

**PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO_2
DALAM SINTESIS SOL-GEL TiO_2 NANOPARTIKEL**

SKRIPSI

Oleh:

Safira Rachmaniar

165090300111023

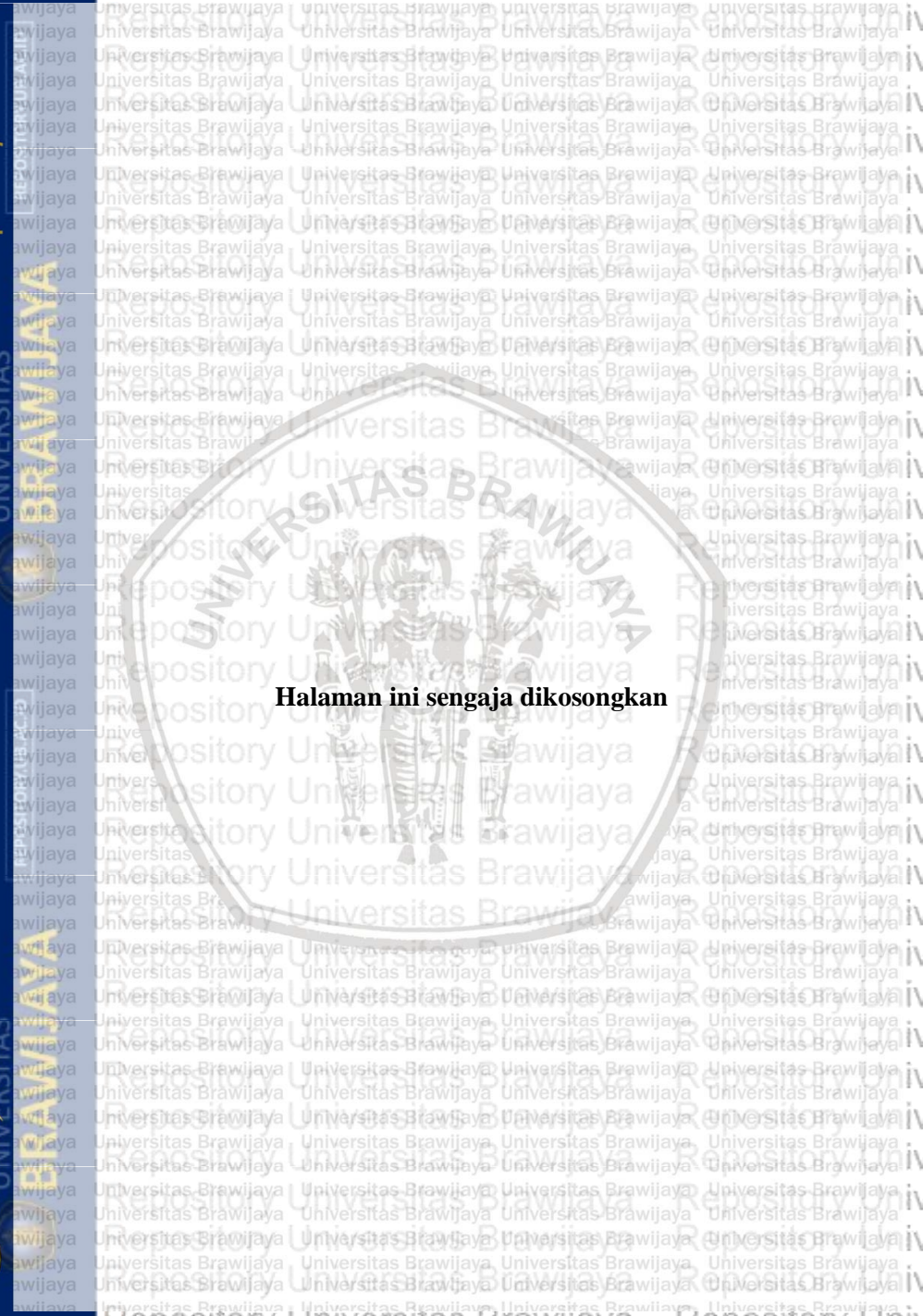


JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

2020



Halaman ini sengaja dikosongkan



PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO₂ DALAM SINTESIS SOL-GEL TiO₂ NANOPARTIKEL

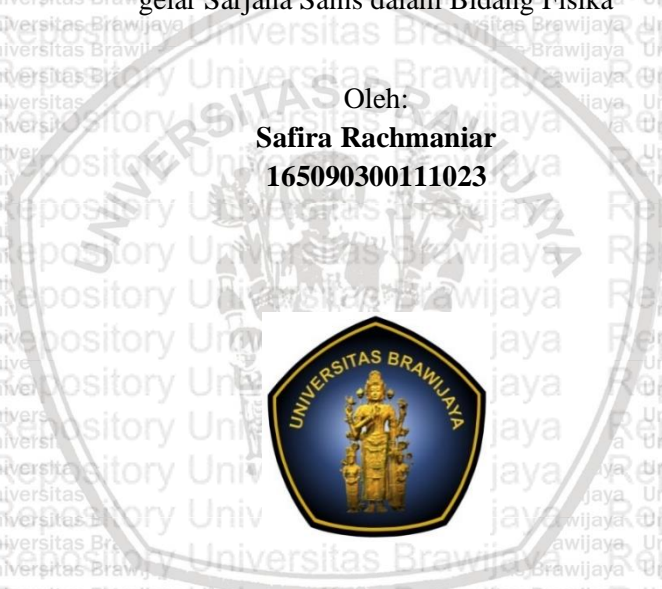
SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh
gelar Sarjana Sains dalam Bidang Fisika

Oleh:

Safira Rachmaniar

165090300111023



JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

2020



Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya



Halaman ini sengaja dikosongkan

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO₂
DALAM SINTESIS SOL-GEL TiO₂ NANOPARTIKEL**

Oleh :

Safira Rachmaniar
16509030011010

Malang, 19 Juni 2020

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Eng. Masruroh, S.Si., M.Si
NIP. 197512312002122002

disetujui

Dr. rer.nat Rachmat Triandi,
Tjahjanto, S.Si., M.Si.
NIP. 197207172000031002

Mengetahui,

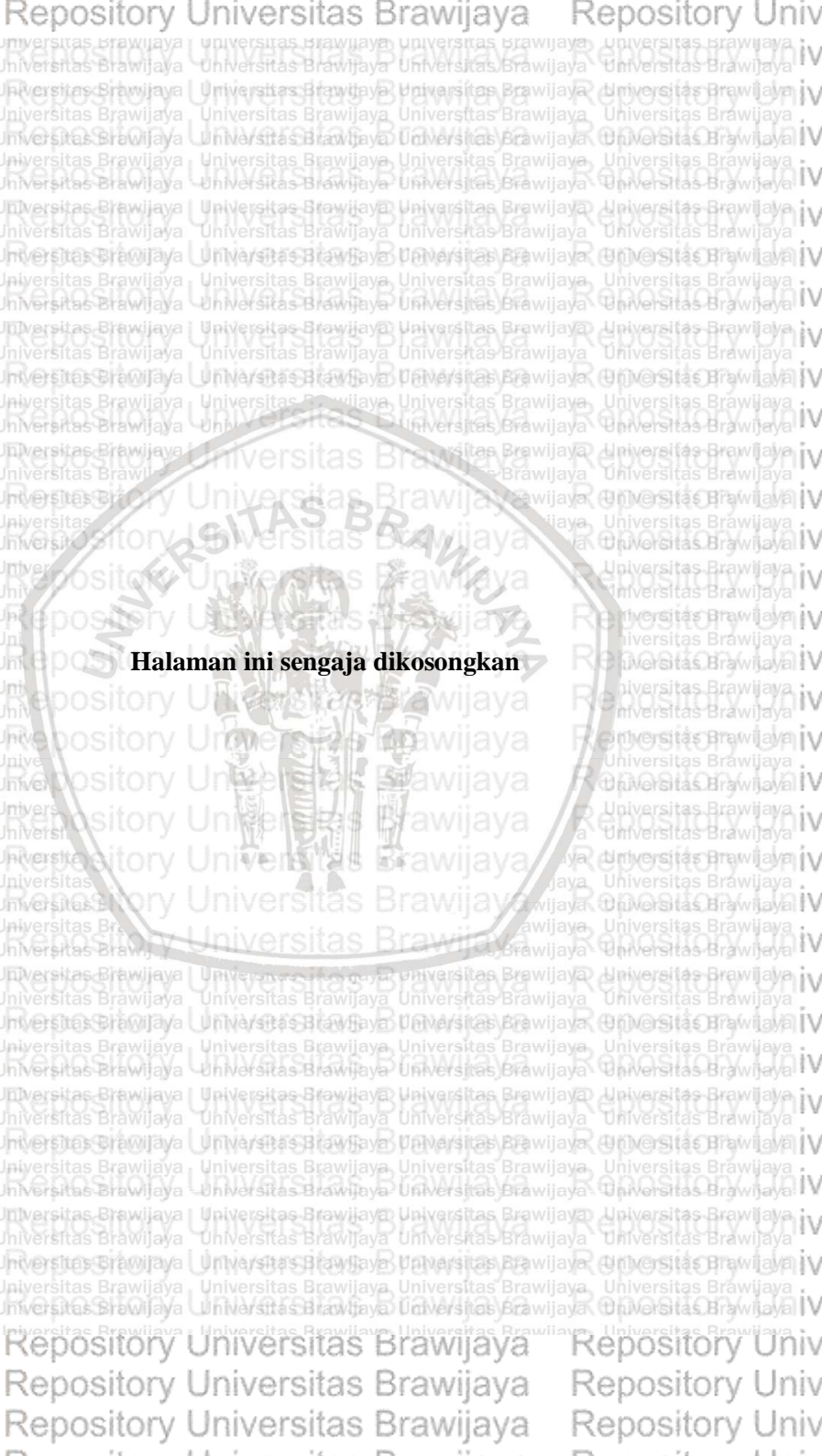
Ketua Jurusan Fisika
FMIPA Universitas Brawijaya



Prof. Dr. rer. nat. Muhammad Nurhuda
NIP. 196409101990021001



Halaman ini sengaja dikosongkan





Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

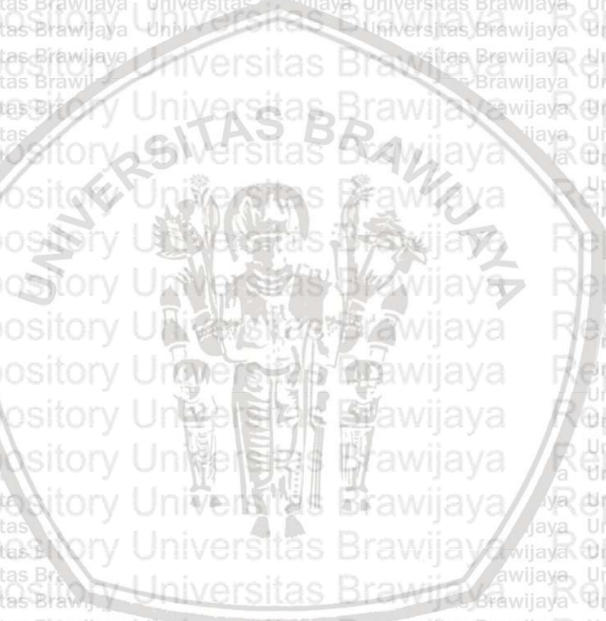
Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya





Halaman ini sengaja dikosongkan



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Safira Rachmaniar

NIM : 165090300111023

Program Studi : Fisika

Penulis skripsi berjudul :

PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO₂ DALAM SINTESIS SOL-GEL TiO₂ NANOPARTIKEL

Dengan ini saya menyatakan bahwa :

1. Skripsi ini adalah benar-benar karya saya sendiri dan bukan hasil plagiat dari karya orang lain. Karya-karya yang tercantum dalam Daftar Pustaka, semata-mata digunakan sebagai acuan atau referensi.
2. Apabila di kemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 19 Juni 2020

Yang menyatakan,

Safira Rachmaniar

NIM. 165090300111023



Halaman ini sengaja dikosongkan

PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO_2 DALAM SINTESIS SOL-GEL TiO_2 NANOPARTIKEL

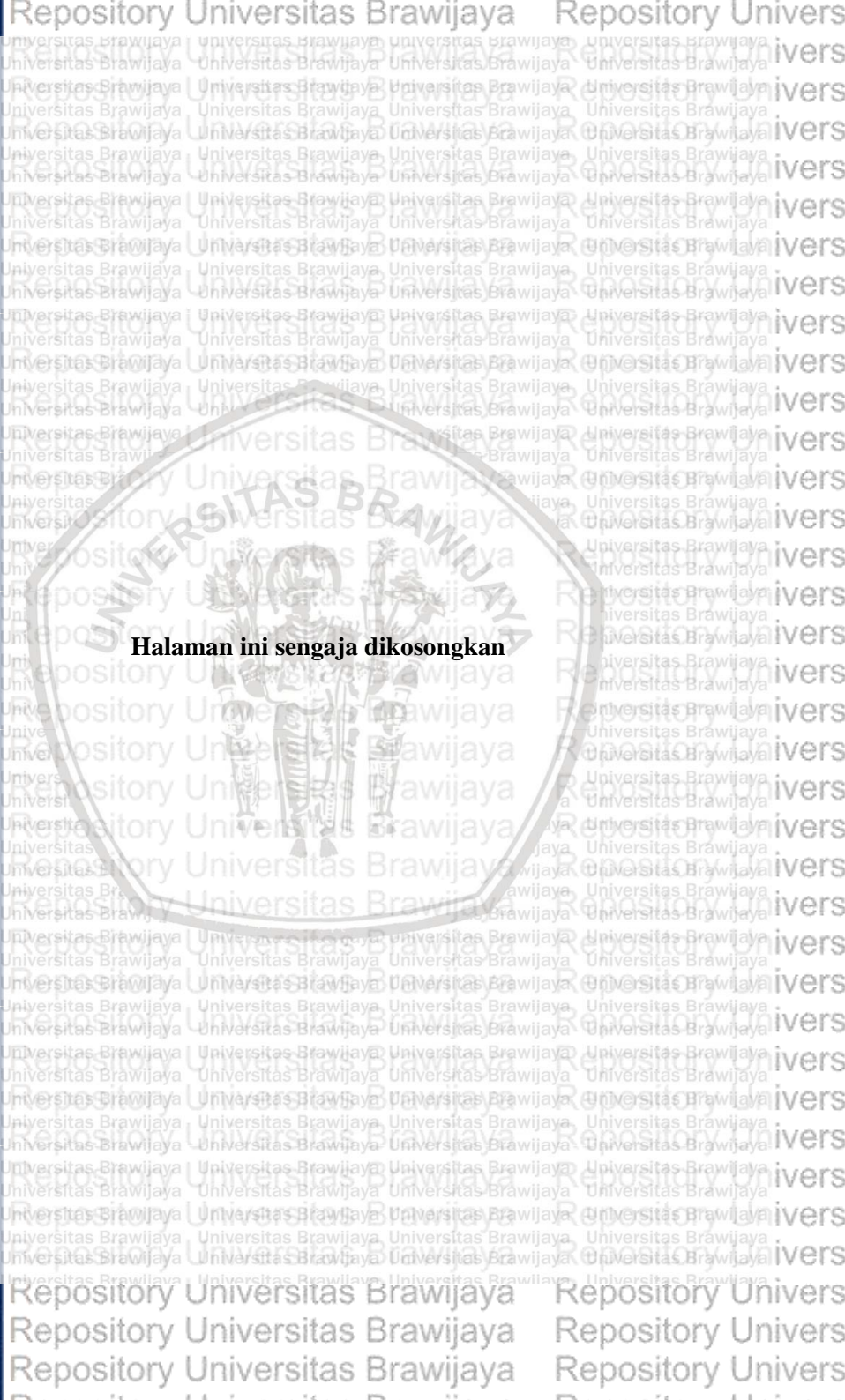
ABSTRAK

TiO_2 merupakan logam oksida yang dapat diaplikasikan sebagai material DSSC, fotokatalis, cat, lapisan swabersih dan sensor. Pengaplikasian TiO_2 sebagai sensor mampu meningkatkan sensitivitas dan selektivitas sensor. Properti bahan TiO_2 seperti transparansi, kekerasan, dan listrik dapat ditingkatkan dengan mengontrol ukuran bahan TiO_2 hingga berukuran nanometer (Nanoteknologi). Sol-gel merupakan salah satu sintesis TiO_2 nanopartikel yang dapat mengontrol mikrostruktur (fase, ukuran kristal, ukuran partikel, morfologi partikel) yang terbentuk dengan cara mengubah parameter pada sintesis sol-gel. Penelitian berbasis studi literatur ini meninjau pengaruh pH dan suhu selama proses sol-gel terhadap mikrostruktur TiO_2 nanopartikel. Pada penelitian ini, variasi pH yang diamati berada pada rentang 2-11 sedangkan variasi suhu mulai dari $200\text{ }^\circ\text{C}$ - $1100\text{ }^\circ\text{C}$. Morfologi partikel dan ukuran partikel ditinjau dengan SEM. Fase bahan dan ukuran partikel bahan ditinjau menggunakan XRD. Hasil studi literatur menunjukkan bahwa pada larutan dengan pH rendah pembentukan kristal dan perubahan fase lebih cepat dibandingkan larutan dengan pH tinggi. Peningkatan pH serta suhu kalsinasi menyebabkan peningkatan Ukuran kristal dan ukuran partikel.

Kata kunci: TiO_2 , Suhu, sol-gel, pH, mikrostruktur



Halaman ini sengaja dikosongkan





THE EFFECT OF TEMPERATURE AND pH ON TiO₂ MICROSTRUCTURE IN TiO₂ NANO PARTICLE SOL-GEL SYNTHESIS

ABSTRACT

TiO₂ is a metal oxide that can be used as DSSC material, photocatalyst, paint, self-cleaning coating and sensor. The application of TiO₂ as a sensor can increase the sensitivity and selectivity of the sensor. The properties of TiO₂ such as transparency, hardness, and electricity can be improved by controlling the size of TiO₂ materials into nanometer (nanotechnology). Sol-gel is one of TiO₂ nanoparticle synthesis which can control microstructure (phase, crystal size, particle size, particle morphology) which is formed by changing the parameters in sol-gel synthesis. This literature research discusses the effect of pH and temperature during the sol-gel process on the TiO₂ nanoparticle microstructure. In this study, pH variations were observed in range 2-11 while temperature variations ranging from 200-1100 °C. The sample characterized by SEM and XRD. The results of the literature research show in low pH solution, formation of crystals and phase changes faster than in high pH solution. Increased pH and calcination temperature cause increase in crystal size and particle size.

Keywords: TiO₂, Temperature, sol-gel, pH, microstructure



Repository Universitas Brawijaya



Halaman ini sengaja dikosongkan

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Segala Puji syukur kehadiran Allah SWT atas berkat dan limpahan rahmat-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal Tugas Akhir dengan judul **“PENGARUH SUHU DAN pH TERHADAP MIKROSTRUKTUR TiO₂ DALAM SINTESIS TiO₂ NANOPARTIKEL”**. Proposal ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam Bidang Fisika. terselesaikannya tugas akhir ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak, sehingga pada kesempatan ini dengan segala kerendahan hati dan penuh rasa hormat penulis mengucapkan terima kasih bagi semua pihak yang telah memberikan baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penyusunan tugas akhir ini hingga selesai, terutama kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Muhammad Nurhuda, Rer.Nat, selaku Kepala Jurusan Fisika Universitas Brawijaya.
2. Dr. Eng. Masruroh, S.Si., M.Si. dan Dr.rer.nat Rachmat Triandi T., S.Si., M. selaku dosen pembimbing tugas akhir
3. Ibu Istiroyah, S.Si., MT., selaku Ketua Laboratorium Fisika Jurusan Fisika Universitas Brawijaya.
4. Bapak Ir. D.J. Djoko Herry Santjojo M.PHil, PH.D. selaku Kepala Laboratorium plasma Jurusan Fisika Universitas Brawijaya
5. Bapak Prof. Dr.-Ing. Setyawan Purnomo Sakti, M.Eng, selaku Kepala Laboratorium Sensor Jurusan Fisika Universitas Brawijaya
6. Mbak Mira, mbak Tyas, mbak Sheila, mas Dika dan mas Rahmad selaku kakak tingkat yang telah banyak membantu dalam penelitian ini
7. Janssen Wongkalanujaya sebagai rekan satu tim dalam penelitian ini

8. Selly, Wanda, Budi, Risha, dan Tyo selaku teman seperjuangan untuk menyelesaikan Tugas Akhir
9. Bapak dan Ibu penulis yang selalu mendoakan dan memberikan motivasi atau dukungan kepada penulis
10. Farisa Nur Afifa selaku rekan yang membantu dalam penelitian ini

Dan beberapa teman serta pihak ang telah membantu dalam penyelesaian proposal ini, yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Akhir kata, penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan penulis berharap semoga Tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua dan menjadi bahan masukan dalam dunia pendidikan. Penulis perlu diberikan kritik dan saran yang membangun untuk kegiatan penelitian ini.

Malang, 22 Juli 2020

Penulis,

Safira Rachmaniar

DAFTAR ISI	
LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	iii
LEMBAR PERNYATAAN	vii
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	xi
KATA PENGANTAR	xiii
DAFTAR ISI	xv
DAFTAR GAMBAR	xvii
DAFTAR TABEL	xix
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II	5
METODOLOGI	5
2.1 Konsep Penelitian	5
2.2 Telusur pustaka	7
BAB III	17
PEMBAHASAN	17
3.1 Pengaruh pH terhadap mikrostruktur TiO ₂ nanopartikel	17
3.2 Pengaruh suhu terhadap mikrostruktur TiO ₂ nanopartikel	25
BAB IV	36
PENUTUP	36
	xv



4.1 Kesimpulan.....

36

4.1 Saran.....

36

DAFTAR PUSTAKA.....

38



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Peta konsep penelitian.	6
Gambar 3.1. Difraktogram XRD dari nanokristal titanium dioksida pada keadaan pH berbeda (a) pH 9, (b) pH 7, (c) pH 5, (d) pH 3, (e) pH 1 pada suhu 400 °C (Ibrahim dkk., 2011)	17
Gambar 3.2. Difraktogram XRD kristal TiO ₂ pada pH 2 dan 9 (A) kalsinasi pada suhu 600 °C dan (B) 800 °C menggunakan pelarut isopropil alkohol (Mutuma dkk., 2015).	18
Gambar 3.3 Difraktogram XRD TiO ₂ pada suhu 100 °C pada pH tertentu (Araoyinbo dkk., 2018).	19
Gambar 3.4 Difraktogram XRD TiO ₂ pada variasi pH tertentu dengan suhu kalsinasi 500 °C (Mexicano dkk., 2005).....	20
Gambar 3.5. Difraktogram hubungan pH dengan ukuran kristal (Ganesan dkk., 2014).....	21
Gambar 3.6 Difraktogram hubungan pH dengan ukuran kristal TiO ₂ (Mahshid dkk., 2007).....	22
Gambar 3.7. Difraktogram hubungan ukuran kristal dengan pH dengan kalsinasi pada suhu 500 °C (Mexicano dkk., 2005).....	23
Gambar 3.8. Foto SEM TiO ₂ nanopartikel (A) pH 2 (B) pH 4 (C) pH 9 (Mutuma dkk., 2015).....	24
Gambar 3.9. gambar FE-SEM TiO ₂ nanopartikel (A) pH 3 (B) pH 7 dengan suhu kalsinasi 550 °C (Araoyinbo dkk., 2018).	25
Gambar 3.10. Difraktogram XRD TiO ₂ nanopartikel pada pH 2 dengan variasi suhu (Mahshid dkk., 2007)	26
Gambar 3.11. Difraktogram XRD TiO ₂ nanopartikel pada pH 7 dengan variasi suhu (Wetchakun dkk., 2008)	27
Gambar 3.12. Difraktogram XRD TiO ₂ nanopartikel pada keasaman rendah dengan variasi suhu (BANJURAIZAH dkk., 2018).....	28
Gambar 3.13. Difraktogram XRD TiO ₂ nanopartikel pada pH 8 dengan variasi suhu Difraktogram (Viana dkk., 2010)	29
Gambar 3.14 Difraktogram hubungan suhu dengan ukuran kristal (Viana dkk., 2010).....	31



Gambar 3.15. Difraktogram ukuran kristal berdasarkan Suhu (Banjuraziah dkk., 2018) 32

Gambar 3.16. Difraktogram ukuran kristal berdasarkan Suhu (Mahshid dkk., 2007) 33

Gambar 3.17 Foto SEM TiO₂ nanopartikel (a) 0 °C (b) 400 °C (c) 500 °C (d) 600 °C (e) 700 °C pada perbesaran 15 KX (Banjunariah dkk., 2018) 33

Gambar 3.18.Foto TEM TiO₂ nanopartikel (a) 400 °C (b) 500 °C (d) 600 °C (d) 700 °C (Wetchakun dkk., 2008) 34



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Tabel Pemetaan Data..... 721

Tabel 3.1 Ukuran kristal berdasarkan pH (Ganesan dkk., 2014) 21

Tabel 3.2 Ukuran kristal berdasarkan pH (Mexicano dkk., 2005) ... 22

Tabel 3.3 Ukuran kristal berdasarkan suhu (Viana dkk., 2010)..... 30

Tabel 3.4 Ukuran kristal berdasarkan Suhu (Banjuraziah dkk., 2018) 32





Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi bahan terus berkembang pesat seiring dengan meningkatnya kebutuhan manusia. Modifikasi untuk meningkatkan properti bahan dilakukan agar kebutuhan manusia terpenuhi. properti material dapat diubah-ubah dengan cara mengontrol ukuran partikel, pengaturan komposisi bahan, interaksi partikel dan modifikasi permukaan. Salah satu teknologi modifikasi yang menjadi perhatian dalam pengembangan material adalah teknologi nano. Teknologi nano merupakan teknologi yang mengontrol ukuran serta sistem bahan dalam skala nano. Perubahan ukuran bahan dalam skala nano dapat meningkatkan sifat fisika (kekuatan, kekerasan dan sifat optik) dan kimia (reaktivitas bahan) jika dibandingkan dengan material berukuran besar (Abdullah dkk., 2008). Oleh karena itu, teknologi nano memberikan kontribusi besar terhadap perkembangan *material science* (Avramescu dkk., 2017).

Teknik sintesis nanomaterial dapat dilakukan secara fisika maupun kimia. Pemecahan material dari ukuran besar (*bulk*) menuju ukuran nanometer maupun penggabungan material kecil (*cluster*) tanpa melibatkan reaksi kimia merupakan metode fisika. Sintesis teknologi nano secara kimia melibatkan reaksi kimia material awal (prekursor) menjadi material baru yang berukuran nanometer (Abdullah dkk., 2008).

Bahan TiO_2 merupakan logam oksida yang banyak diaplikasikan pada berbagai bidang seperti material fotokatalis, cat, DSSC, lapisan swabersih, dan sebagai bagian dari sensor (Reyes-Coronado dkk., 2008)(Avci dkk., 2009)(Kang dkk., 2018). Beragam Aplikasi bahan TiO_2 dikarenakan TiO_2 merupakan logam oksida yang



transparan, memiliki rentang bandgap yang besar, stabilitas termal yang baik, dan ketahanan kimia yang baik (Avci dkk., 2009). Selain itu, memiliki sifat non toksik yang menjadikan bahan ini menjadi pilihan utama untuk dikembangkan (Farbod dkk., 2011). Penambahan TiO_2 pada sensor gas mampu meningkatkan selektivitas dan sensitivitas perangkat sensor dalam mendeteksi gas. Hal ini dikarenakan TiO_2 dapat berinteraksi secara spesifik dengan molekul gas sehingga ia dapat diaplikasikan pada QCM (*quartz crystal microbalance*) yang merupakan sensor *mass resistive* (Iftimie dkk., 2009). Mikrostruktur titanium dioksida seperti struktur kristal, ukuran nanopartikel dan morfologi permukaan sangat bergantung pada metode sintesis yang digunakan. Oleh karena itu, berbagai metode sintesis dikembangkan untuk mendapatkan nanopartikel TiO_2 .

Sintesis TiO_2 nanopartikel dapat dilakukan dengan banyak metode diantaranya hidrotermal (Montazeri-Pour dkk., 2013), solvotermal (Goto dkk., 2018) dan sol-gel. Teknik sol-gel merupakan umum digunakan karena teknik ini dapat mengontrol pembentukan fase dan ukuran TiO_2 nanopartikel (Desong *et al*, 2011). Selain itu, sol-gel juga merupakan metode yang sederhana, ekonomis dan dalam proses menggunakan suhu rendah (Ramalingam, 2019). Titanium tetra isopropoksida (TTIP) dipilih sebagai bahan prekursor karena stabil dalam proses sol-gel dan memberikan hasil yang lebih baik. Mikrostruktur TiO_2 nanopartikel yang terbentuk pada proses sol-gel berkaitan dengan bahan prekursor yang digunakan, pH, pelarut, suhu, dan waktu reaksi selama proses sintesis. Nilai pH dan suhu akan berdampak pada mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 nanopartikel. Oleh karena itu pada penelitian berbasis studi literatur ini penulis akan berfokus mempelajari pengaruh prekursor dan pH yang digunakan pada proses sol-gel terhadap mikrostruktur yang terbentuk.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh pH dalam proses sintesis TiO_2 nanopartikel terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 ?
2. Bagaimana pengaruh suhu terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Melakukan studi literatur untuk mengetahui pengaruh variasi pH yang digunakan selama proses sintesis terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 nanopartikel
2. Melakukan studi literatur untuk mengetahui pengaruh suhu terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) bubuk TiO_2 Nanopartikel.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Untuk memberikan informasi pengaruh pH dalam proses sintesis TiO_2 terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 yang terbentuk.
2. Untuk memberikan informasi pengaruh suhu terhadap mikrostruktur (fase, ukuran partikel, ukuran kristal dan morfologi partikel) TiO_2 nanopartikel yang terbentuk.



Halaman ini sengaja dikosongkan



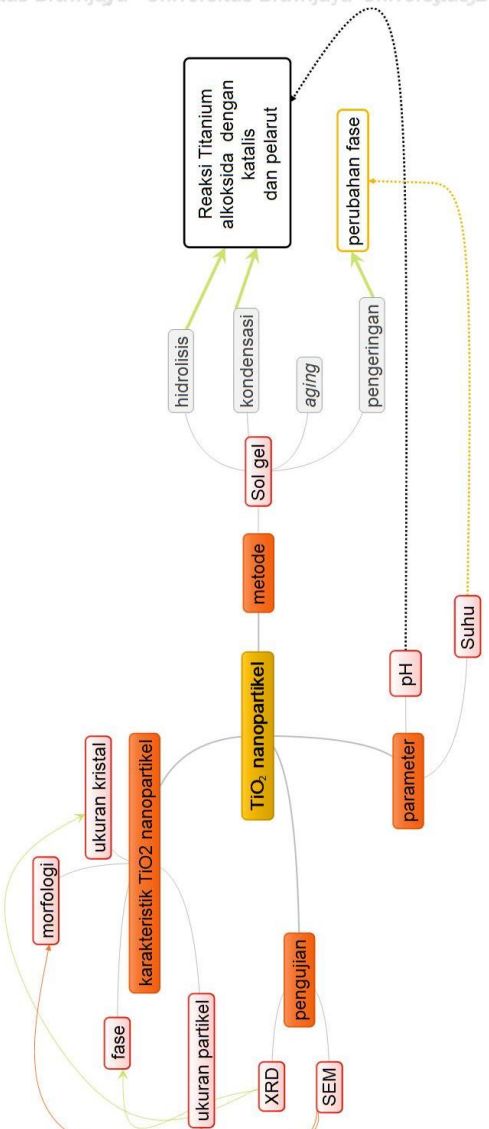
BAB II METODOLOGI

2.1 Konsep Penelitian

Pembentukan TiO_2 nanopartikel merupakan tinjauan utama penelitian ini. Hal ini bertujuan agar bahan dapat dilapiskan diatas QCM dengan baik tanpa merusak properti QCM. Proses sintesis TiO_2 nanopartikel menggunakan metode sol-gel. Metode ini merupakan sintesis *bottom-up* dengan prekursor yang digunakan adalah Titanium tetra isopropoksida (TTIP). TTIP sebagai prekursor memberikan hasil TiO_2 nanopartikel yang memiliki ukuran kristal halus, derajat kristalinitas tinggi, serta morfologi permukaan partikel yang lebih baik jika dibandingkan dengan bahan lain seperti titanium tetraklorida. Pembentukan TiO_2 nanopartikel dapat dikontrol melalui parameter-parameter yang digunakan selama proses sol-gel seperti pH, konsentrasi prekursor, larutan yang digunakan, waktu, kecepatan putar dan suhu kalsinasi. Terdapat empat tahap dalam proses sol-gel yaitu hidrolisis, kondensasi, *aging* dan pengeringan.

Transformasi fase dari anatase menuju rutile pada TiO_2 nanopartikel disebabkan oleh perlakuan suhu kalsinasi. Kalsinasi pada suhu tinggi memberikan energi pada atom-atom untuk bergerak membentuk struktur baru sehingga transformasi fase terjadi. Selain berdampak pada perubahan fase, suhu kalsinasi juga berdampak pada morfologi TiO_2 yang terbentuk. Suhu tinggi menyebabkan partikel teraglomerase. Pengaturan nilai pH pada sintesis menyebabkan perubahan fase dan ukuran partikel. pH akan berperan aktif dalam pembentukan TiO_2 pada tahap hidrolisis dan kondensasi. Pembentukan kristal dan perubahan fase TiO_2 pada padatan yang dibuat dari larutan prekursor dengan pH rendah akan lebih cepat dibanding dengan ia yang dibuat dari larutan pada pH tinggi. Nilai pH rendah menghalangi terjadinya agglomerase partikel pada larutan

prekursor sehingga partikel yang dibentuk juga lebih kecil dibanding dengan yang pH tinggi.



Gambar 2. 1. Peta konsep penelitian

2.2 Telusur pustaka

Penelitian ini digunakan metode kajian Pustaka. Metode yang digunakan dengan mengumpulkan data dan informasi dari jurnal maupun buku yang relevan dengan topik yang dikaji. Pengumpulan informasi terkait dengan variabel yang berhubungan dengan topik penelitian sehingga dapat digunakan untuk menjawab pertanyaan penelitian yang diajukan. Setelah dilakukan pengumpulan data dilakukan perbandingan data untuk selanjutnya dianalisa untuk mengevaluasi hasil akhir Analisa data dilakukan setelah data dikumpulkan dan dibandingkan. Analisa data merupakan suatu cara untuk mengolah data menjadi suatu informasi sehingga dapat dibaca dan dipahami.

Tabel 2.1 pemetaan data

N o	Judul	Data	Metode Percobaan	Lain lain
1.	Synthesis of TiO ₂ nanoparticle by hydrolisis and peptization of titanium isopropoxide solution (Mahshid dkk., 2007)	<ul style="list-style-type: none">• Difraktogram Hubungan pH dengan ukuran kristal Gambar 3.6• Analisis XRD untuk variasi suhu Gambar 3.10	<ul style="list-style-type: none">• Parameter a) pH 2 pada variasi suhu b) Suhu 100 C pada variasi pH c) Pelarut isopropanol d) TTIP 15 ml e) Katalis asam (HNO₃) dan basa (NH₄OH) sesuai dengan pH• Prosedur	<ul style="list-style-type: none">• Peningkatan ukuran kristal, agglomerase partikel dan ukuran partikel seiring dengan peningkatan suhu kalsinasi• Peningkatan suhu serta

	<p>• Difraktogram hubungan suhu dengan ukuran kristal</p> <p>Gambar 3.16</p>	<p>a. 15 ml TTIP dicampurkan dengan isopropanol diaduk dengan <i>magnetic stirrer</i> kemudian ditambahkan 250 ml katalis.</p> <p>b. Peptisasi</p> <p>c. pencucian dengan etanol</p> <p>d. Dikeringkan dalam vakum kalsinasi</p>	<p>penurunan pH akan menyebabkan transformasi kristal</p>	
<p>2.</p>	<p>Phase study of titanium dioxide nanoparticle prepared via sol-gel process (Araoyinbo dkk., 2018)</p>	<p>• Foto SEM</p> <p>Gambar 3.9</p>	<p>• Parameter</p> <p>a) Suhu 550 °C pada variasi pH</p> <p>b) Pelarut etanol</p> <p>c) TTIP 7 ml</p> <p>d) Katalis asam (HCL) dan basa (NH₄OH) sesuai dengan pH</p>	<p>• Ukuran partikel dan agglomerase meningkat seiring dengan peningkatan pH</p>

			<ul style="list-style-type: none"> • Prosedur <ol style="list-style-type: none"> a. 7 ml TTIP dicampurkan dengan etanol diaduk dengan <i>magnetic stirrer</i> kemudian ditambahkan 250 ml katalis. b. Larutan didiamkan 24 jam c. Dikeringkan d. kalsinasi 	
<p>3.</p>	<p>Effect of pH on TiO₂ nanoparticles via sol-gel method (Ibrahim dkk., 2011)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Analisis XRD Gambar 3.1 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ol style="list-style-type: none"> a. Suhu 400 °C b. Pelarut isopropil alkohol c. Katalis berupa asam (HNO₃) dan basa (NH₄OH) sesuai dengan pH 	<ul style="list-style-type: none"> • Peningkatan ukuran kristal, seiring dengan peningkatan pH • Transformasi fase lebih cepat pada pH rendah

			<ul style="list-style-type: none"> d. TTIP • Prosedur <ul style="list-style-type: none"> a. TTIP dicampurka n dengan isopropil alkohol b. Katalis dimasukkan tetes demi tetes c. Cuci dengan etanol d. keringkan e. kalsinasi 	
4.	<p>Sol-gel synthesis of mesoporous anatase–brookite and anatase–brookite–rutile TiO₂ nanoparticles and their photocatalytic properties (Mutuma dkk., 2015)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Analisis XRD Gambar 3.2 • Foto FE-SEM Gambar 3.8 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ul style="list-style-type: none"> a) 30 ml TTIP b) Pelarut isopropil alkohol c) Katalis basa NaOH atau asam HNO₃ bergantung pH • Prosedur <ul style="list-style-type: none"> a. TTIP dicampurka n dengan isopropil 	<ul style="list-style-type: none"> • Peningkat an ukuran kristal, agglomer ase partikel dan ukuran partikel seiring dengan peningkatan pH • Transform asi fase lebih cepat

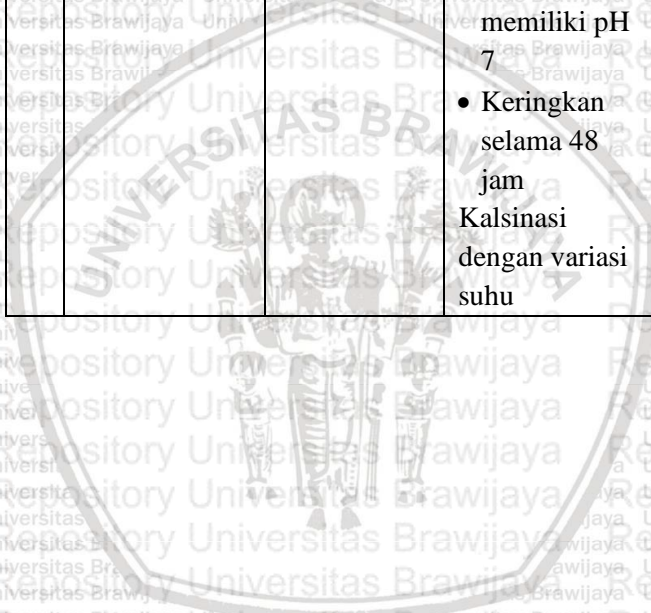
			<p>alkohol dan air</p> <p>b. Panaskan</p> <p>c. Tambahkan katalis</p> <p>Ketika lerutan berada suhu ruang</p> <p>d. Diamkan 24jam</p> <p>e. Cuci dengan air</p> <p>f. Keringkan selama 12 jam</p> <p>Kalsinasi</p>	<p>pada pH rendah</p>
5.	<p>Effect of pH on the surface morphology and structural properties of TiO₂ nanocrystals prepared by simple sol-gel method (Ganesan dkk., 2014)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Tabel ukuran kristal dengan pH Tabel 1 • Hubungan pH dengan ukuran kristal Gambar 3.5 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter a. 2 ml TTIP b. Pelarut etanol c. Katalis basa NaOH atau asam HNO₃ bergantung pH • Prosedur a) TTIP dicampurkan dengan etanol b) Campurkan dengan 	<p>Peningkatan ukuran kristal seiring dengan peningkatan pH</p>

			<p>katalis sesuai dengan variasi pH</p> <p>c) Dicuci dan disentrifugasi dengan air dan etanol</p> <p>d) Dikeringkan</p> <p>e) kalsinasi</p>	
6.	<p>Physical properties of TiO₂ prepared by sol-gel under different pH conditions for photocatalysis (Mexicano dkk., 2005)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Analisis XRD Gambar 3.4 • Tabel ukuran kristal Tabel 2 • Hubungan ukuran kristal dengan PH Gambar 3.7 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ol style="list-style-type: none"> a. TTIP b. Pelarut 2-propanol c. Suhu kalsinasi 500 C d. Katalis basa NaOH atau asam HCL bergantung pH • Prosedur <ol style="list-style-type: none"> a. TTIP dicampurkan dengan 2 propanol b. Tambahkan katalis c. Keringkan d. kalsinasi 	<ul style="list-style-type: none"> • Transformasi fase lebih cepat pada pH rendah • Peningkatan ukuran kristal, agglomerasi partikel dan ukuran partikel seiring dengan peningkatan pH

7.	Effect of Calcination Temperature on Titanium Dioxide Synthesized by Sol-Gel Method (BANJURAI ZAH dkk., 2018)	<ul style="list-style-type: none"> • Tabel ukuran kristal Tabel 4 • Hubungan ukuran kristal dengan suhu Gambar 3.15 • Foto SEM Gambar 3.17 • Analisis XRD untuk suhu Gambar 3.12 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ul style="list-style-type: none"> a. TTIP b. Pelarut etanol c. Katalis asam asetat • Prosedur <ul style="list-style-type: none"> a) Air dipanaskan terlebih dahulu b) 13.25 ml asam asetat ditambahkan dengan etanol c) Tambahkan 25 ml TTIP d) Larutan ditambahkan pada air yang sudah dipanaskan tadi dan diasuk e) Diamkan tiga jam f) Keringkan selama 24 jam Kasinasi dengan variasi suhu 	<ul style="list-style-type: none"> • Peningkatan ukuran kristal, agglomerasi partikel dan ukuran partikel seiring dengan peningkatan suhu kalsinasi • Peningkatan suhu menyebabkan transformasi kristal
----	---	--	--	---

8.	<p>Synthesis and characterizati on of TiO₂ nanoparticles (Viana dkk., 2010)</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Tabel ukuran kristal dengan suhu Tabel 3 • Analisis XRD berdasarkan suhu Gambar 3.13 • Difraktogram hubungan suhu dengan ukuran kristal Gambar 3.14 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ul style="list-style-type: none"> a) TTIP b) Pelarut isopropil alkohol c) pH 8 • Prosedur <ul style="list-style-type: none"> a. TTIP dicampurka n dengan pelarut, kemudian ditambahk an katalis b. Dicici dengan iar c. Sentrifugasi kalsinasi 	<ul style="list-style-type: none"> • ukuran kristal meningkat seiirng dengan meningkat nya suhu kalsinasi transformas i fase terjadi akibat pengaruh suhu
9.	<p>Effect of temperature on the degree of anatase–rutile transformation in titanium dioxide nanoparticles synthesized by the modified sol–gel</p>	<ul style="list-style-type: none"> • analisis XRD untuk suhu Gambar 3.11 • foto TEM Gambar 3.18 	<ul style="list-style-type: none"> • Parameter <ul style="list-style-type: none"> a. TTIP b. Pelrarut etanol c. pH 7 d. katalis amoniak • prosedur • TTIP dicampurkan dengan etanol 	<ul style="list-style-type: none"> • transform asi fase terjadi akibat pengaruh suhu ukuran partikel meningkat dengan adanya



<p>method (Wetchakun dkk., 2008)</p>		<ul style="list-style-type: none">• Tambahkan dengan campuran air, amoniak, dan etanol lalu diasuk• Cuci dengan air hingga memiliki pH 7• Keringkan selama 48 jam Kalsinasi dengan variasi suhu	<p>peningkatan suhu</p>
--	--	---	-------------------------



Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

Repository Universitas Brawijaya

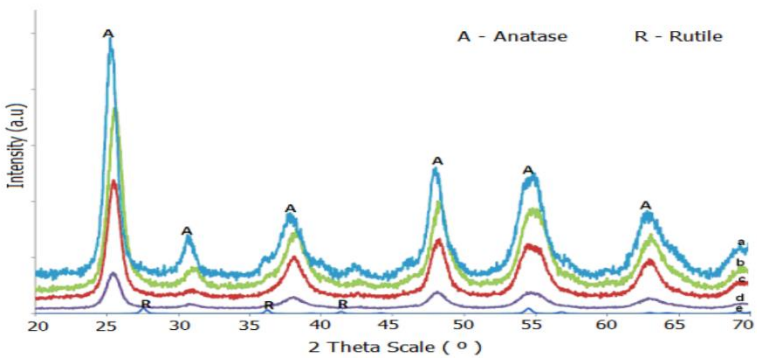
Repository Universitas Brawijaya

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB III
PEMBAHASAN

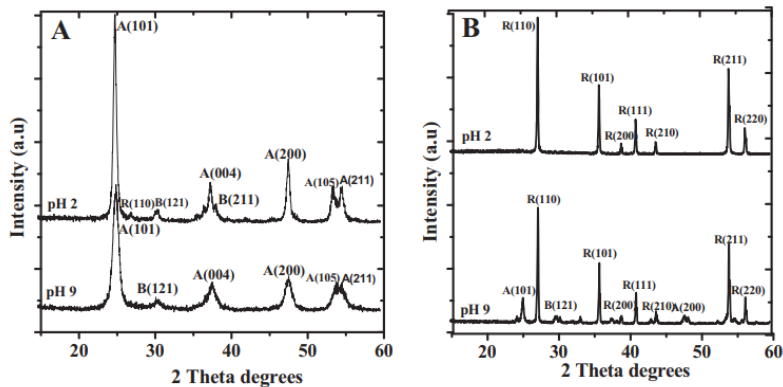
3.1 Pengaruh pH terhadap mikrostruktur TiO₂ nanopartikel

Sintesis TiO₂ nanopartikel dengan metode sol-gel menggunakan senyawa titanium alkoksida oksida seperti titanium tetra isopropoksida, tetra isopropil ortotitanate, dan titanium tetraklorida yang berperan sebagai prekursor Ti. Pelarut seperti etanol, methanol, dan propanol, air adalah media untuk tahapan hidrolisis pada proses sol-gel, dan larutan asam adalah penstabil selama sintesis TiO₂ berlangsung (Mingwei *et al.*, 2006). Masing-masing senyawa memiliki pengaruh penting dalam sintesis. Keasaman larutan akan berpengaruh terhadap kristalinitas dan fase material yang terbentuk. Fase dan kristalinitas material TiO₂ yang terbentuk menentukan aplikasi dari material tersebut (Bessekhouad *et al.*, 2003). Gambar 3 Adalah difraktogram hasil pemanasan pada suhu 400 °C menggunakan pelarut isopropil alkohol dan katalis yang digunakan berupa asam nitrat dan ammonium hidroksida.



Gambar 3.1. Difraktogram XRD nanokristal titanium dioksida yang disintesis pada suhu 400 °C dengan variasi pH berbeda (a) pH 9, (b) pH 7, (c) pH 5, (d) pH 3, (e) pH 1 (Ibrahim dkk., 2011)

Identifikasi pola difraksi pada Gambar 3.1 menunjukkan bahwa pada pH rendah (asam) cenderung menghasilkan partikel TiO₂ dengan fase rutile yang ditandai dengan 'R'. Sintesis dengan larutan pH tinggi (basa) akan membentuk struktur anatase. Penelitian lain menunjukkan hasil seperti Gambar 3.2



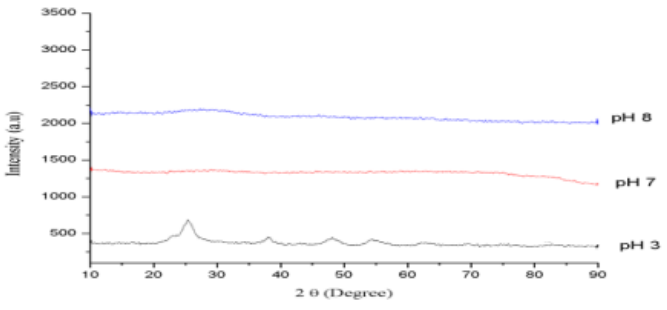
Gambar 3.2. Difraktogram XRD kristal TiO₂ pada pH 2 dan 9 (A) kalsinasi pada suhu 600 °C dan (B) 800 °C menggunakan pelarut isopropil alkohol (Mutuma dkk., 2015).

Gambar 3.2 menunjukkan bahwa pH menyebabkan perubahan terhadap kiralinitas partikel TiO₂ yang terbentuk. Gambar 3.2 A menunjukkan bahwa pada pH 2 (asam) terdapat puncak kecil fase rutile yang merupakan hasil perubahan fase dalam partikel (anatase menuju rutile maupun brookite menuju rutile). Hal ini berbeda dengan puncak-puncak difraksi yang terbentuk pada pH 9 (basa). Hasil identifikasi fase pada pH 9 menunjukkan bahwa fase yang terbentuk murni merupakan fase anatase dan brookite. Identifikasi fase pada Difraktogram XRD pada Gambar 3.2 B menunjukkan pada pH 2 sampel memiliki fase rutile sedangkan pada pH 9, masih terdapat fase anatase maupun brookite. Berdasarkan pengamatan pada kedua difraktogram XRD, Sintesis pada larutan dengan pH rendah memberikan dorongan pada sampel untuk bertransformasi lebih cepat

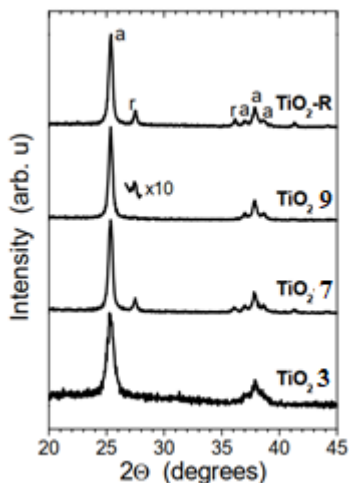
menuju fase berikutnya jika dibandingkan dengan penggunaan pH tinggi. Transformasi kristal yang dimaksudkan seperti berikut



Hal ini diperkuat oleh hasil karakterisasi pada Gambar 3.3 (Araoyinbo dkk., 2018). Difraktogram XRD pada Gambar 3.3 menunjukkan pada sintesis menggunakan larutan dengan pH 3, setelah proses pemanasan mulai terbentuk struktur kristal TiO₂ sedangkan sintesis dengan larutan pada pH lainnya, padatan masih berstruktur amorf. Transformasi fase yang lebih cepat pada sintesis menggunakan larutan dengan pH rendah juga ditunjukkan Gambar 3.4. Difraktogram XRD pada Gambar 3.4 sampel dikalsinasi suhu 500 °C dan menggunakan pelarut 2-propanol (Mexicano dkk., 2005).

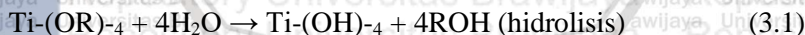


Gambar 3.3 Difraktogram XRD TiO₂ dengan variasi pH tertentu pada suhu 100 °C (Araoyinbo dkk., 2018).



Gambar 3.4 Difraktogram XRD TiO_2 pada variasi pH tertentu dengan suhu kalsinasi 500°C (Mexicano dkk., 2005).

Variasi pH pada tahapan hidrolisis dan kondensasi memberikan kecepatan pembentukan gugus baru yang berbeda pada larutan prekursor. Perbedaan polaritas akan mempengaruhi besarnya reaktivitas pada proses hidrolisis dan kondensasi (Behnajady *et al.*, 2011). Reaksi hidrolisis dan kondensasi dapat dituliskan sebagai berikut

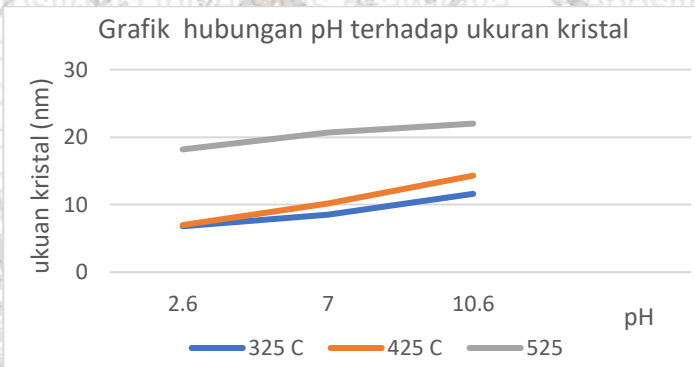


R adalah etil, i-propil, n-butyl. Apabila larutan dalam kondisi asam, pembentukan gugus hidroksida $\text{Ti}(\text{OH})_4$ tidak dapat terjadi. Pembentukan fase anatase maupun rutile terjadi pada tahap kondensasi ketika reaksi dalam larutan cukup untuk deprotonasi lebih lanjut. Pengaturan nilai pH rendah pada larutan menyebabkan reaksi deoksidasi tidak terjadi. Hal tersebut berakibat pada pertumbuhan linear di sepanjang bidang ekuatorial dari kation ketika nukleasi. Kemudian, reaksi oksidasi antara menghasilkan rantai linear $\text{TiO}(\text{OH})_2$ yang menghasilkan struktur rutile. Pada wilayah pH

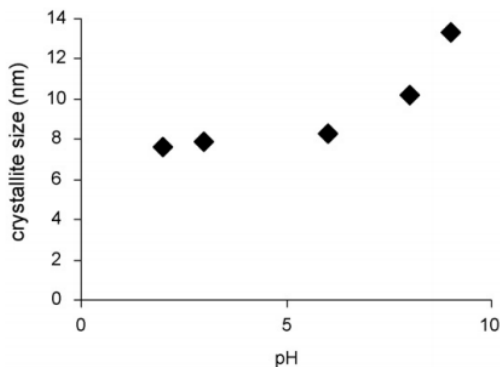
tinggi terjadi reaksi deoksidasi. Proses kondensasi akan terjadi terus menerus sehingga terbentuk rantai miring struktur anatase. pH juga berpengaruh Terhadap ukuran kristal partikel. Data XRD kemudian dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan persamaan Scherrer Berikut ini data ukuran kristal berdasarkan persamaan Scherrer

Tabel 3.1 Ukuran kristal berdasarkan pH (Ganesan dkk., 2014)

pH	Particle size (nm)		
	325°C	425°C	525°C
2.6	6.80	6.98	18.18
7.0	8.53	10.17	20.70
10.6	11.60	14.30	22.00



Gambar 3.5. Kurva hubungan pH dengan ukuran kristal (Ganesan dkk., 2014)

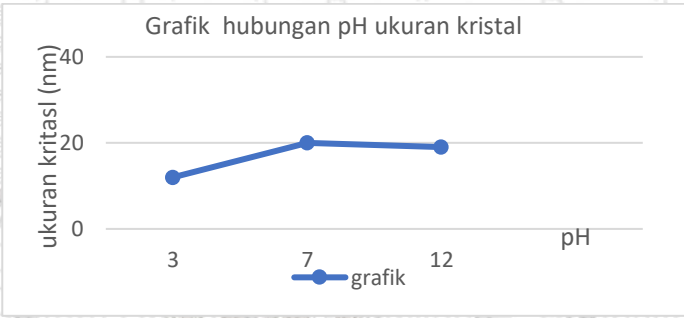


Gambar 3.6 Kurva hubungan pH dengan ukuran kristal TiO_2 (Mahshid dkk., 2007).

Gambar 3.5 adalah sampel yang disintesis dengan menggunakan pelarut etanol, sedangkan Gambar 3.6 sampel dikalsinasi pada suhu 100°C dan pelarut isopropanol. Data pada Gambar 3.5 dan Gambar 3.6 menunjukkan kenaikan pH menyebabkan ukuran kristal mengalami kenaikan. Hal ini disebabkan pada pH tinggi memiliki kadar ion OH^- lebih tinggi. TiO_2 nanopartikel akan berinteraksi dengan ion tersebut sehingga pembentukan struktur TiO_2 nanopartikel terganggu. Hal ini tentu berdampak pada pertumbuhan batas butir (bidang yang membatasi 2 orientasi kristal yang berbeda) kristal. Gambar 3.5 dan Gambar 3.6 memiliki pola peningkatan ukuran kristal yang berbeda. Hal ini disebabkan penggunaan pelarut, suhu kalsinasi, dan lama waktu kalsinasi yang berbeda sehingga memberikan pola kenaikan yang berbeda. Perubahan ukuran kristal akibat pengaruh pH juga terjadi pada data yang tersedia pada Tabel 3.2.

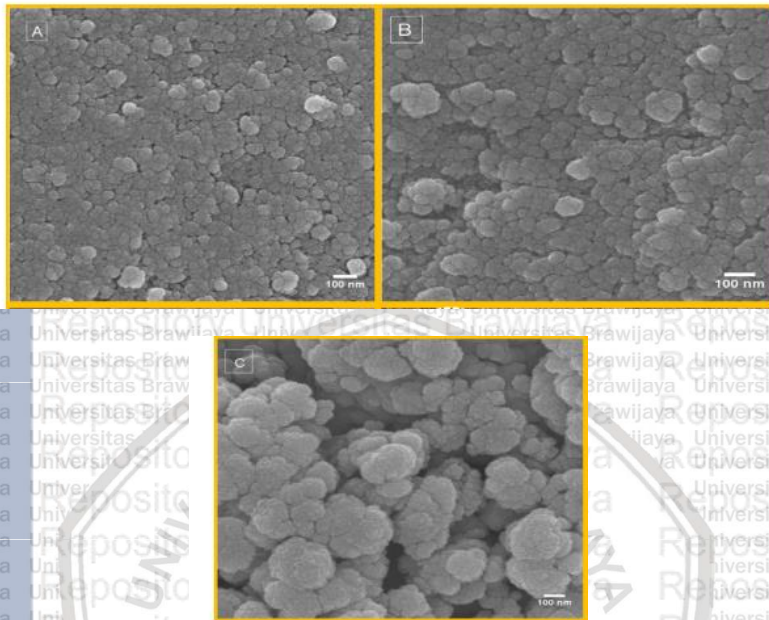
Tabel 3.2 Ukuran kristal berdasarkan pH (Mexicano dkk., 2005)

Sampel	Fase kristal	Ukuran kristal (Å)
TiO ₂ -R	a+r	32
TiO ₂ -A	a	12
TiO ₂ -N	a+r	20
TiO ₂ -B	a+r	19



Gambar 3.7. Kurva hubungan ukuran kristal dengan pH dengan kalsinasi pada suhu 500 °C (Mexicano dkk., 2005).

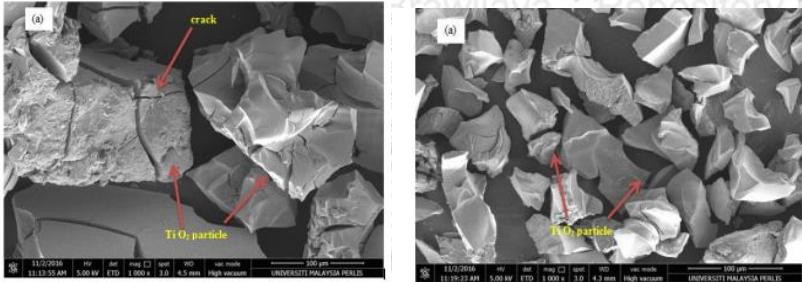
Mikrostruktur dalam pembahasan ini meliputi fase, ukuran partikel, ukuran kristal, dan morfologi permukaan. Partikel dapat ditinjau dari karakterisasi SEM. Variasi pH yang diberikan akan memberikan pengaruh terhadap morfologi permukaan dan juga ukuran kristal. Berikut ini hasil karakterisasi SEM untuk TiO₂ nanopartikel menurut beberapa penelitian mutuma tahun 2015 (Mutuma dkk., 2015).



Gambar 3.8. Foto SEM TiO₂ nanopartikel (A) pH 2 (B) pH 4 (C) pH 9 (Mutuma dkk., 2015).

Gambar 3.8 menunjukkan bahwa pH 9 terjadi penggumpalan (agglomerase) partikel TiO₂ nanopartikel. Pada pH rendah, hasil menunjukkan terbentuknya kumpulan padatan partikel TiO₂ namun ia memiliki ukuran yang lebih kecil dibanding dengan pH tinggi. Tingkat keasaman tinggi mencegah terjadinya agglomerase sehingga terbentuk partikel dengan ukuran yang lebih kecil. Pemisahan partikel terjadi ketika tingkat keasaman yang semakin rendah pada Gambar 3.8. Gambar 3.8 merupakan TiO₂ partikel dengan pH 2 yang berukuran 200 nm sedangkan pada pH 9 partikel berukuran 400 nm. Gambar 3.9 yang merupakan hasil karakterisasi FE-SEM untuk pH 3 menunjukkan bentuk yang tidak beraturan karena agglomerase yang terjadi. Pada keadaan tersebut partikel primer memiliki ukuran 0,22 μm . Hasil karakterisasi FE-SEM untuk pH 7 menunjukkan ukuran

partikel 0.32 μm . Ukuran partikel dan bentuk partikel pada gambar 3.8 dan 3.9 memiliki perbedaan ukuran partikel. Hal ini disebabkan karena suhu kalsinasi yang digunakan berbeda, pelarut yang digunakan berbeda dan jenis asal atau basa yang berbeda.

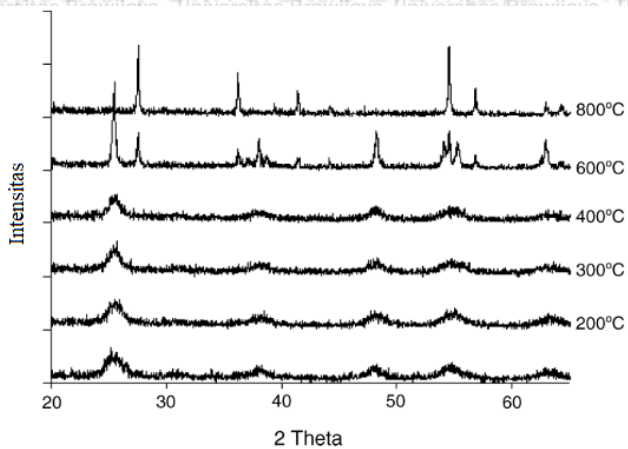


Gambar 3.9. Foto FE-SEM TiO_2 nanopartikel (A) pH 3 (B) pH 7 dengan suhu kalsinasi 550 $^\circ\text{C}$ (Araoyinbo dkk., 2018).

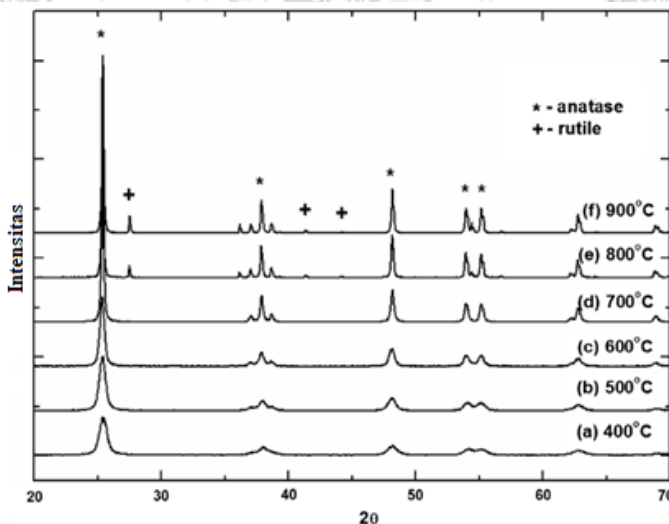
3.2 Pengaruh suhu terhadap mikrostruktur TiO_2 nanopartikel

Kristalisasi merupakan pembentukan fase padat dari fase cair maupun gas. Mikrostruktur (fase kristal, ukuran kristal dan bentuk partikel) kristal yang terbentuk dipengaruhi oleh kecepatan nukleasi dan pertumbuhan kristal. Tahap pertama Pembentukan fase padat dari fase cair maupun gas adalah nukleasi. Tahapan nukleasi terdapat parameter yang mempengaruhi diantaranya adalah suhu, *impurities*, dan saturasi. Selain kecepatan nukleasi, terdapat parameter lain yang menentukan mikrostruktur kristal yang terbentuk yaitu pertumbuhan kristal. Suhu dalam pertumbuhan kristal memegang peranan sebagai pengontrol difusi pertumbuhan (suhu tinggi). Suhu kalsinasi akan menyebabkan atom-atom mengalami peningkatan energi sehingga atom-atom bergetar dengan jarak antar atom yang lebih besar. Semakin tinggi suhu kalsinasi maka jarak antar atom akan menjadi lebih besar. Pada level energi tertentu yang diakibatkan oleh suhu, atom akan memiliki cukup energi untuk melepaskan diri dari ikatannya sehingga terjadi proses difusi yang menyebabkan atom

menempati posisi baru. Hal tersebut menyebabkan terbentuknya fase kristal yang baru akibat pengaruh suhu. Berikut ini merupakan difraksi XRD TiO₂ nanopartikel yang terbentuk akibat pengaruh suhu .



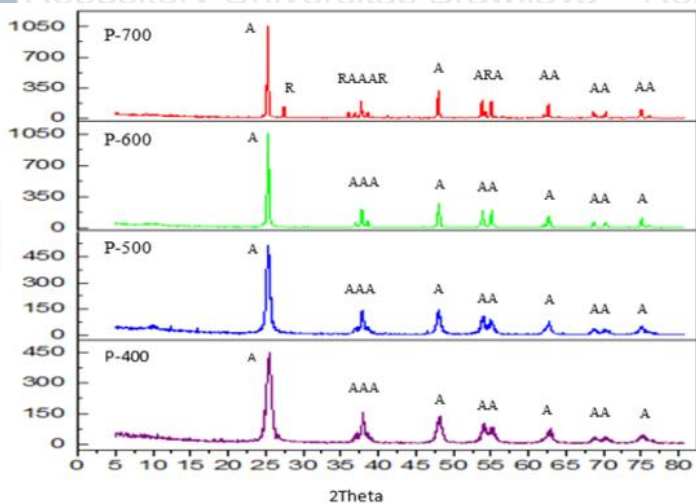
Gambar 3.10. Difraktogram XRD TiO₂ nanopartikel yang disintesis pada pH 2 dengan variasi suhu (Mahshid dkk., 2007)



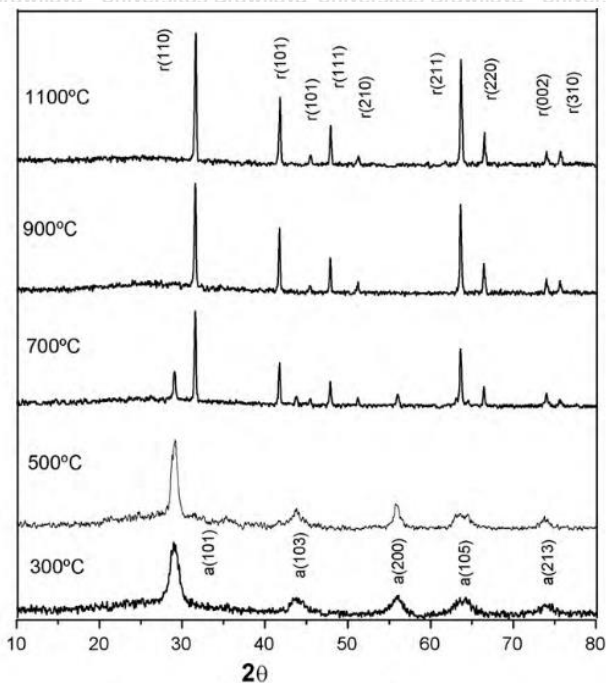
Gambar 3.11. Difraktogram XRD TiO_2 nanopartikel yang disintesis pada pH 7 dengan variasi suhu (Wetchakun dkk., 2008)

Hasil analisis difraksi XRD pada Gambar 3.10 dan Gambar 3.11 menunjukkan adanya perubahan fase dari anatase menuju rutile yang dipengaruhi oleh suhu kalsinasi pada proses sol-gel. Namun, perubahan fase yang terjadi pada Gambar 10 dan Gambar 11 terjadi pada suhu yang berbeda. Gambar 10 perubahan fase terjadi pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ sedangkan pada Gambar 11 perubahan fase dari anatase menuju rutile terjadi pada suhu $800\text{ }^\circ\text{C}$. Perbedaan titik suhu perubahan fase ini dikarenakan pada proses sol-gel menggunakan katalis dengan pH yang berbeda. Gambar 10 memiliki tingkat pH yang lebih rendah dibanding Gambar 11. Tingkat pH rendah menyebabkan transformasi fase dari anatase menuju rutile terjadi lebih cepat. Oleh karena itu pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ berdasarkan analisis difraksi puncak XRD pada gambar 10 sudah mengalami transformasi fase. Namun perbedaan titik suhu perubahan fase ini tidak hanya disebabkan oleh pH, melainkan pelarut yang digunakan kedua gambar berbeda. Gambar 10 menggunakan isopropanol sedangkan pada gambar 11 menggunakan etanol. Perbedaan pelarut berpengaruh terhadap reaksi hidrolisis dan kondensasi pada metode sol-gel. Hal ini dikarenakan masing masing pelarut memiliki polaritas yang berbeda.

Intensitas

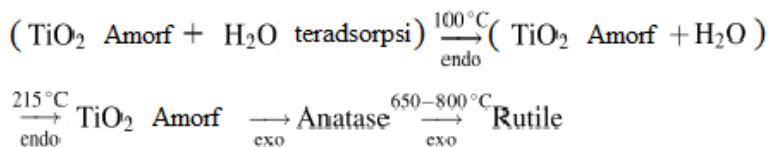


Gambar 3.12. Difraktogram XRD TiO₂ nanopartikel yang disintesis pada pH rendah variasi suhu (BANJURAIZAH dkk., 2018)



Gambar 3.13. Difraktogram XRD TiO₂ nanopartikel pada pH 8 dengan variasi suhu Difraktogram(Viana dkk., 2010)

Gambar 3.12 dan Gambar 3.13 menunjukkan hal yang sama seperti Gambar 3.10 dan Gambar 3.11 yaitu transformasi fase dari anatase menuju kristal akibat adanya peningkatan suhu pada saat kalsinasi TiO₂ nanopartikel. Berikut ini adalah mekanisme perubahan fase pada TiO₂

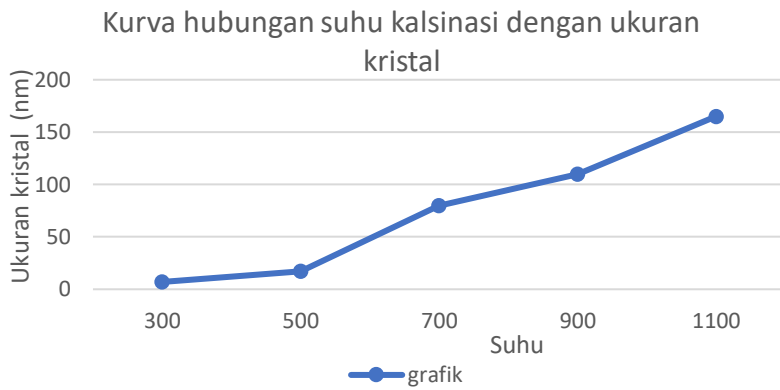


Pada suhu 500 °C Peristiwa endotermik terjadi, peristiwa endotermik merupakan penyerapan energi dari sekitar (kalor) oleh atom sehingga tidak menyebabkan perubahan struktur pada kristal. Pada suhu 650 °C-800 °C terjadi reaksi eksotermik. Reaksi eksotermik merupakan pelepasan energi yang dimiliki oleh atom ke sekitarnya. Peristiwa eksotermik pada atom menyebabkan terlepasnya ikatan pada atom sehingga atom berdifusi dan menempati posisi baru. Penempatan posisi baru dari atom berdampak pada peningkatan densitas kristal dan perubahan struktur kristal. Hal ini berkaitan dengan perubahan fase dari anatase menuju rutile.

Ukuran kristal yang merupakan bagian dari mikrostruktur partikel juga terpengaruh oleh suhu pada tahapan kalsinasi. Pada suhu tinggi terdapat lebih banyak ion OH⁻ yang terbentuk pada daerah dekat permukaan sampel dibandingkan dengan suhu rendah. Hal ini dikarenakan pada suhu tinggi terjadi reaksi oksidasi yang menyebabkan banyak terbentuk ion OH⁻ didalam material. Peningkatan ion OH⁻ dan peningkatan proses difusi akibat peningkatan suhu menyebabkan ukuran butir kristal menjadi lebih besar. Berikut ini adalah hasil perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan *Scherrer*

Tabel 3.3 Ukuran kristal berdasarkan suhu (Viana dkk., 2010)

Suhu /°C	Fase	Ukuran kristal (nm)
300	Anatase	7
500	Anatase	17
700	Anatase (26%) Rutile (74%)	45 80
900	Rutile	110
1100	Rutile	165



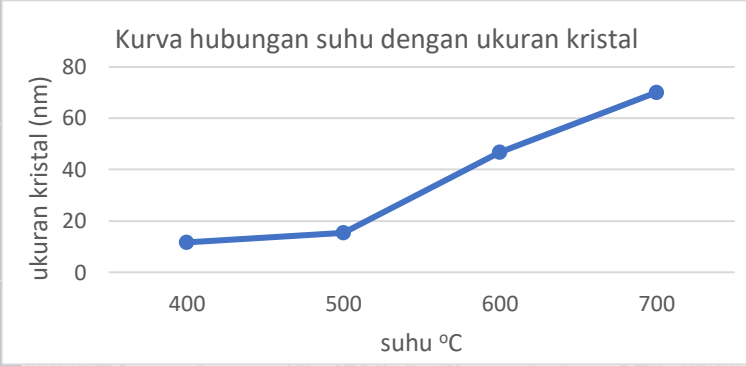
Gambar 3.14 Kurva hubungan suhu dengan ukuran kristal (Viana dkk., 2010)

Tabel 3.3 merupakan hasil analisis yang didapatkan berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Scherrer*. Hasil perhitungan kemudian direpresentasikan dalam bentuk difraktogram agar lebih mudah dalam membaca data. Gambar 3.14 menunjukkan peningkatan ukuran kristal pada setiap kenaikan suhu kalsinasi yang diterapkan pada metode sol-gel. Apabila kita amati pola difraksi sinar X pada Gambar 3.13, peningkatan suhu menyebabkan kenaikan intensitas pada puncak difraksi sinar-X. Lebar setengah puncak pada pola difraksi juga mengecil. Hal ini sesuai dengan persamaan *Scherrer*, dimana lebar setengah puncak berbanding terbalik dengan ukuran kristal. Apabila ukuran kristal membesar maka lebar setengah puncak mengecil. Terdapat perbedaan hasil ukuran kristal pada tabel 3.3 dan tabel 3.4 seperti contohnya pada suhu 700 °C untuk fase anatase. Suhu 700 °C pada tabel 3.3 sampel berukuran kristal berukuran 45 nm sedangkan pada tabel 3.4 sampel berukuran 70 nm. Hal ini dikarenakan parameter lain seperti pH dan pelarut yang digunakan berbeda. Terlepas dari perbedaan parameter yang digunakan pada proses sol-gel, pengaruh suhu kalsinasi pada masing-masing penelitian memiliki pola yang sama yaitu peningkatan ukuran kristal

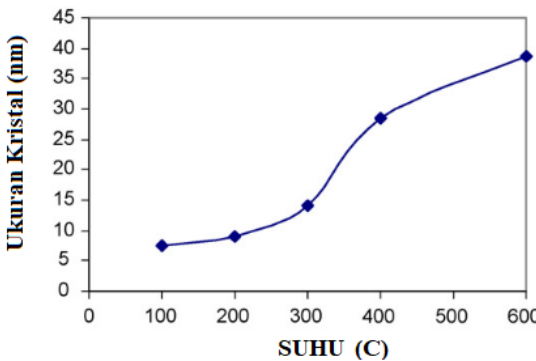
seiring dengan meningkatnya suhu kalsinasi. Hal ini diperkuat oleh penelitian (Mahshid dkk., 2007) seperti pada Gambar 3.15 yang memiliki pola yang sama.

Tabel 3.4 Ukuran kristal berdasarkan Suhu (Banjuraziah dkk., 2018)

Sampel	Fasa	Ukuran kristal (nm)
P-400	A	11.66
P-500	A	15.40
P-600	A	46.70
P-700	A	70.05
	R	114.5

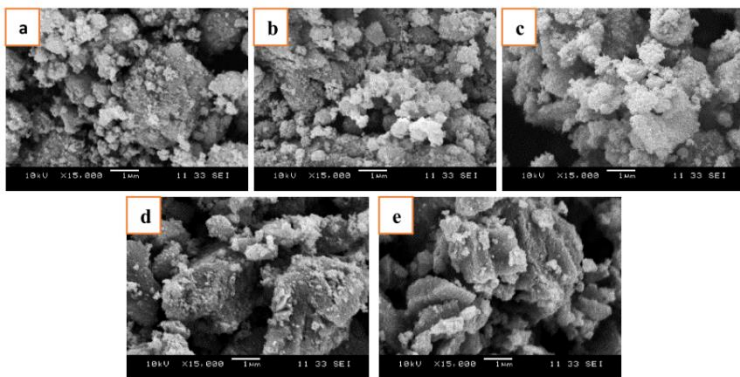


Gambar 3.15. Kurva ukuran kristal berdasarkan Suhu (Banjuraziah dkk., 2018)



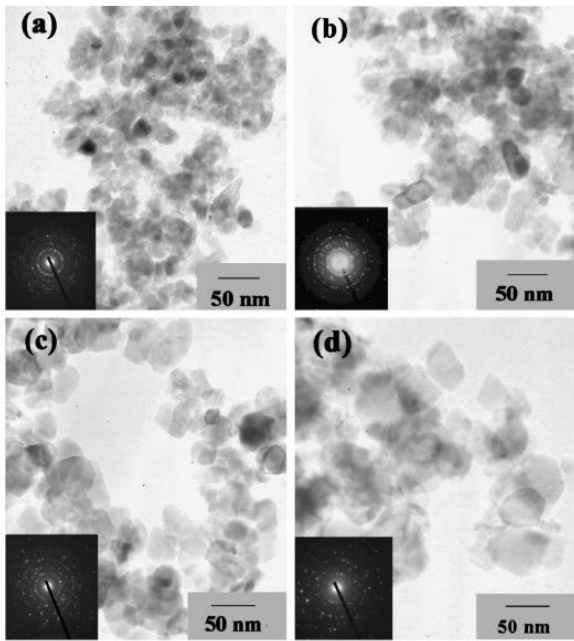
Gambar 3.16, Kurva ukuran kristal berdasarkan Suhu (Mahshid dkk., 2007)

Mikrostruktur lain yang menjadi tinjauan dari penelitian ini adalah morfologi TiO_2 nanopartikel dan ukuran partikel. Partikel nano sendiri memiliki kecenderungan untuk membentuk agglomerase. Peningkatan suhu tentu memberikan energi tambahan pada atom untuk membentuk agglomerase sehingga ukuran partikel akan meningkat. Gambar 17 menunjukkan foto SEM TiO_2 nanopartikel yang dilakukan oleh (Banjunariah dkk., 2018).



Gambar 3.17 Foto SEM TiO_2 nanopartikel (a) 0 °C (b) 400 °C (c) 500 °C (d) 600 °C (e) 700 °C pada perbesaran 15000X. (Banjunariah dkk., 2018)

Hasil Gambar 17 menunjukkan bahwa partikel memiliki bentuk yang tidak beraturan. Ukuran partikel akan semakin membesar dengan peningkatan suhu kalsinasi. Pola yang sama juga ditemukan pada penelitian (Wetchakun dkk., 2008) seperti pada Gambar 18. Pertumbuhan kristal terjadi pada suhu tinggi menyebabkan partikel lebih mudah untuk menempel satu sama lain dan teragglomerase. Foto pada Gambar 3.18 merupakan hasil dari karakterisasi TEM. Suhu 400 °C Sampel memiliki ukuran partikel rata-rata sebesar 15 nm.



Gambar 3.18. Foto TEM TiO₂ nanopartikel (a) 400 °C (b) 500 °C (d) 600 °C (d) 700 °C (Wetchakun dkk., 2008)



Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV PENUTUP

4.1 Kesimpulan

1. Tingkat pH semakin rendah berpengaruh terhadap pembentukan kristal dan perubahan transformasi fase TiO_2 yang lebih cepat dibanding dengan tingkat pH rendah. pH yang berbebeda pada proses sintesis sol-gel akan menyebabkan perbedaan ukuran partikel (partikel cenderung membesar akibat kenaikan pH), ukuran kristal. Peningkatan pH berdampak pada agglomerase patikel
2. Peningkatan suhu kalsinasi pada metode sol-gel akan menyebabkan terjadinya agglomerase partikel, ukuran partikel membesar, ukuran kristal membesar dan perubahan fase kritical TiO_2 nanopartikel

4.1 Saran

Sintesis dengan menggunakan pH rendah memiliki hasil yang efektif ditinjau dari pembentukan fase yang lebih cepat ketika menggunakan suhu rendah, ukuran kristal dan ukuran partikel yang lebih kecil dan menghindari terjadinya agglomerase partikel. Penelitian selanjutnya disarankan meninjau pengaruh dari konsentrasi dan larutan terhadap mikrostruktur TiO_2 nanopartikel.



Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, Khairurrijal. 2008. *Review: Sintesis Teknologi nano. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. 1(2):33–57.
- Araoyinbo, A. O., Bakri Abdullah, M. M. Al, Anuar Mohd Salleh, M. A., Abdul Aziz, N. N., Iskandar Azmi, A. 2018. *PHase study of titanium dioxide nanoparticle prepared via sol-gel process. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 343(1).
- Avci, N., Smet, P. F., Poelman, H., Driessche, I. Van, Poelman, D. 2009. *Characterization of TiO₂ powders and thin films prepared by non-aqueous sol – gel techniques*. 52(3):424–431.
- Avramescu, M. L., Rasmussen, P. E., Chénier, M., Gardner, H. D. 2017. *Influence of pH, particle size and crystal form on dissolution behaviour of engineered teknologi nanos. Environmental Science and Pollution Research*. 24(2):1553–1564.
- BANJURAZAH, J., ONG, Y. P., AHMAD, Z. A. 2018. *Effect of Calcination Temperature on Titanium Dioxide Synthesized by Sol-Gel Method. International Journal of Current Research in Science, Engineering & Technology*. 1(Spl-1):68.
- 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 TiO₂ Nanoparticles. Journal of Desalination* 278 (2011)10–17.
- Bessekhouad, Y., D. Robert., J.V. Weber. 2003. *Synthesis of Photocatalytic TiO₂ 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 TiO₂ Photocatalyst Prepared by Sol-Gel Method at Temperatures Lower than 300°C. *Journal of Hazardous Materials* 192(1): 150 – 159.

Farbod, M., Khademalrasool, M. 2011. *Synthesis of TiO₂ nanoparticles by a combined sol-gel ball milling method and investigation of nanoparticle size effect on their photocatalytic activities. Powder Technology.* 214(3):344–348.

Ganesan, N. M., Muthukumarasamy, N., Balasundaraprabhu, R., Senthil, T. S. 2014. *Effect of pH on the surface morphology and structural properties of TiO₂ nanocrystals prepared by simple sol-gel method. Iranian Journal of Science and Technology, Transaction A: Science.* 38(A2):187–191.

Goto, T., Cho, S. H., Ohtsuki, C., Sekino, T. 2018. *Solvothermal synthesis of TiO₂-modified hydroxyapatite using water-isopropanol solution. Materials Science Forum.* 922 MSF:86–91.

Ibrahim, S. A., Sreekantan, S. 2011. *Effect of pH on TiO₂ nanoparticles via sol-gel method. Advanced Materials Research.* 173:184–189.

Iftimie, N., Luca, D., Lacomis, F., Girtan, M., Mardare, D. 2009. *Gas sensing materials based on TiO₂ thin films. Journal of Vacuum Science and Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures.* 27(1):538–541.

Kang, M., Kim, S. W., Park, H. Y. 2018. *Optical properties of TiO₂ thin films with crystal structure. Journal of Physics and Chemistry of Solids.* 123(March):266–270.

Mahshid, S., Askari, M., Ghamsari, M. S. 2007. *Synthesis of TiO₂ nanoparticles by hydrolysis and peptization of titanium*

isopropoxide solution. Journal of Materials Processing Technology. 189(1–3):296–300.

Mexicano, I., Molecular-fqg, I., Gomez, R. 2005. *PHysical properties of TiO₂ prepared by sol-gel under different pH conditions for pHotocatalysis. Superficies y vacío.* 18(1):46–49.

Mingwei, C., Ma, E & Hemker, K. 2006. *Mechanical Nanocrystalline Behavior Logams. Of in Teknologi nanos Handbook.* Taylor & Francis Group.

Montazeri-Pour, M., Riahi-Noori, N., Mehdikhani Niroo, A. 2013. *Synthesis of single-pHase anatase TiO₂ nanoparticles by hydrothermal treatment with application potential for pHotocatalysis. Journal of Ceramic Processing Research.* 14(5):595–600.

Mutuma, B. K., Shao, G. N., Kim, W. D., Kim, H. T. 2015. *Sol-gel synthesis of mesoporous anatase-brookite and anatase-brookite-rutile TiO₂ nanoparticles and their pHotocatalytic properties. Journal of Colloid and Interface Science.* 442:1–7.

Reyes-Coronado, D., Rodríguez-Gattorno, G., Espinosa-Pesqueira, M. E., Cab, C., De Coss, R., Oskam, G. 2008. *PHase-pure TiO₂ nanoparticles: Anatase, brookite and rutile. Nanotechnology.* 19(14).

Viana, M. M., Soares, V. F., Mohallem, N. D. S. 2010. *Synthesis and characterization of TiO₂ nanoparticles. Ceramics International.* 36(7):2047–2053.

Wetchakun, N., PHanichpHant, S. 2008. *Effect of temperature on the degree of anatase-rutile transformation in titanium dioxide nanoparticles synthesized by the modified sol-gel method. Current Applied PHysics.* 8(3–4):343–346.