

# PENGARUH PELARUT TERHADAP KARAKTERISTIK NANOPARTIKEL TITANIUM DIOKSIDA (TiO<sub>2</sub>)

Atik Setyani<sup>1)</sup>, Emas Agus Prastyo Wibowo<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Program Studi Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang  
Email: [setyaniatikatric@gmail.com](mailto:setyaniatikatric@gmail.com), [emasagus@ymail.com](mailto: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 TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> menggunakan pelarut metanol lebih besar jika dibandingkan dengan hasil nano TiO<sub>2</sub> dengan pelarut etanol. Berdasarkan perhitungan ukuran partikel nano TiO<sub>2</sub> menggunakan persamaan *Debye-Scherer* didapatkan ukuran nano TiO<sub>2</sub> menggunakan metanol sebesar 13.78 nm sedangkan nano TiO<sub>2</sub> menggunakan etanol sebesar 34.26 nm.

Kata Kunci: Pelarut, sol-gel, titanium dioksida

## EFFECT OF SOLVENTS ON THE CHARACTERISTICS OF NANOPARTICLES TITANIUM DIOXIDE (TiO<sub>2</sub>)

### 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 TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> anatase phase using methanol solvent is greater when compared with the results of nano TiO<sub>2</sub> with ethanol. Based on the calculation of nano TiO<sub>2</sub> particle size using equation *Debye-Scherer* obtained nanosized TiO<sub>2</sub> using methanol amounted to 13.78 nm while the nano TiO<sub>2</sub> 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 (TiO<sub>2</sub>) merupakan salah satu material *science* yang

menarik untuk dikaji dan dikembangkan dalam berbagai penelitian karena sifat yang dimilikinya. TiO<sub>2</sub> yang memiliki sifat nontoksik menjadi salah satu pilihan utama untuk dikembangkannya dalam sintesis material berbahan TiO<sub>2</sub> (Sekino, 2010).

Sol gel merupakan salah satu metode yang digunakan untuk melakukan *synthesis* nano TiO<sub>2</sub>. Selain mudah, metode sol gel banyak dipilih karena dapat digunakan untuk mengontrol pembentukan fasa dan ukuran nano TiO<sub>2</sub> Desong *et al.*, (2011). Senyawa yang digunakan dalam sintesis TiO<sub>2</sub>

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 TiO<sub>2</sub> perlu dilakukan.

## METODE PENELITIAN

### Bahan dan Alat

TiPP (Titanium (IV) isopropoxide) kadar 97% (Sigma-Aldrich), NaOH (Merck), CH<sub>3</sub>COOH (Merck), metanol, ethanol, Aquades, Indikator Universal (Merck) dan kertas saring.

### Preparasi sampel

Preparasi nano TiO<sub>2</sub> dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan perkursor 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 CH<sub>3</sub>COOOH. Penambahan asam dilakukan sampai pH  $\pm 1$  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

$\pm 5$  jam. Proses aging dilakukan selama 48 jam dan dilanjutkan dengan pengovenan. Kalsinasi TiO<sub>2</sub> dilakukan pada suhu 450°C dilanjutkan dengan karakterisasi XRD. Terdapat 2 sampel dimana sampel A (metanol, AA); sampel B (etanol, AA).

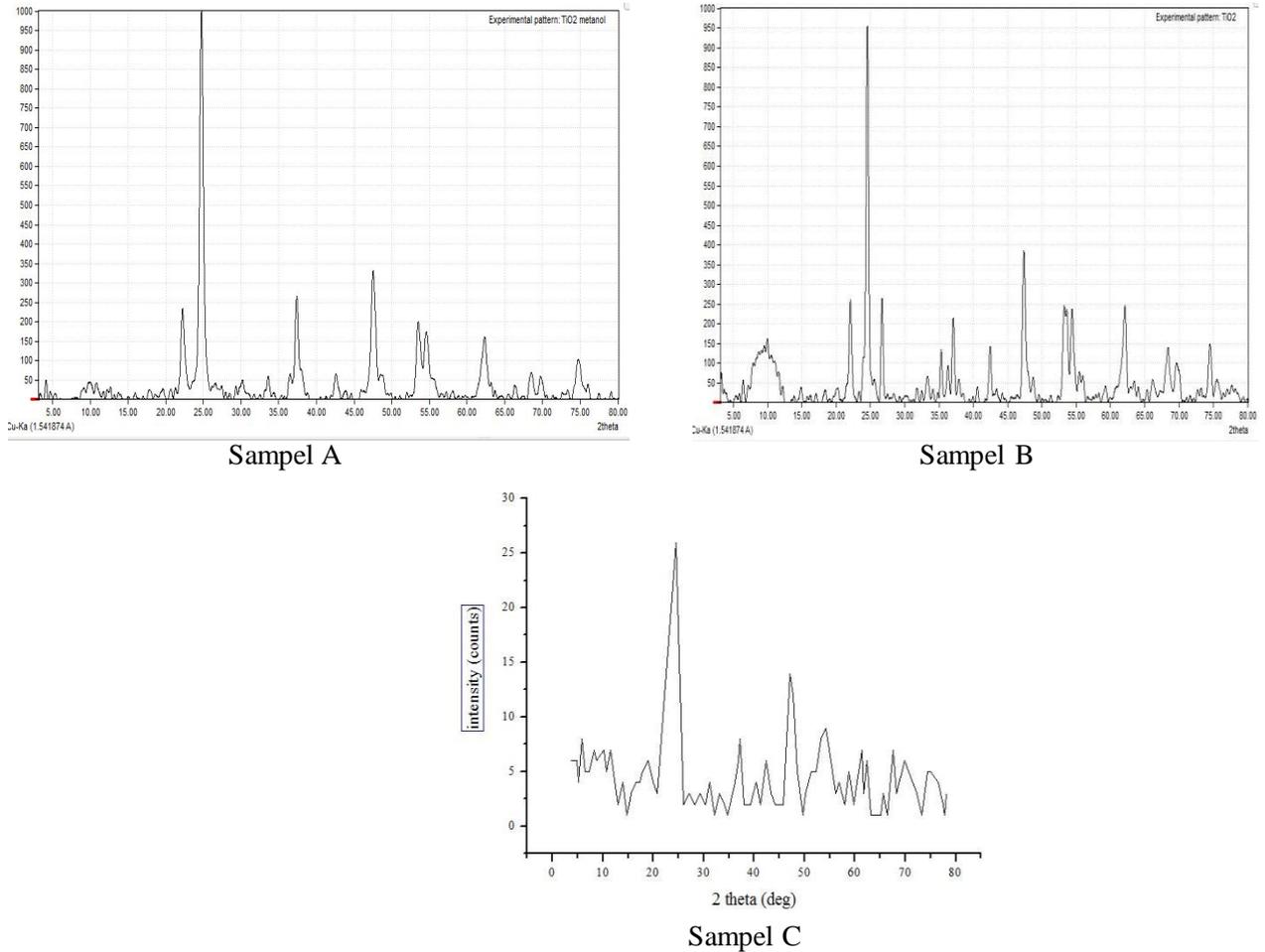
Sampel C disintesis dengan cara 25 mL TTiP yang dilarutkan dalam 8 mL dengan diaduk magnetic stirrer. Kemudian campuran ditambahkan ke dalam 200 mL aquades dan diaduk selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 3 mL HNO<sub>3</sub> dan diaduk selama 60 menit, didiamkan selama 3 hari dalam suhu kamar. Gel yang 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 TiO<sub>2</sub>.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis nanopartikel TiO<sub>2</sub> 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 (Besekhouad *et al.*, 2003). Difaktogram XRD pada gambar 1 menunjukkan bahwa penggunaan methanol meningkatkan kristalinitas nanopartikel TiO<sub>2</sub>.

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 TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel.

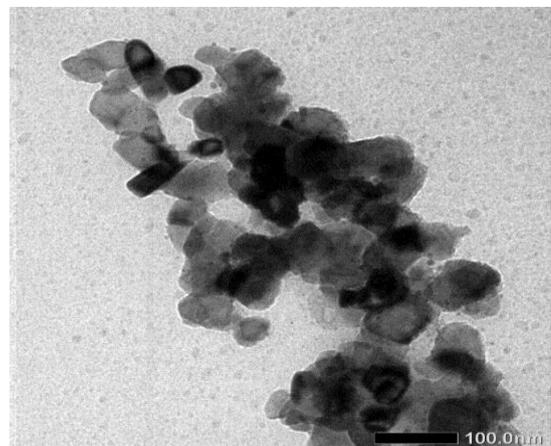


Gambar 1. Difraktogram XRD Nano TiO<sub>2</sub> Sampel A , Sampel B, dan Sampel C

Berdasarkan JCPDS card nomor 84-1286 menunjukkan difraktogram nano TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> menggunakan pelarut metanol lebih besar jika dibandingkan dengan hasil nano tio2 dengan pelarut etanol. Berdasarkan perhitungan ukuran partikel nano TiO<sub>2</sub> menggunakan persamaan *Debye-Scherer* didapatkan ukuran nano TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> sudah terbentuk.



Gambar 2. Analisis nanopartikel TiO<sub>2</sub> menggunakan pelarut metanol.

## KESIMPULAN

Pelarut pada proses sintesis nanopartikel TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Journal of Desalination* 278 (2011) 10–17.
- Bessekhouad, Y., D. Robert., J.V. Weber. 2003. Synthesis of Photocatalytic TiO<sub>2</sub> 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 TiO<sub>2</sub> 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.