Gambar 5. Mikrograf SEM senyawa TiO_2 130°C dengan perbesaran 2000x



Gambar 6. Mikrograf SEM senyawa TiO_2 130°C dengan perbesaran 5000x

SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa Senyawa TiO_2 dapat dipreparasi dengan metode hidrotermal 110 °C, 130 °C, 150 °C, 180 °C, dan 200 °C. Parameter kisi TiO_2 semakin besar sejalan dengan semakin tinggi suhu hidrotermal, kecuali pada suhu 200°C.

Energi celah pita TiO₂ semakin besar sejalan dengan semakin tinggi suhu hidrotermal, kecuali pada suhu 200°C. Energi celah pita TiO₂ semakin besar sejalan dengan semakin tinggi suhu hidrotermal, kecuali pada suhu 200°C.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Prof. A.K. Prodjosantoso, Ph.D. dan Dr. Cahyorini Kusumawardani M.Si. atas segala saran, bantuan, dan masukan selama penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] S.M. Gupta, & Tripathi. (2011). A Review of TiO₂ Nanoparticles. *China Science Bulletin*. 56: 1639-1657.
- [2] O. Carp, C. L. Huisman, A. Reller. (2004). Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*. 32: 33-177.
- [3] M.A. Ahmed, E. E. El-Katori, & Z. H. Gharni. (2013). Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using Fe₂O₃/TiO₂ Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Method. *Journal Alloys and Compounds*. 553: 19-29.
- [4] S. Chin, E. Park, & M. Kim, J. Jurng. (2010). Photocatalytic Degradation of Methylene Blue with TiO₂ Nanoparticles Prepared by a Thermal Decomposition Process. *Powder Technology*. 201: 171-176.
- [5] Takayuki Ban, Yusuke Tanaka, & Yutaka Ohya. (2011). Hydrothermal Synthesis of Highly water Dispersible Anatase Nanocrystals from Transparent aqueous Sols of Tinate Colloids. *Journal Springer Science*. 13: 273-281.
- [6] H.Feng, M.H. Zhang, & L.E. Yu. (2012). Hydrothermal synthesis and Photocatalytic Performance of Metal-Ions Doped TiO₂. *Applied Catalysis A: General*. 413: 238-244.
- [7] D. Y. Choi, J.Y. Park, & J. W. Lee. (2012). Adsorption and Photocatalysis of Spherical TiO₂ Particles Prepared by Hydrothermal Reaction. *Material Letter*. 89: 212-215.
- [8] X. Zhou, Z. Li, & S. Xu. (2008). Preparation and Formation Mechanism of CdS Nano-Films Via Chemical Bath Deposition. *Front. Chemistry China*. 3(1): 18-22.

Artikel ini telah disetujui untuk diterbitkan oleh Pembimbing 1 pada tanggal 09/07/2015.....



Prof. A. K. Prodjosantoso, Ph. D.
NIP. 19601028 198503 1 002

Artikel ini telah direview oleh Penguji Utama pada tanggal 09/07/2015



Dr. Hari Sutrisno

NIP. 19670407 199203 1 002