

# Fabrikasi Lapisan TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Spin-Coating dengan Variasi Pengadukan dan Karakterisasi Sifat Optisnya

Vicran Zharvan,\* Risqa Daniyati, Hadi Santoso, Nur Ichzan AS, Gatut Yudoyono, dan Darminto†  
Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111

## Intisari

Telah dilakukan penelitian mengenai fabrikasi lapisan TiO<sub>2</sub> dengan metode spin-coating. Serbuk TiO<sub>2</sub> disintesis dengan menggunakan metode ko-presipitasi yang diperoleh dari prekursor TiCl<sub>3</sub> dengan variasi waktu pengadukan 5, 10 dan 25 jam. Serbuk TiO<sub>2</sub> selanjutnya diuji XRD untuk mengetahui fasa yang terkandung. Analisis fasa menunjukkan bahwa semua serbuk yang disintesis memiliki fasa anatase dengan ukuran kristal 11,8 nm; 10,7 nm dan 9,6 nm seiring meningkatnya lama waktu pengadukan. Lapisan TiO<sub>2</sub> difabrikasi dengan menggunakan metode *spin coating* dan dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan UV-Vis spektrofotometer untuk mengetahui struktur, morfologi dan sifat optik. Keseluruhan lapisan yang telah difabrikasi memiliki fase anatase dengan morfologi permukaan yang kurang merata serta lapisan memiliki nilai celah energi  $3,99 \pm 0,2$  eV;  $3,98 \pm 0,2$  eV dan  $3,97 \pm 0,2$  eV berurutan untuk lapisan 5, 10 dan 25 jam bergantung pada serbuk dan perlakuan saat fabrikasi.

## Abstract

Fabrication of TiO<sub>2</sub> film has been conducted. TiO<sub>2</sub> nanopowders were prepared by co-precipitation method from TiCl<sub>3</sub> as a precursor by varying their mixing time duration 5, 10 and 25 hours. TiO<sub>2</sub> nanopowders were checked using XRD to examine their structure and having anatase phase with crystalline size of 11.8 nm, 10.7 nm and 9.6 nm respectively for the corresponding mixing duration. TiO<sub>2</sub> film were fabricated using spin coating method then checked using XRD, SEM and UV-Vis spectrophotometer to examine their structure, morphology and optical properties. The prepared films also contain an anatase phase of TiO<sub>2</sub> with non-uniform morphology and their respective band gap value are  $3.99 \pm 0.2$  eV,  $3.98 \pm 0.2$  eV and  $3.97 \pm 0.2$  eV depending on the powders and their treatment.

KATA KUNCI: TiO<sub>2</sub>, anatase, XRD, spin-coating, UV-Vis

## I. PENDAHULUAN

Titanium dioksida merupakan material polimorpi dengan tiga bentuk fase yakni fase anatase, rutil dan brookite. Anatase merupakan struktur yang memiliki sifat fotokatalis yang baik jika dibandingkan dengan rutil atau brookite [1]. Oleh karena itu, sangat penting untuk memperhatikan parameter seperti struktur kristal, morfologi permukaan dan kestabilan fasa [2] dalam menyintesis serbuk TiO<sub>2</sub> yang akan diaplikasikan sebagai fotokatalis.

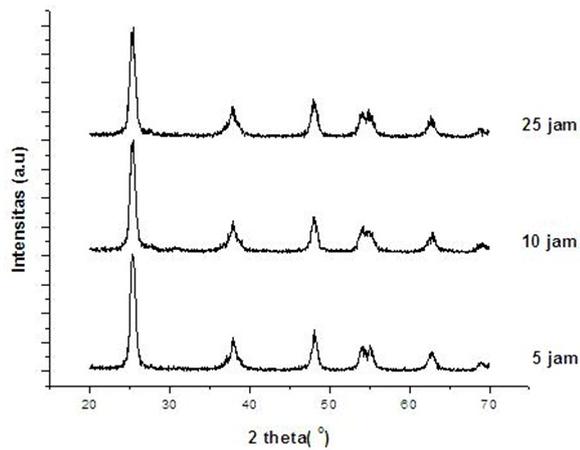
Terdapat berbagai metode untuk menyintesis material TiO<sub>2</sub> seperti sol-gel. Dengan menggunakan metode ini, serbuk TiO<sub>2</sub> berhasil disintesis dengan fasa anatase dan memiliki ukuran kristal sebesar 7 nm untuk metode sol-gel [3]. Selain menggunakan metode sol-gel, TiO<sub>2</sub> juga dapat disintesis dengan metode sintesis pembakaran, fasa gas [2] ataupun de-

ngan metode ko-presipitasi dalam keadaan hidrotermal. Keuntungan menggunakan metode ko-presipitasi karena dapat dikerjakan pada temperatur rendah serta kemudahan mengatur ukuran partikel. Hasil yang diharapkan dengan menggunakan metode ini adalah diperolehnya ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen dibandingkan dengan metode pencampuran larutan padat dan ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan metode sol-gel [4]. Salah satu parameter yang dapat divariasikan adalah dengan cara memvariasikan lama waktu pengadukan.

Dalam aplikasinya, TiO<sub>2</sub> dengan fasa anatase memiliki aktivitas yang baik dalam aplikasi fotokatalis. Perkembangan TiO<sub>2</sub> sebagai material fotokatalis mengalami perkembangan yakni dalam bentuk serbuk menuju ke bentuk lapisan yang selanjutnya diaplikasikan sebagai material *self-cleaning*. Selain itu, material TiO<sub>2</sub> banyak dimanfaatkan sebagai material yang bersifat penjernihan lingkungan serta dekomposisi dye pada limbah buangan. Salah satu metode untuk mencapai hal tersebut adalah dengan membuat lapisan TiO<sub>2</sub>. Lapisan TiO<sub>2</sub> dapat diperoleh dengan berbagai cara seperti: *dip coating*, *sputtering*, CVD, MOCVD [5], dan *spin coating*.

\*E-MAIL: vicran.zharvan@gmail.com

†E-MAIL: darminto@physics.its.ac.id



Gambar 1: Difraktogram difraksi sinar-X dari serbuk  $\text{TiO}_2$  sebagai fungsi lama waktu pengadukan.

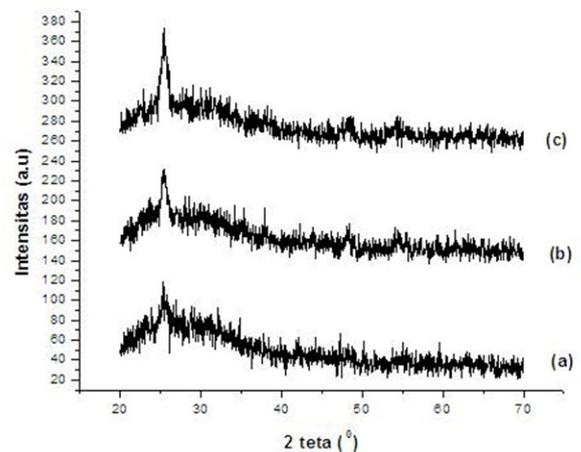
Metode pembuatan lapisan  $\text{TiO}_2$  telah banyak diteliti. Seperti yang telah dilaporkan oleh Senthil *et al.* yang berhasil memfabrikasi lapisan  $\text{TiO}_2$  dengan fasa anatase serta ukuran butir 19 nm [6] dan diperoleh nilai energi gap sebesar 3,7 eV [7].

Pada paper ini, dilaporkan tentang fabrikasi lapisan  $\text{TiO}_2$  diperoleh dari material  $\text{TiO}_2$  serbuk yang telah disintesis menggunakan metode ko-presipitasi kemudian dilapiskan ke substrat kaca menggunakan metode *spin coating*. Lapisan  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi XRD, SEM dan UV-Vis spektrofotometer untuk mengetahui struktur, morfologi dan sifat optiknya.

## II. METODE PENELITIAN

Sintesis serbuk  $\text{TiO}_2$  diperoleh dari  $\text{TiCl}_3$  15% (Merck),  $\text{NH}_4\text{OH}$  28,9% (Aldrich) dan air destilasi.  $\text{TiCl}_3$  15% dilarutkan ke dalam air destilasi kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik stirrer selama 5 jam. Larutan selanjutnya dititrasi dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  hingga diperoleh pH 9 kemudian diaduk kembali hingga larutan berwarna putih. Larutan yang diperoleh didiamkan selama 24 jam dan dicuci hingga pH 7 kemudian diendapkan. Presipitat yang diperoleh dikalsinasi selama 3 jam pada temperatur  $400^\circ\text{C}$ . Serbuk  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh kemudian dikarakterisasi difraksi sinar-X (XPert MPD). Kegiatan yang sama kembali dilakukan untuk waktu pengadukan 10 jam dan 25 jam [8].

Lapisan  $\text{TiO}_2$  difabrikasi dengan cara mencampurkan serbuk  $\text{TiO}_2$  dan ethyl cellulose (Aldrich) dan terpeneol (Aldrich) dengan perbandingan massa 1:1:7. Larutan  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh selanjutnya diteteskan ke atas substrat kaca yang sebelumnya telah dibersihkan menggunakan etanol. Substrat yang telah ditetesi dengan larutan  $\text{TiO}_2$  diletakkan pada alat spin coater dan diputar pada kecepatan 3000 rpm selama 10 sekon kemudian dipanaskan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Lapisan  $\text{TiO}_2$  dikarakterisasi menggunakan XRD (XPert MPD), SEM (EVO MA) dan UV-Vis spektrofotome-



Gambar 2: Difraktogram difraksi sinar-X dari lapisan  $\text{TiO}_2$ : (a) 5 jam, (b) 10 jam dan (c) 25 jam.

ter (Genesys 10S UV-Vis).

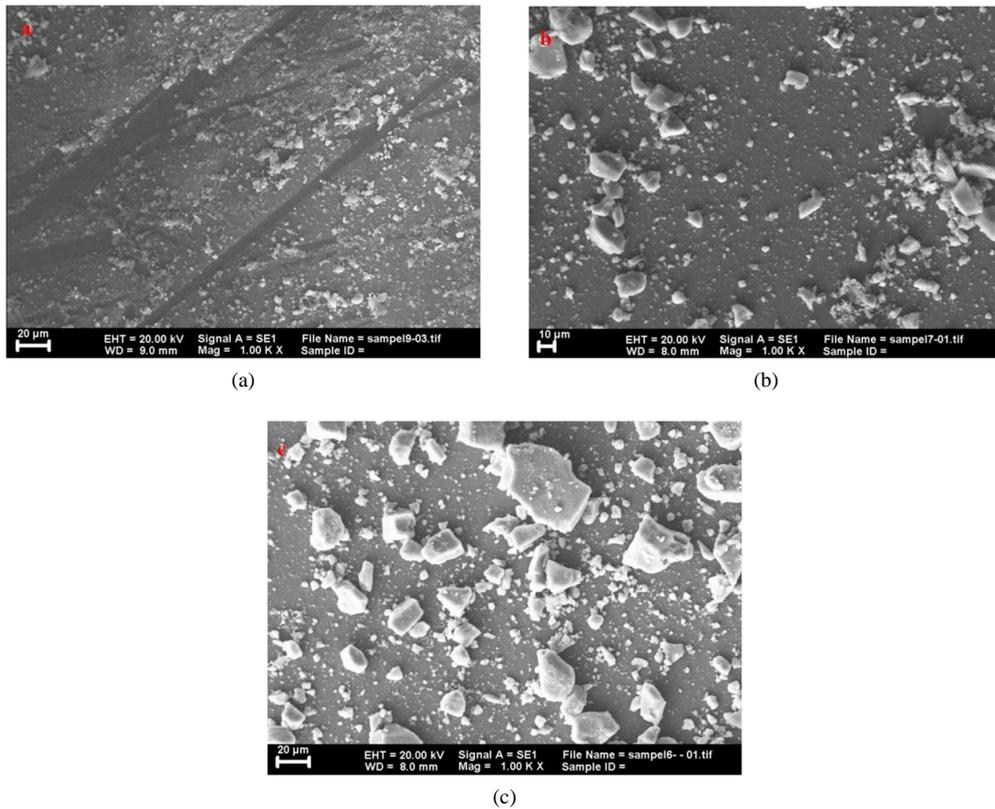
## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakterisasi struktur dan morfologi

Gambar 1 memperlihatkan difraktogram difraksi sinar-X serbuk  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis. Analisis fasa menggunakan software Match! memperlihatkan bahwa ketiga sampel yang telah disintesis merupakan  $\text{TiO}_2$  dengan fasa anatase. Berdasarkan Gambar 1 terlihat puncak difraksi yang lebar hal ini menandakan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh masih dalam fasa semikristalin. Adapun adanya pelebaran puncak ini dikarenakan oleh kecilnya ukuran kristal, temperatur sintesis, atau dari pembacaan instrument pengukuran. Pelebaran puncak difraksi ini dapat diminimalkan dengan cara menaikkan temperatur kalsinasi [5]. Analisis kuantitatif mengenai ukuran kristal dapat didekati dengan menggunakan perangkat lunak MAUD. Adapun nilai ukuran kristal untuk serbuk  $\text{TiO}_2$  5, 10 dan 25 jam adalah  $11,8 \pm 0,3$  nm;  $10,7 \pm 0,3$  nm dan  $9,6 \pm 0,2$  nm.

Sintesis serbuk  $\text{TiO}_2$  juga pernah dilakukan dengan variasi pengadukan 25, 45 dan 65 jam dan diperoleh bahwa pada pengadukan 25 jam telah terbentuk fasa anatase, pada pengadukan 45 jam diperoleh fasa anatase dan rutil serta fasa rutil untuk pengadukan 65 jam [9]. Hal ini memperlihatkan bahwa waktu pengadukan di bawah 45 jam menghasilkan fasa anatase, pengadukan 45 jam merupakan transisi dari fasa anatase ke fasa rutil dan di atas 45 jam fasa anatase telah berubah menjadi fasa rutil [9].

Gambar 2 merupakan hasil karakterisasi difraksi sinar-X pada lapisan  $\text{TiO}_2$  yang telah berhasil difabrikasi. Lapisan yang dihasilkan memiliki struktur yang amorf hal ini dikarenakan rendahnya temperatur pemanasan yang diberikan pada saat pembuatan lapisan  $\text{TiO}_2$ . Seperti yang dilaporkan oleh



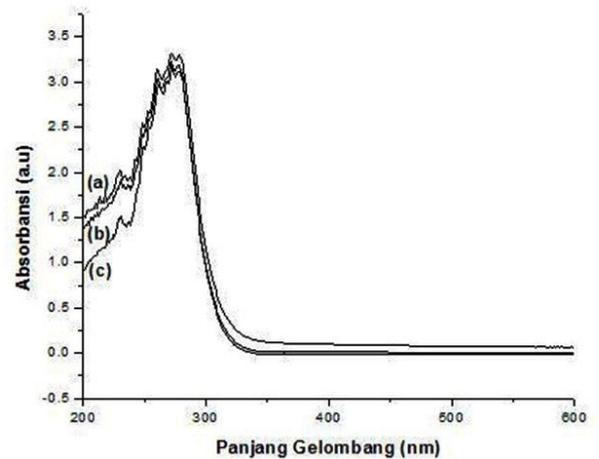
Gambar 3: Morfologi lapisan TiO<sub>2</sub> : a) 5 jam, b) 10 jam dan c) 25 jam.

beberapa peneliti sebelumnya [6, 10] bahwa tingkat kekristalan lapisan TiO<sub>2</sub> dipengaruhi oleh temperatur pemanasan. Sehingga, makin tinggi temperatur yang diberikan maka kekristalan lapisan juga akan semakin membaik. Berdasarkan Gambar 2, terlihat lapisan dengan serbuk TiO<sub>2</sub> 25 jam memiliki puncak yang tinggi jika dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini menandakan bahwa sampel lapisan TiO<sub>2</sub> 25 jam memiliki kekristalan yang terbaik. Ketiga lapisan yang telah difabrikasi memiliki fasa anatase, hal ini menunjukkan bahwa tidak terjadi perubahan fasa dan diindikasikan memiliki sifat yang sama dengan serbuk TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis sebelumnya.

Gambar 3 merupakan morfologi dari lapisan TiO<sub>2</sub> yang telah difabrikasi. Berdasarkan Gambar 3 terlihat bahwa lapisan TiO<sub>2</sub> yang terbentuk masih belum merata. Hal ini dikarenakan oleh rendahnya waktu putaran yang diberikan sehingga partikel TiO<sub>2</sub> belum terdispersi secara merata di permukaan substrat.

**Sifat optis lapisan TiO<sub>2</sub>**

Hasil uji absorbansi lapisan TiO<sub>2</sub> yang berhasil difabrikasi dapat dilihat pada Gambar 4. Terlihat bahwa rentang absorbansi lapisan TiO<sub>2</sub> berada pada panjang gelombang antara 350 nm - 284 nm yang merupakan panjang gelombang untuk daerah ultraviolet. Perhitungan celah energi dapat diestimasi berdasarkan grafik absorbansi dan panjang gelombang (Gam-

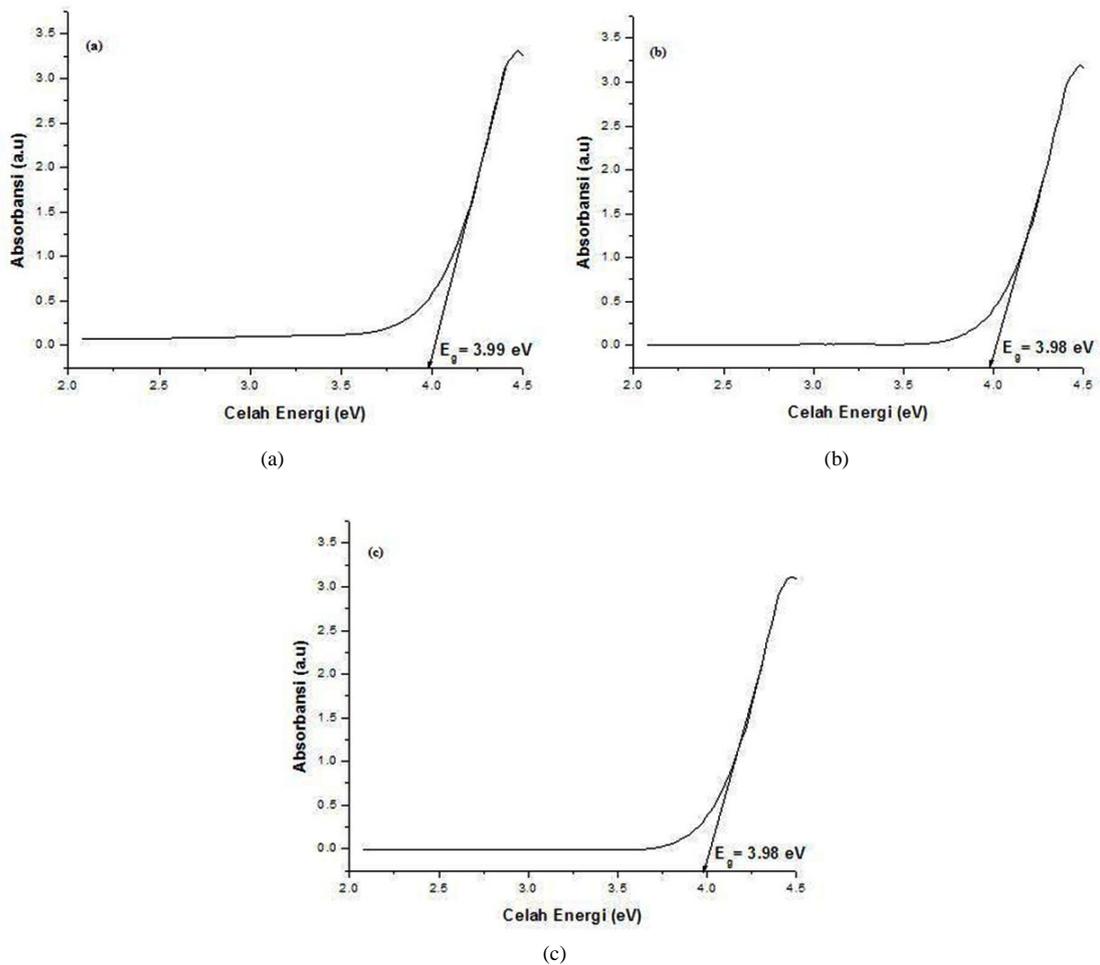


Gambar 4: Grafik absorbansi dari lapisan TiO<sub>2</sub> sebagai variasi waktu pengadukan: (a) 5 jam, (b) 10 jam, (c) 25 jam.

bar 4), dengan menggunakan persamaan:[11–13]

$$E_g = \frac{1239,83}{\lambda(\mu m)} \tag{1}$$

dengan λ adalah panjang gelombang "on-set" spektrum absorbansi. Berdasarkan Pers. 1 diperoleh nilai celah energi sebesar 3,99 ± 0,2 eV; 3,98 ± 0,2 eV dan 3,97 ± 0,2 eV berurutan untuk lapisan 5, 10 dan 25 jam (Gambar 5).



Gambar 5: Nilai celah energi dari lapisan TiO<sub>2</sub> sebagai variasi waktu pengadukan: (a) 5 jam, (b) 10 jam, (c) 25 jam.

Energi gap lapisan TiO<sub>2</sub> menurun seiring meningkatnya lama waktu pengadukan. Hal ini dapat dikaitkan dengan tingkat kekristalan sampel. Lapisan TiO<sub>2</sub> 25 jam menunjukkan kekristalan yang baik sehingga memberikan nilai celah energi yang rendah. Fenomena ini dikenal dengan efek ukuran kuantum yang memberikan informasi bahwa terdapat hubungan antara penurunan energi gap bahan semikonduktor terhadap peningkatan kekristalan bahan [14]. Efek ini diketahui memiliki peranan penting dalam pengontrolan sifat fotoelektrokimia dan fotokatalis dari bahan semikonduktor [15].

#### IV. SIMPULAN

Telah difabrikasi lapisan TiO<sub>2</sub> menggunakan metode *spin coating*. Lapisan TiO<sub>2</sub> dengan serbuk TiO<sub>2</sub> 25 jam memiliki kekristalan yang baik. Morfologi lapisan yang telah difabrikasi belum merata dikarenakan rendahnya waktu putaran pada saat proses pemutaran. Berdasarkan sifat optiknya, keseluruhan sampel memiliki daerah penyerapan pada panjang gelombang ultraviolet. Adapun nilai celah energi dari lapisan yang telah difabrikasi adalah  $3.99 \pm 0.2$  eV,  $3.98 \pm 0.2$  eV dan  $3.97 \pm 0.2$  eV berurutan untuk lapisan 5, 10 dan 25 jam.

- [1] J. Ovenstone, dan K. Yanagisawa, *Chem. Matter.*, **11**, 2770-2774 (1999).  
 [2] A.L. Castro, *et al.*, *Solid State Science*, **10**, 602-606 (2008).  
 [3] R. Vijayalakshmi, and V. Rajendran, *Archives of Applied Science Research*, **4**, 1183-1190 (2012).  
 [4] B.R. Fernandez, *Sintesis Nanopartikel*, makalah, Universitas Andalas, 2011.

- [5] A.A. Daniyan, *et al.*, *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering: Scientific Research*, **2**, 15-20 (2014).  
 [6] T.S. Senthil, *et al.*, *Materials Science and Engineering*, **B 174**, 102-104 (2010).  
 [7] A. Elfanaoui, *et al.*, *Journal of Hydrogen Energy*, **36**, 4130-4133 (2011).

- [8] V. Zharvan, R. Daniyati, N. Ichsan, G. Yudoyono, Darminto, *Study on Fabrication of TiO<sub>2</sub> Thin Films by Spin-coating and their Optical Properties*, The 4<sup>th</sup> International Conference on Theoretical and Applied Physics (ICTAP-2014), Denpasar-Bali, 2014.
- [9] H.N. Widaryanti, *Fabrikasi dan Karakterisasi Partikel Nano dan Lapisan TiO<sub>2</sub>*, Magister Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya, 2013.
- [10] Y.U. Ahn, E.J. Kim, H.T. Kim, and S.H. Hanh, *Materials Letters*, **57**, 4660-4666 (2003).
- [11] A.K. Supekar, R.B. Bhise, S.S. Torat, *IOSR Journal of Engineering* **3**, 38-41 (2013).
- [12] A.-C. Lee, *et al.*, *Materials Chemistry and Physics*, **109**, 275-280 (2008).
- [13] R. Mechiakh, *et al.*, *Applied Surface Science*, **257**, 670-676 (2010).
- [14] A. Molea, and V. Popescu, *Optoelectronics And Advanced Materials*, **5**, 242 (2011).
- [15] S. Janitabar-Darzi, A.R. Mahjoub, and A. Nilchi, *Physica E*, **42**, 176-181 (2009).