

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOPARTIKEL TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) MENGGUNAKAN METODE SONOKIMIA

Astuti* dan Sulastriya Ningsi

Laboratrium Fisika Material, Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas
Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

*Email: tuty_phys@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis dan karakterisasi nanopartikel Titanium dioksida (TiO₂) menggunakan metode sonokimia dengan larutan induk TiCl₄. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu kalsinasi di dalam tanur 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 6 jam. Identifikasi sifat-sifat dari TiO₂ hasil sintesis melalui SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan XRD (*X-ray Diffraction*). Didapatkan bahwa waktu pada proses kalsinasi mempengaruhi ukuran dan morfologi partikel TiO₂. Morfologi permukaan yang paling seragam terdapat pada sampel D (6 jam kalsinasi) dan kandungan anatase terbesar pada sampel B (2 jam kalsinasi). Nanopartikel TiO₂ hasil sintesis tersebut berpotensi untuk diaplikasikan sebagai fotokatalis pada sel surya DSSC.

Kata kunci: Nanopartikel TiO₂, kalsinasi, dan sonokimia

ABSTRACT

Synthesis and characterization of nanoparticles of Titanium dioxide (TiO₂) have been performed using sonochemical method with TiCl₄ as precursor. Synthesis of (TiO₂) by various calcinations times were about 1 hour, 2 hours, 3 hours, and 6 hours. Identify the properties of TiO₂ by using SEM (*Scanning Electron Microscopy*) and XRD (*X-ray Diffraction*). SEM images and XRD patterns show that nanoparticle size and crystalline structure are effected by calcinations time of synthesis. The most uniform surface morphology present in the sample D (6 hours calcination) and the largest amountt of anatase phase is found in the sample B (2 hours calcination). TiO₂ nanoparticles are potential applied as photocatalist material in DSSC DSSC solar cells.

Key words: Nanoparticle TiO₂, calcination, dan sonochemical

1. PENDAHULUAN

Masalah energi merupakan sebuah tantangan yang akan dihadapi pada abad ke-21 ini. Agar kebutuhan energi dapat terpenuhi maka perlu dikembangkan berbagai jenis energi alternatif terbarukan. Beberapa energi terbarukan yang berpotensi di Indonesia yakni: energi surya, energi air, biomassa, panas bumi, energi angin, dan energi samudera. Dari sekian banyak sumber energi terbarukan penggunaan energi melalui sel surya (*solar cell*) merupakan alternatif yang paling potensial (Septina, dkk., 2007).

Sampai saat ini, sudah dikembangkan tiga jenis sel surya antara lain: sel surya persambungan semikonduktor p-n (*solid state p-n junction*), sel surya fotoelektrokimia,

dan sel surya tersensitasi *dye* (*Dye-Sensitized Solar Cell*, DSSC). Dari ketiga jenis sel surya tersebut, DSSC merupakan salah satu kandidat potensial sel surya generasi mendatang, karena tidak memerlukan material dengan kemurnian tinggi sehingga biaya proses produksinya relatif rendah dibandingkan jenis lain. Salah satu semikonduktor yang sering digunakan yaitu *Titanium dioxide* (TiO_2). Material TiO_2 umum digunakan karena inert, tidak berbahaya, murah, tahan korosi kimia, dan fotokorosi serta memiliki karakteristik optik yang baik (Grätzel, 2003).

Partikel TiO_2 sebaiknya memiliki permukaan yang luas sehingga lebih banyak *dye* yang mampu diabsorpsi dan arus foto yang dihasilkan menjadi lebih besar. Selain itu, struktur nanopartikel TiO_2 yang memiliki nilai keseragaman tinggi menjadikan *dye* terabsorpsi lebih baik. Salah satu cara untuk memperluas permukaan absorpsi adalah dengan memperkecil/mereduksi ukuran partikel TiO_2 kecil dari 100 nm. Pesatnya perkembangan riset nanomaterial menuntut adanya metode sintesis partikel nano yang dapat digunakan dengan biaya produksi murah, cepat, sederhana, morfologi seragam, struktur kristalitas tinggi, kemurnian fase, dan tingkat keberhasilan sintesis yang tinggi. Dari beberapa metode sintesis nanopartikel, metode sonokimia lebih memenuhi kriteria tersebut dibandingkan dengan metode sintesis lain (Suslick dan Price, 1999). Sintesis nanopartikel TiO_2 berhasil dilakukan oleh Ensang (2009) menggunakan metode sonokimia dengan suhu pemanasan sebesar $500\text{ }^\circ\text{C}$ di dalam tanur. Pada penelitian ini didapatkan bahwa perlakuan variasi daya dan waktu paparan ultrasonik pada larutan sampel memberikan pengaruh terhadap sifat kristal TiO_2 yang terbentuk.

Gelombang ultrasonik pada sonikasi diperkirakan memiliki kemampuan membangkitkan semacam rongga di dalam larutan yang berfungsi untuk membantu meningkatkan keseragaman ukuran partikel TiO_2 dalam skala nanometer. Sintesis nanopartikel TiO_2 menggunakan metode sonokimia diharapkan dapat memaksimalkan fungsi TiO_2 pada DSSC sehingga menghasilkan efisiensi yang lebih baik. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mensintesis nanopartikel TiO_2 dengan metode sonokimia yang dapat diaplikasikan pada sel surya DSSC dan menganalisis sifat-sifat nanopartikel TiO_2 yang dihasilkan menggunakan XRD dan SEM untuk melihat struktur kristal dan morfologi partikel TiO_2 .

2. METODE PENELITIAN

Bahan dan alat yang digunakan pada penelitian ini adalah TiCl_4 9,1 mol (1M), etanol 96%, aquabides. Satu set alat ultrasonik tipe *ultrasonic bath* Sonorex Digitec Series F (Bandelin *Germany*). Sintesis nanopartikel dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu: langkah pertama adalah semua alat dibersihkan menggunakan aquabides agar tidak terkontaminasi oleh zat-zat yang akan mengganggu reaksi, kemudian alat tersebut dikeringkan. Selanjutnya, larutan induk TiCl_4 dituangkan sebanyak 3,5 ml ke dalam gelas kimia secara perlahan melalui dinding gelas yang telah disediakan agar tidak terjadi percikan api karena sifatnya yang sangat reaktif. Larutan TiCl_4 di letakkan dalam wadah yang berisi air sebelum pelarut dimasukkan. Setelah itu, pelarut etanol 96% sebanyak 35 ml diteteskan ke dalam gelas yang telah berisi TiCl_4 pada wadah berisi air secara perlahan. Larutan (etanol + TiCl_4) tersebut ditutup menggunakan *aluminium foil* lalu diaduk selama 30 menit menggunakan magnetic stirrer. Larutan hasil sintesis dimasukkan

dalam *ultrasonic bath*. Masing-masing larutan pertama sampai keempat (diberi kode A, B, C, D) dipapar dengan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 35 kHz dan daya 130 W selama 4 jam. Setelah itu, semua larutan dikeringkan di dalam oven pada suhu 80°C selama 12 jam hingga terbentuk gumpalan bubuk berwarna putih kekuningan. Kemudian setiap sampel diberi perlakuan berbeda saat kalsinasi di dalam tanur pada suhu 500°C untuk sampel A selama 1 jam, B selama 2 jam, C selama 3 jam, dan D selama 6 jam. Bubuk ini kemudian digerus menggunakan mortar hingga halus. Variasi waktu kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Variasi waktu pemanasan sampel

No	Kode Sampel	Volume TiCl ₄ (ml)	Volume Etanol (ml)	Waktu kalsinasi (jam)
1	A	3,5	35	1
2	B	3,5	35	2
3	C	3,5	35	3
4	D	3,5	35	6

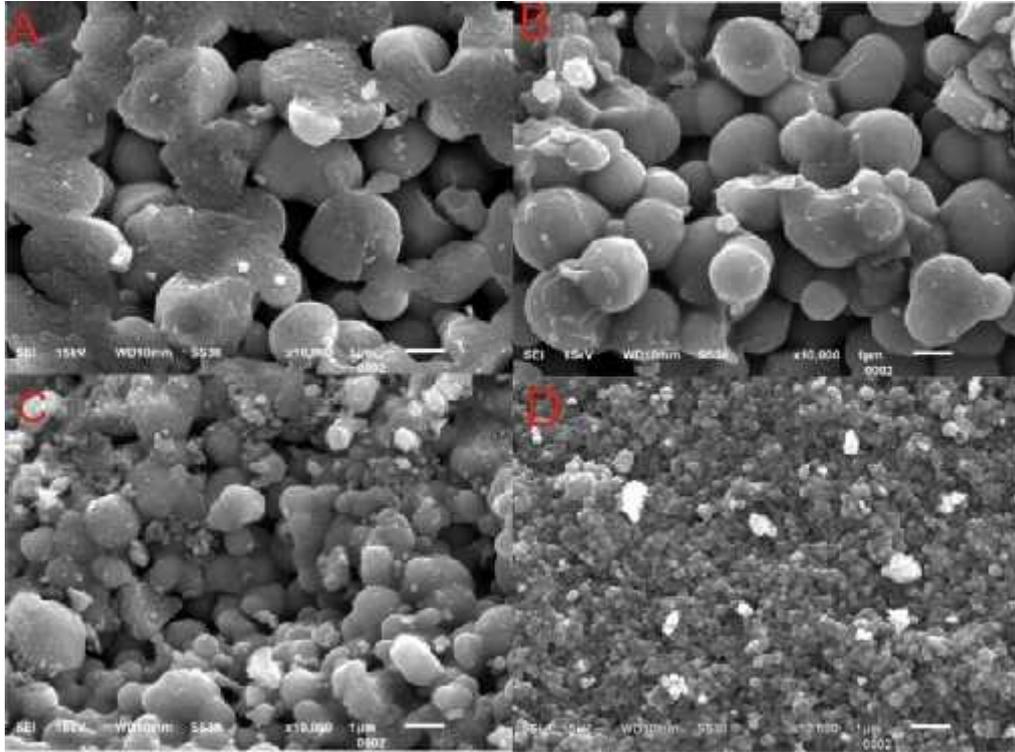
3. HASIL DAN DISKUSI

Analisis SEM

Keadaan permukaan sampel dan ukuran partikel hasil sintesis dapat diamati menggunakan SEM. Hasil SEM menunjukkan bahwa partikel TiO₂ yang terbentuk memiliki morfologi yang hampir sama yakni bulat (*spherical*). Hasil ini mendekati bentuk morfologi partikel TiO₂ yang dilakukan oleh penelitian Gerald (2009) sebelumnya.

Secara umum, dari hasil penelitian didapatkan bahwa keadaan bentuk permukaan sampel bergantung pada lama waktu saat proses kalsinasi. Perbandingan morfologi partikel TiO₂ ditunjukkan pada Gambar 1. Pada Gambar 1 terlihat bentuk partikel relatif hampir seragam. Dari keempat jumlah sampel, partikel TiO₂ pada sampel keempat (D) dengan lama waktu kalsinasi 6 jam memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan ketiga sampel lainnya (A, B, C). Hal ini disebabkan oleh lama waktu kalsinasi menyebabkan munculnya pori/ruang antara partikel sehingga menyebabkan terpisahnya aglomerasi partikel menjadi partikel-partikel yang lebih kecil.

Morfologi partikel TiO₂ pada waktu kalsinasi sampel selama 1 jam (A) ditunjukkan oleh Gambar 1A. Pada sampel A morfologi permukaannya cukup seragam. Distribusi diameter partikel dari berkisar antara (41- 140)nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 41 nm. Morfologi partikel TiO₂ pada kalsinasi sampel selama 2 jam (B) ditunjukkan oleh Gambar 1B. Dari morfologi permukaan partikel pada gambar sampel B terlihat ukuran partikelnya relatif lebih kecil dibanding sampel A. Distribusi ukuran partikel dari sampel B berkisar antara (37-110) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 37 nm. Pada sampel C terbentuk partikel berukuran nano dalam jumlah yang lebih banyak. Dari morfologi permukaan partikel pada Gambar 1C, distribusi ukuran diameter partikel dari sampel C berkisar antara (25-65) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 26 nm. Sedangkan pada Gambar 1D yaitu sampel D terbentuk beberapa partikel berukuran nano dengan morfologi permukaannya lebih seragam dibanding sampel lain. Ukuran partikel sampel D berkisar antara (13-60) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 15 nm.



Gambar 1. Foto SEM dari sampel TiO_2 dengan perlakuan variasi waktu kalsinasi: (A) 1 jam, (B) 2 jam, (C) 3 jam, dan (D) 6 jam

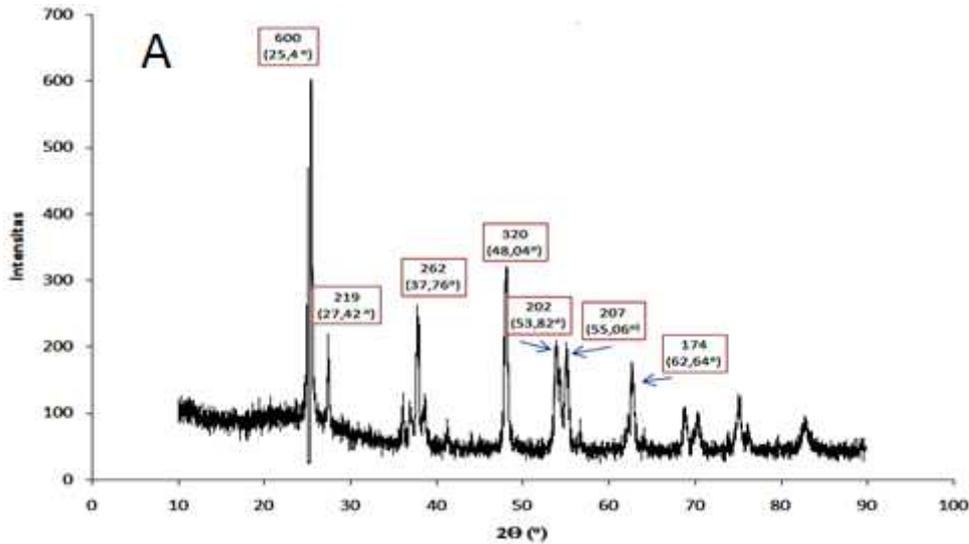
Analisis XRD

Pola difraksi sinar-X pada sampel A, B, C, D partikel TiO_2 ditunjukkan dalam Gambar 2. Pada sampel A, teramati puncak-puncak yang bersesuaian dengan fase anatase pada sudut 2θ di sekitar $37,76^\circ$; $48,02^\circ$; $53,82^\circ$; $55,06^\circ$; dan $62,64^\circ$. Puncak-puncak tersebut bersesuaian dengan orientasi kristal pada (004), (200), (105), (211), dan (204). Sedangkan hanya teridentifikasi dua fase rutil dalam sampel A dari pola difraksi yang diamati, yakni pada sudut $25,4^\circ$ dan $27,42^\circ$ dengan orientasi kristal pada (110). Intensitas tertinggi terletak pada posisi 2θ dengan sudut $25,4^\circ$ yaitu sebesar 600 yang merupakan puncak difraksi dari kristal TiO_2 dalam fase rutil. Kemudian, intensitas terendah terletak pada posisi 2θ dengan sudut $62,64^\circ$ sebesar 174 yang merupakan puncak dari kristal TiO_2 dalam fase anatase. Intensitas yang besar menunjukkan bahwa kristal tersebut memiliki keteraturan kristal yang baik atau semakin banyak atom-atom yang tersusun teratur.

Data karakterisasi XRD dapat juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal (*Apparent Crystal Size, ACS*) TiO_2 dalam fase anatase dan fase rutil yang teridentifikasi pada serbuk TiO_2 . Ukuran kristal tersebut dapat dihitung menggunakan metode Scherrer yaitu:

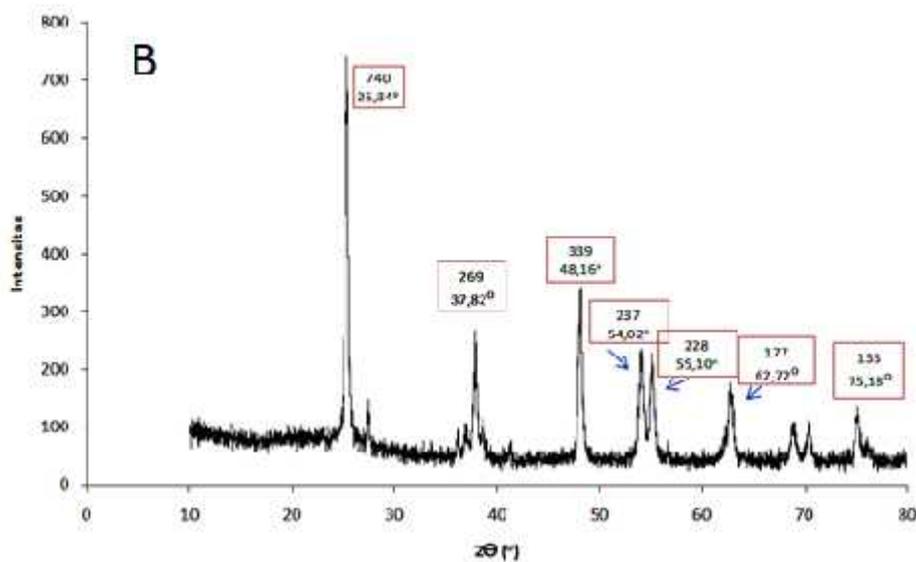
$$D = \frac{k}{\cos}$$

Berdasarkan data, maka diperoleh ukuran kristal sampel A adalah 58 nm.

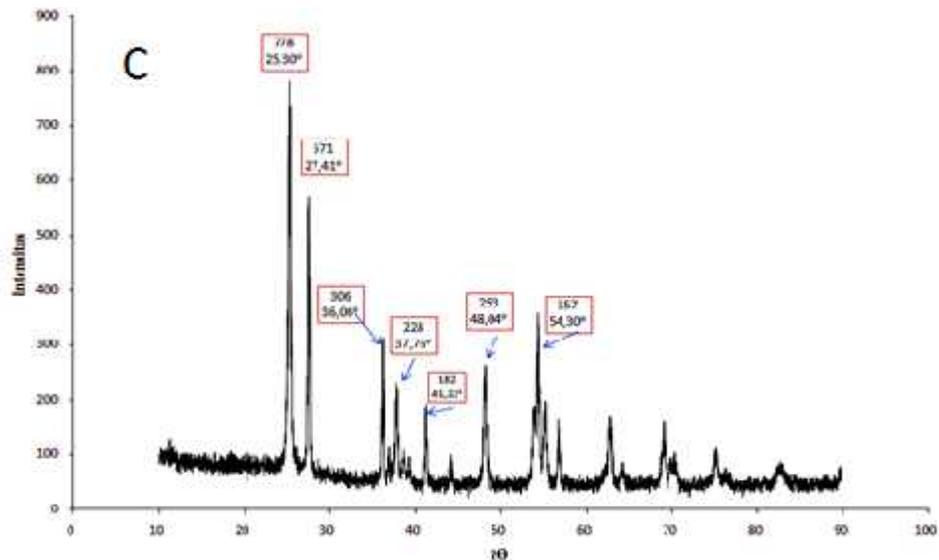


Gambar 2. Pola difraksi sampel A

Pada sampel B, teridentifikasi hanya satu fase rutil dari pola difraksi yang diamati, yakni pada sudut 62,72 ° dengan orientasi kristal pada (002). Enam puncak lainnya pada sampel B memiliki fase anatase. Intensitas tertinggi terletak pada posisi 2 dengan sudut 25,34° yaitu sebesar 740 yang merupakan puncak dari kristal TiO₂ dalam fase anatase. Kemudian, intensitas terendah terletak pada posisi 2 dengan sudut 75,18° sebesar 135 yang merupakan puncak dari kristal TiO₂ dalam fase anatase juga. Dengan menggunakan cara yang sama untuk data puncak-puncak posisi 2 dan data FWHM hasil karakterisasi XRD maka ukuran kristal pada sampel B adalah 21,5 nm.

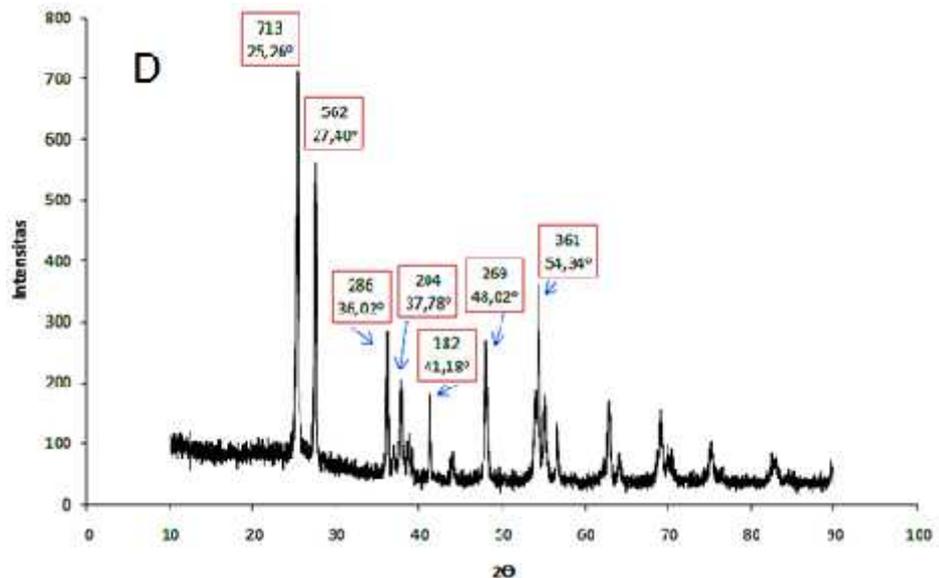


Gambar 3. Pola difraksi sampel B



Gambar 4. Pola difraksi sampel C

Pada sampel C, terlihat bahwa intensitas tertinggi terletak pada posisi 2 dengan sudut $25,3^\circ$ yaitu sebesar 778 yang merupakan puncak dari kristal TiO_2 dalam fase anatase. Kemudian, intensitas terendah terletak pada posisi 2 dengan sudut $41,22^\circ$ sebesar 182 yang merupakan puncak dari kristal TiO_2 dalam fase rutil. Hasil ini menunjukkan bahwa rata-rata partikel TiO_2 yang terbentuk masih berfase anatase, ketika diberikan perlakuan waktu pada proses kalsinasi selama 3 jam, artinya kandungan fase anatase di dalam sampel lebih tinggi dibandingkan kandungan fase rutil. Ukuran kristal pada sampel C adalah 27 nm.



Gambar 5. Pola difraksi sampel D

Pada sampel D, terlihat bahwa intensitas tertinggi terletak pada posisi 2 dengan sudut $25,26^\circ$ yaitu sebesar 713 yang merupakan puncak dari kristal TiO_2 dalam fase anatase. Kemudian, intensitas terendah terletak pada posisi 2 dengan sudut $41,18^\circ$ sebesar 182 yang merupakan puncak dari kristal TiO_2 dalam fase. Ukuran kristal pada sampel D adalah 26,5 nm. Berdasarkan data ini, peningkatan lama waktu kalsinasi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap ukuran kristal dan ukuran kristal, namun memberikan pengaruh besar terhadap morfologi dan ukuran partikel, hal ini disebabkan oleh lamanya waktu kalsinasi dapat menghambat pertumbuhan partikel.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian terhadap pengaruh lama waktu kalsinasi sampel pada struktur kristal dan morfologi partikel TiO_2 maka didapatkan kesimpulan bahwa rata-rata ukuran partikel dan ukuran kristal kecil dari 100 nm dan didominasi oleh fase anatase. Lamanya waktu kalsinasi mempengaruhi ukuran dan morfologi partikel TiO_2 . Dari Hasil SEM didapatkan bahwa morfologi permukaan yang paling seragam terdapat pada sampel D, yakni dengan waktu kalsinasi selama 6 jam dan dari hasil XRD didapatkan bahwa sampel B dengan waktu kalsinasi selama 2 jam memiliki persentase terbesar kandungan anatase. Berdasarkan hasil yang diperoleh, maka nanopartikel TiO_2 hasil sintesis tersebut memenuhi syarat dan berpotensi untuk diaplikasikan sebagai material fotokatalis pada sel surya DSSC.

DAFTAR PUSTAKA

1. Ensang T., G, 2009, Sintesis Nanopartikel TiO_2 dengan Metode Sonokimia untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi *Dye (Dye Sensitized Solar Cell)* Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Mangga dan Plum sebagai *Photosensitizer*. Tesis, Pps, IPB, Bogor.
2. Grätzel, M., 2003, Review Dye-Sensitized Solar Cells, *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, Volume 4, hal 145–153.
3. Septina, W., Dimas F., dan Mega A., 2007, Pembuatan Prototipe *Solar Cell* Murah dengan Bahan Organik-Inorganik (*Dye-Sensitized Solar Cell*), *Laporan Akhir Bidang Energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri*, ITB, Bandung.
4. Suslick, K.S. dan Price G.J., 1999, *Application of Ultrasound to Material Chemistry*, University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, IL, USA.