

## PENGARUH VISKOSITAS LARUTAN TERHADAP KARAKTERISTIK NANOFIBER TiO<sub>2</sub> YANG DIBUAT MENGGUNAKAN TEKNIK *ELECTROSPINNING*

AMALIA ROHMAH<sup>1</sup>, ANNISA APRILIA<sup>2</sup>, FERRY FAIZAL<sup>2</sup>, LUSI SAFRIANI<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat, Telp. 022-7796014

<sup>2</sup>Departemen Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran, Jl. Raya Bandung-Sumedang Km 21, Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat, Telp. 022-7796014

**Abstrak.** Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) menarik perhatian karena memiliki *band gap* yang lebar (3,2 eV), luas permukaan yang tinggi, tidak beracun, dan stabilitas termal dan kimia yang baik. TiO<sub>2</sub> dalam bentuk nanofiber telah digunakan dalam berbagai aplikasi karena memiliki rasio permukaan volume dan porositas yang tinggi. Pada penelitian ini, telah berhasil dibuat nanofiber TiO<sub>2</sub> menggunakan metode *electrospinning*. Nanofiber TiO<sub>2</sub> dihasilkan dari larutan prekursor titanium (IV) isopropoksida (TTIP) dan polivinil asetat dengan variasi viskositas larutan 75 mPas, 100 mPas, dan 140 mPas. Morfologi, struktur kristal dan sifat optik dari nanofiber TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan kemudian diamati masing-masing menggunakan *scanning electron microscope* (SEM), *x-ray diffraction* (XRD) dan spektroskopi UV-Vis. Pada proses *electrospinning* digunakan tegangan 12 kV dan jarak ujung jarum ke kolektor sejauh 10 cm, lalu dilakukan proses kalsinasi pada suhu 450°C selama 45 menit. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM, larutan dengan viskositas 140 mPas menghasilkan nanofiber yang kontinyu, sedikit *beads* dan sedikit aglomerasi, meskipun belum homogen. Dari hasil XRD, diidentifikasi bahwa struktur TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan adalah anatase. Hasil spektroskopi UV-Vis menunjukkan bahwa *energy gap* dari TiO<sub>2</sub> nanofiber untuk masing-masing viskositas adalah 3,2 eV.

**Kata kunci:** TiO<sub>2</sub>, Nanofiber, *Electrospinning*, Viskositas, Anatase

**Abstract.** Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) attracts attention because of its wide band gap (3.2 eV), high surface area, non-toxicity, and good thermal and chemical stability. TiO<sub>2</sub> in the form of nanofibers has been used in various applications because of its high surface-to-volume ratio and porosity. In this study, TiO<sub>2</sub> nanofibers have been successfully fabricated using the *electrospinning* method. TiO<sub>2</sub> nanofibers were produced from a precursor solution of titanium (IV) isopropoxide (TTIP) and Polyvinyl Acetate with various in viscosity of 75 mPas, 100 mPas, and 140 mPas. The morphology, crystal structure and optical properties of the resulting TiO<sub>2</sub> nanofibers were then observed using a scanning electron microscope (SEM), x-ray diffraction (XRD) and UV-Vis spectroscopy, respectively. In the *electrospinning* process, a voltage of 12 kV is used and the distance from the tip of the needle to the collector is 10 cm, then the calcination process is carried out at a temperature of 450°C for 45 minutes. Based on the results of SEM characterization, a solution with a viscosity of 140 mPas produced continuous nanofibers, few beads and a little agglomeration, although not yet homogeneous. From the XRD results, it was identified that the structure of TiO<sub>2</sub> produced was anatase. The results of UV-Vis spectroscopy showed that the energy gap of TiO<sub>2</sub> nanofiber for each viscosity was 3.2 eV.

**Keywords:** TiO<sub>2</sub>, Nanofiber, *Electrospinning*, Viskosity, Anatase

### 1. Pendahuluan

TiO<sub>2</sub> adalah salah satu semikonduktor yang memiliki sifat optik dan elektronik yang baik. Fase anatase TiO<sub>2</sub> memiliki energi celah pita 3,2 eV dengan luas permukaan yang luas, bersifat fotosensitif, ramah lingkungan (tidak beracun), ketersediaannya melimpah dan murah, serta stabilitas termal dan kimia yang tinggi [1]. TiO<sub>2</sub> dalam struktur nanofiber telah mendapat perhatian para peneliti karena memiliki luas permukaan yang tinggi, strukturnya yang berpori dengan sifat

---

\*Email : [lusi.safriani@phys.unpad.ac.id](mailto:lusi.safriani@phys.unpad.ac.id)

fisik dan mekanik yang baik, sehingga banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang dimana porositas tinggi dibutuhkan [2,3].

Dalam beberapa tahun terakhir, *electrospinning* merupakan salah satu teknik untuk menghasilkan *nanofiber*. Serat yang dihasilkan dari teknik *electrospinning* memiliki panjang yang kontinyu dan diameter mulai dari orde nanometer sampai mikrometer [4]. Selain menghasilkan serat yang panjangnya kontinyu, teknik ini relatif cepat dan sederhana, biaya komparatif yang rendah, juga tingkat produksi yang relatif tinggi [3]. Prinsip kerjanya ialah larutan polimer yang ada di dalam tabung (*syringe*) disemprotkan dengan kecepatan yang konstan dan dapat diatur. Polimer tersebut keluar melalui lubang *spinneret (jet)* yang kemudian ditarik dengan energi elektrostatik dari tegangan listrik arus DC. Serat hasil *electrospinning* yang terbentuk dikumpulkan pada *collector screen* [5].

Onozuka, dkk telah berhasil membuat *nanofiber* TiO<sub>2</sub> menggunakan *electrospinning* dengan parameter tegangan 20 kV dan jarak antara ujung jarum dengan kolektor sebesar 14 cm [6]. Hasilnya menunjukkan serat terkalsinasi terdiri dari kristal nano dengan diameter sekitar 20 nm. Song, dkk juga telah berhasil membentuk TiO<sub>2</sub> nanofiber menggunakan *electrospinning* sebagai elektroda pada DSSC dengan parameter tegangan 15 kV, jarak antara ujung jarum ke kolektor sebesar 10 cm, dan laju alir yang digunakan 16  $\mu$ L/menit [7]. Dari penelitian tersebut didapatkan diameter nanofiber sebesar 200-600 nm. Nair, dkk berhasil membuat TiO<sub>2</sub> nanofiber menggunakan metode *electrospinning* dengan parameter tegangan 30 kV, laju alir yang digunakan sebesar 1 mL/jam, dan jarak ujung jarum ke kolektor sejauh 10 cm [8]. Diameter nanofiber yang diperoleh dari penelitian tersebut sebesar 50-200 nm.

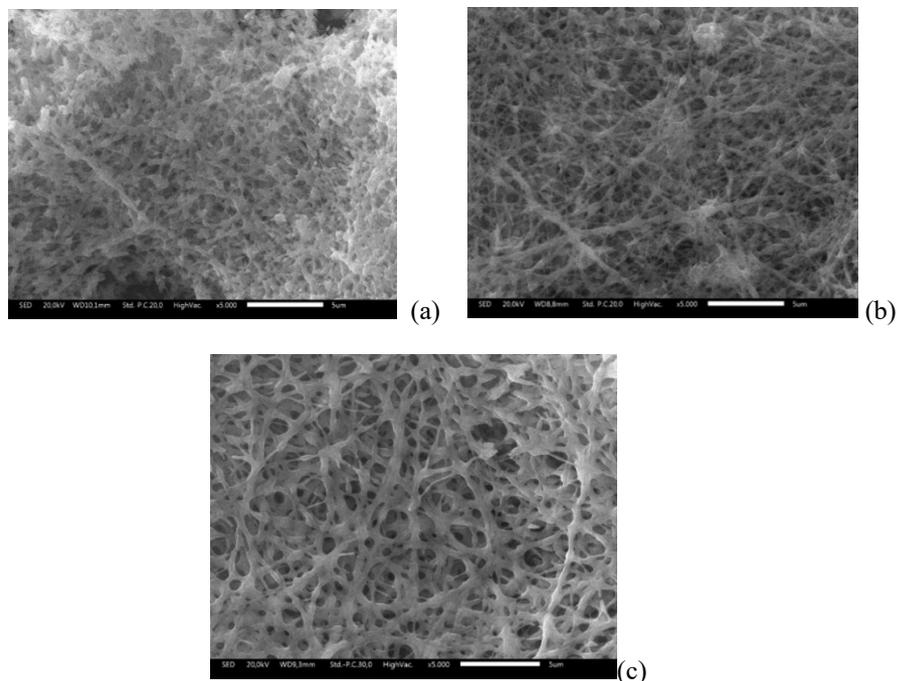
Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut, morfologi dan diameter *nanofiber* yang dihasilkan menggunakan teknik *electrospinning* bergantung pada beberapa parameter seperti viskositas larutan, jarak ujung jarum ke kolektor, laju aliran, tegangan, dan temperatur [9]. Dalam penelitian ini, dilakukan fabrikasi *nanofiber* TiO<sub>2</sub> menggunakan teknik *electrospinning* dengan prekursor titanium (IV) isopropoksida, triton X-100 dan matriks polimer polivinil asetat yang dicampurkan dalam N,N-dimetilformamida (DMF) sebagai pelarut dan ditambahkan asam asetat. Parameter yang divariasikan yaitu viskositas larutan, mulai dari 75 mPas, 100 mPas, dan 140 mPas. Pengaruh variasi viskositas larutan yang berbeda terhadap morfologi nanofiber akan diamati.

## 2. Eksperimen

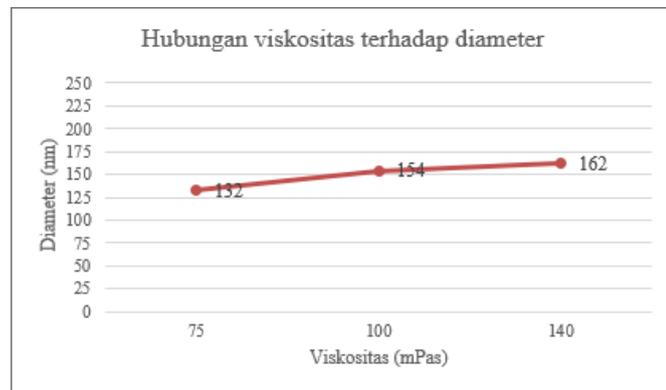
Sintesis *nanofiber* TiO<sub>2</sub> dilakukan menggunakan teknik *electrospinning* dengan menggunakan prekursor 1,1 ml titanium (IV) isopropoksida (TTIP), 0,6 ml Triton-X, 0,52 gr polivinil asetat (PVAc), 4 ml N,N-dimetilformamida (DMF), dan 0,2 ml asam asetat yang diaduk selama 12 jam sehingga diperoleh larutan dengan viskositas 75 mPa.s. Untuk membuat larutan dengan viskositas masing-masing 100 mPa.s dan 140 mPa.s diperlukan pelarut DMF masing-masing sebanyak 3,5 ml dan 3 ml. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam *sput/syringe* dengan jarum yang terhubung dengan *power supply* tegangan tinggi. Tegangan yang digunakan pada eksperimen ini sebesar 12 kV dengan laju alir 0,7 ml/jam. Nanofiber komposit TTIP/PVAc yang terbentuk akan terkumpul pada substrat FTO yang ditempel pada pelat kolektor. Jarak kolektor dari ujung jarum sejauh 10 cm. Kemudian, sampel yang diperoleh dievaporasi pada suhu 80°C selama 1 jam. Dengan laju pemanasan 1°C/menit sampel dikalsinasi. Setelah mencapai suhu 450°C, kalsinasi dipertahankan pada suhu tersebut selama 45 menit dan didinginkan hingga suhu ruang [10]. Karakteristik TiO<sub>2</sub> nanofiber yang dihasilkan pada eksperimen ini diuji menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologinya, *x-ray diffraction* (XRD) untuk menentukan fasa dan struktur kristal yang terbentuk, serta spektroskopi UV-Vis untuk mendapatkan sifat optik dari sampel.

### 3. Hasil dan Diskusi

Gambar 1. menunjukkan SEM dari *nanofiber* TiO<sub>2</sub> yang dibuat dari variasi viskositas larutan. Berdasarkan foto SEM tersebut terlihat jelas keberadaan *beads* dan aglomerasi semakin berkurang seiring dengan meningkatnya viskositas larutan. Diameter rata-rata *nanofiber* TiO<sub>2</sub> yang terbentuk dari viskositas larutan 75 mPa.s, 100 mPa.s, dan 140 mPa.s masing-masing sebesar 116-148 nm, 138-170 nm, dan 142-182 nm. Hal ini menunjukkan bahwa peningkatan viskositas larutan mempengaruhi morfologi dan ukuran diameter nanofiber. Viskositas larutan berkaitan dengan konsentrasi dari larutan. Jika konsentrasi larutan rendah, medan listrik dan tegangan permukaan yang diterapkan menyebabkan rantai polimer pecah menjadi fragmen sebelum mencapai kolektor sehingga terbentuk *beads*. Tetapi, meningkatkan konsentrasi di luar nilai kritis (konsentrasi di mana serat nano seragam tanpa adanya *beads*) akan menghambat aliran larutan melalui ujung jarum (larutan polimer mengering di ujung jarum logam dan menghalanginya), yang pada akhirnya menghasilkan cacat pada *nanofibers* atau *beads* [9]. Berdasarkan perhitungan distribusi diameter serat, ditemukan hubungan bahwa semakin besar viskositas, akan menambah ukuran diameter *nanofiber* (Gambar 2). Peningkatan viskositas larutan disebabkan peningkatan konsentrasi larutan yang kemudian meningkatkan ikatan di antara rantai polimer. Hal ini menyebabkan gaya elektrostatis sulit menarik larutan untuk mengalami pemanjangan dan penipisan, sehingga dihasilkan diameter *nanofiber* yang lebih besar [9, 11]. Diameter *nanofiber* yang dihasilkan tidak terlalu dipengaruhi oleh laju alir, namun laju alir mempengaruhi morfologi dari *nanofiber* yang dihasilkan [12].

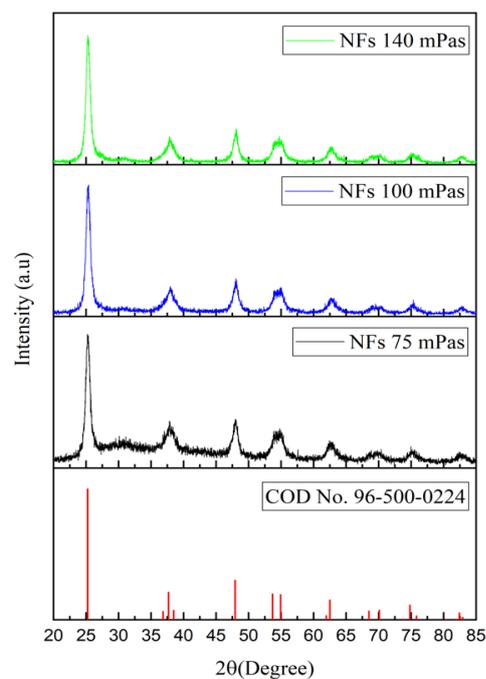


**Gambar 1.** Hasil pengujian SEM dengan laju alir 0,7 ml/jam pada viskositas larutan (a) 75 mPa.s, (b) 100 mPa.s, dan (c) 140 mPa.s.



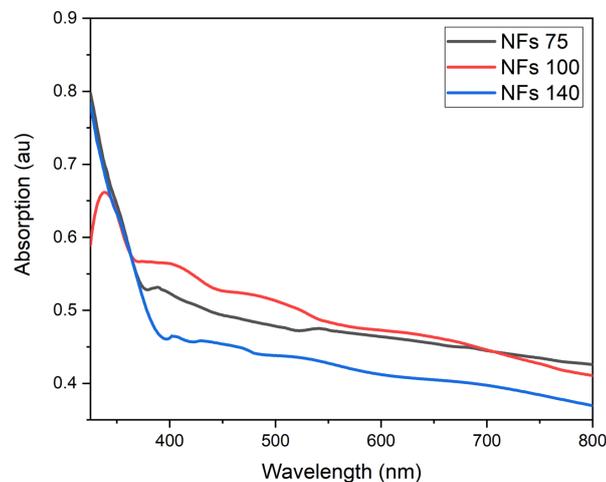
**Gambar 2.** Hubungan viskositas terhadap diameter TiO<sub>2</sub> nanofiber

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi XRD dari TiO<sub>2</sub> nanofiber dengan variasi viskositas larutan sebesar 75 mPa.s, 100 mPa.s, dan 140 mPa.s setelah dilakukan kalsinasi pada suhu 450°C. Pola difraksi hasil pengukuran dibandingkan dengan pola difraksi dari data *Crystallography Open Database* (COD) No. 96-500-0224 (anatase). *Nanofiber* dengan viskositas larutan 75 mPa.s memiliki puncak difraksi pada  $2\theta$  sebesar 25,25°; 37,89°; 47,92°; 54,76°; 62,6°; 68,66°; 75,05°; dan 82,56°, sedangkan pada *nanofiber* dengan viskositas larutan 100 mPa.s puncak difraksi berada pada 25,28°; 37,89°; 47,97°; 54,79°; 62,71°; 70,12°; 75,16°; dan 82,67°, kemudian *nanofiber* dengan viskositas larutan 140 mPa.s puncak difraksi berada pada  $2\theta$  25,3°; 37,89°; 47,99°; 54,81°; 62,67°; 70,09°; 75,19°; dan 82,77°. Puncak difraksi ini sesuai dengan puncak difraksi dari struktur anatase pada data *Crystallography Open Database* (COD). Pada pola difraksi *nanofiber* TiO<sub>2</sub> dengan viskositas 75 mPa.s terdapat puncak lebar sekitar  $2\theta = 30^\circ$ , yang menunjukkan keberadaan PVAc semikristalin dalam *nanofiber* [7, 13].



**Gambar 3.** Hasil karakterisasi XRD TiO<sub>2</sub> nanofiber

Gambar 4 menunjukkan spektrum UV-Vis dari TiO<sub>2</sub> nanofiber dengan variasi viskositas. Absorbansi maksimum pada *nanofiber* TiO<sub>2</sub> dengan viskositas 75 mPa.s dan 140 mPa.s terjadi pada panjang gelombang 327 nm, sedangkan untuk *nanofiber* TiO<sub>2</sub> dengan viskositas 100 mPa.s, absorbansi maksimum terjadi pada panjang gelombang 338 nm. Nilai *band gap* dari setiap variasi viskositas dihitung menggunakan metode *Tauc plot*. Diperoleh *band gap* sebesar 3,204 eV untuk *nanofiber* TiO<sub>2</sub> dengan viskositas 75 mPas, 3,203 eV untuk TiO<sub>2</sub> nanofiber 100 mPas, dan TiO<sub>2</sub> nanofiber dengan viskositas 140 mPas sebesar 3,204 eV. Nilai *energy gap* yang dihasilkan dari masing-masing viskositas seperti diperlihatkan pada Tabel berkisar pada 3,2 eV, nilai tersebut sesuai dengan *energy gap* dari TiO<sub>2</sub> anatase [14].



**Gambar 4.** Grafik hasil karakterisasi UV-Vis TiO<sub>2</sub> nanofiber

**Tabel 1.** Energy gap dari TiO<sub>2</sub> nanofiber dari variasi viskositas

Sampel	Energi gap (eV)
TiO <sub>2</sub> NFs (75 mPas)	3,204
TiO <sub>2</sub> NFs (100 mPas)	3,203
TiO <sub>2</sub> NFs (140 mPas)	3,207

#### 4. Kesimpulan

*Nanofiber* TiO<sub>2</sub> telah difabrikasi menggunakan metode *electrospinning*. Pada penelitian ini diamati semakin besar viskositas akan terjadi pengurangan *beads* dan aglomerasi serta penambahan ukuran diameter *nanofiber* yang dihasilkan. Hasil uji SEM menunjukkan bahwa nanofiber yang terbentuk dengan viskositas 140 mPa.s memiliki serat yang kontinyu dengan diameter 142-182 nm, meskipun masih terdapat sedikit *beads* dan aglomerasi, serta belum homogen. Berdasarkan pengukuran pola difraksi XRD, menunjukkan bahwa *nanofiber* TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan memiliki struktur anatase. *Energy gap* dari *nanofiber* TiO<sub>2</sub> untuk masing-masing variasi viskositas sebesar 3,2 eV.

## 5. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terimakasih disampaikan oleh Penulis kepada Direktorat Riset, Pengabdian Masyarakat dan Inovasi (DRPMI) Universitas Padjadjaran atas dukungan dana penelitian melalui Hibah Penelitian Dasar Unggulan Perguruan Tinggi (PDUPT) dengan nomor kontrak 2064/UN6.3.1/PT.00/2022 tanggal 17 Maret 2022.

## Daftar Pustaka

- [1]. H. Y. Wang, Y. Yang, X. Li, L. J. Li, and C. Wang. (2010). *Preparation and Characterization of Porous TiO<sub>2</sub>/ZnO Composite Nanofibers via Electrospinning*. *Chinese Chem. Lett.*, vol. 21, no. 9, pp. 1119–1123.
- [2]. S. I. Boyadjiev *et al.* (2017). *TiO<sub>2</sub>/ZnO and ZnO/TiO<sub>2</sub> Core/Shell Nanofibers Prepared by Electrospinning and Atomic Layer Deposition for Photocatalysis and Gas Sensing*. *Appl. Surf. Sci.* vol. 424, pp. 190–197.
- [3]. S. Ramakrishna, K. Fujihara, W. E. Teo, T. Yong, Z. Ma, and R. Ramaseshan. (2006). *Electrospun Nanofibers: Solving Global Issues*. *Mater. Today*, vol. 9, no. 3, pp. 40–50.
- [4]. P. D. Dalton, D. Klee, and M. Möller. (2005). *Electrospinning with Dual Collection Rings*,” *Polymer (Guildf)*. Vol. 46, no. 3, pp. 611–614, 2005.
- [5]. R. Vijayalakshmi and V. Rajendran. (2012). *Synthesis and Characterization of Nano-TiO<sub>2</sub> via Different Methods*. *Sch. Res. Libr.*, vol. 4, no. 2, pp. 1183–1190.
- [6]. K. Onozuka *et al.* (2006). *Electrospinning Processed Nanofibrous TiO<sub>2</sub> Membranes for Photovoltaic Applications*. *Nanotechnology*, Vol. 17, no. 4, pp. 1026–1031.
- [7]. M. Y. Song, D. K. Kim, K. J. Ihn, S. M. Jo, and D. Y. Kim. (2004). *Electrospun TiO<sub>2</sub> Electrodes for Dye-sensitized Solar Cells*. *Nanotechnology*. Vol. 15, no. 12, pp. 1861–1865.
- [8]. A. S. Nair, R. Jose, Y. Shengyuan, and S. Ramakrishna. (2011). *A Simple Recipe for An Efficient TiO<sub>2</sub> Nanofiber-based Dye-sensitized Solar Cell*. *J. Colloid Interface Sci.* Vol. 353, no. 1, pp. 39–45.
- [9]. A. Haider, S. Haider, and I. Kang. (2018). *A Comprehensive Review Summarizing The Effect of Electrospinning Parameters and Potential Applications of Nanofibers in Biomedical and Biotechnology*. *Arab. J. Chem.*, Vol. 11, no. 8, pp. 1165–1188.
- [10]. P. Du *et al.* (2012). *Coaxial Electrospun TiO<sub>2</sub>/ZnO Core-Sheath Nanofibers Film: Novel Structure for Photoanode of Dye-sensitized Solar Cells*. *Electrochim. Acta*, Vol. 78, pp. 392–397.
- [11]. N. P. Trisnayanti, “Metode sintesis nanopartikel,” *Univ. Indones.*, no. 3, pp. 1–4, 2020.
- [12]. H. Widiyandari and A. Purwanto. (2015). *Sintesa Nanofiber Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Anatase Menggunakan Metode Electrospinning*. *Reaktor*. Vol. 15, no. 4.
- [13]. H. Kokubo, B. Ding, T. Naka, H. Tsuchihira, and S. Shiratori. (2007). *Multi-core Cable-like TiO<sub>2</sub> Nanofibrous Membranes for Dye-sensitized Solar Cells*. *Nanotechnology*, Vol. 18, no. 16.
- [14]. S. N. Karthick, K. V. Hemalatha, S. K. Balasingam, F. Manik Clinton, S. Akshaya, and H. J. Kim. (2019). *Dye-sensitized Solar Cells: History, Components, Configuration, and Working Principle*. *Interfacial Eng. Funct. Mater. Dye. Sol. Cells*. pp. 1–16.