



## Pengaruh Variasi Polivinilpirolidon (PVP) Terhadap Pembentukan Serat Nano Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Menggunakan Metode *Electrospinning*

Vega Rahmawati Ar<sup>a</sup>, Posman Manurung<sup>b</sup>, Junaidi<sup>c</sup> dan Pulung Karo-Karo

Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

Article Information	Abstract
<p><i>Article history:</i> Received January 28<sup>th</sup>, 2021 Received in revised form February 5<sup>th</sup>, 2021 Accepted February 28<sup>th</sup>, 2021</p> <p><b>Keywords:</b> <i>Electrospinning, Nanofibers, PVP, TiO<sub>2</sub>, Viscosity</i></p>	<p><i>Research on the formation of TiO<sub>2</sub> nanofiber has been carried out with PVP variations of 1.1; 1.2; 1.3; 1.4 and 1.5 grams using electrospinning. This study aims to determine the effect of PVP variation on the viscosity and morphology of TiO<sub>2</sub> nanofibers and to determine the crystal structure of the fibers. Synthesis of TiO<sub>2</sub> was carried out using the sol-gel method. TTIP is used as a precursor, ethanol as a solvent, acetic acid as a catalyst and PVP as a fiber-forming polymer. The results of the viscosity measurement show that the amount of PVP used in the sample is directly proportional to the level of solution viscosity. Based on the results of SEM characterization, it showed relatively uniform nanofiber morphology with fiber diameter ranging from 94 nm - 735 μm. The results of TEM characterization showed that the size of TiO<sub>2</sub> nanofiber particles ranged from 7-15 nm. The results of XRD analysis showed that the crystal structures formed at a calcination temperature of 450 oC were the anatase and rutile phases.</i></p>
Informasi Artikel	Abstrak
<p><i>Proses artikel:</i> Diterima 28 Januari 2021 Diterima dan direvisi dari 5 Februari 2021 Accepted 28 Februari 2021</p> <p><b>Kata kunci:</b> <i>Electrospinning, PVP, Serat nano, TiO<sub>2</sub>, Viskositas.</i></p>	<p><i>Telah dilakukan pembentukan serat nano TiO<sub>2</sub> dengan variasi PVP sebesar 1,1; 1,2; 1,3; 1,4 dan 1,5 gram menggunakan electrospinning. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi PVP terhadap viskositas dan morfologi serat nano TiO<sub>2</sub> serta struktur kristal pada serat nano TiO<sub>2</sub>. Sintesis TiO<sub>2</sub> dilakukan menggunakan metode sol-gel. TTIP digunakan sebagai prekursor, etanol sebagai pelarut, asam asetat sebagai katalis dan PVP sebagai polimer pembentuk serat. Hasil pengukuran viskositas menunjukkan bahwa jumlah PVP yang digunakan pada sampel berbanding lurus dengan tingkat kekentalan larutan. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM memperlihatkan morfologi serat nano yang relatif seragam dengan ukuran diameter serat berkisar antara 94 nm – 735 μm. Hasil karakterisasi TEM menunjukkan ukuran partikel serat nano TiO<sub>2</sub> berkisar 7-15 nm. Hasil analisis XRD menunjukkan struktur kristal yang terbentuk pada suhu kalsinasi 450°C yaitu fasa anatase dan rutil.</i></p>

### 1. Pendahuluan

Beberapa abad terakhir, ketertarikan dunia penelitian terhadap material nano sangat meningkat pesat. Material nano menjadi titik temu dalam bidang nanosains dan nanoteknologi. Bidang ini mampu menghasilkan suatu potensi untuk merevolusi dalam pembuatan material dan produk-produk lainnya. Material nano didefinisikan sebagai suatu bahan yang paling sedikit satu dimensinya lebih kecil dari 100 nm. Bila dibandingkan dengan material berukuran makro, tentu saja material nano dapat menghasilkan material baru yang memiliki sifat dan karakteristik yang lebih maju. Berdasarkan penelitian terdahulu, sifat-sifat yang dihasilkan material nano diantaranya sensitivitas terhadap suhu cukup tinggi, luas permukaan besar serta ketahanan regangan yang tinggi (Yang & Tighe, 2013). Sehingga, hal tersebut tentu dapat membuka ilmu pengetahuan yang lebih luas bagi para peneliti.

Diantara berbagai jenis material nano yang ada, serat nano menjadi salah satu yang paling banyak menarik minat dunia riset untuk terus dikembangkan. Serat didefinisikan sebagai suatu material yang berbentuk halus (benda dengan ukuran yang sangat kecil) dan memiliki perbandingan panjang dan diameter yang sangat besar. Potensi besar yang dihasilkan oleh serat nano dapat dilihat dari sifat dan karakteristiknya seperti porositasnya yang dapat disesuaikan, luas permukaan yang besar, permeabilitas tinggi, serta resistansi yang rendah terhadap

\* Corresponding author.

E-mail address: (a)vgarar3@gmail.com; (b)reip56@gmail.com; (c)junaidi1982@gmail.com

perpindahan massa (Tang dkk., 2016). Selain itu, serat nano berpotensi besar untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang lebih luas seperti bidang industri, elektronik, kesehatan dan lain sebagainya.

Dalam beberapa tahun terakhir, serat nano TiO<sub>2</sub> menjadi fokus utama dalam berbagai penelitian karena TiO<sub>2</sub> bersifat tidak beracun sehingga sangat aman untuk diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari. TiO<sub>2</sub> telah banyak dipelajari karena sifat umumnya yang menarik dalam berbagai aplikasi seperti sensor, sel surya, katalisis serta fotokatalisis (Haider dkk., 2019). Metode yang dapat dilakukan untuk sintesis TiO<sub>2</sub> yaitu kopresipitasi (Parida & Naik, 2009), sonokimia serta hidrotermal (Camposeco dkk., 2014). Namun, diantara beberapa metode tersebut hanya ada satu metode yang paling mudah dan mampu menghasilkan TiO<sub>2</sub> dengan luas permukaan yang tinggi yaitu metode sol-gel (Nateq & Richardo, 2019). Selain karena mudah, keunggulan metode sol-gel lainnya adalah ramah lingkungan, proses sintesisnya sederhana serta biaya yang dibutuhkan relatif sedikit.

Saat ini, teknik *electrospinning* paling banyak digunakan untuk produksi serat nano karena tekniknya sederhana dan efektif dalam pembuatan serat berbahan dasar polimer. *Electrospinning* merupakan teknik yang serbaguna serta mampu menghasilkan serat nano dengan diameter mulai dari 50 hingga 500 nm (Chronakis, 2005). Meskipun *electrospinning* termasuk teknik yang sederhana, ada beberapa parameter penting yang perlu diperhatikan karena sangat mempengaruhi kualitas dari serat nano yang dihasilkan. Beberapa parameter tersebut diantaranya jarak antara pompa semprot dengan kolektor, diameter jarum, tegangan tinggi, laju aliran, kelembaban serta temperatur lingkungan (Krisnandika., 2017). Namun, parameter yang berpengaruh besar adalah konsentrasi larutan polimer. Apabila kekentalan larutan sangat rendah akan terbentuk kumpulan tetesan larutan pada serat sedangkan bila kekentalan sangat tinggi akan menghasilkan serat dengan diameter yang besar. Sehingga, diperlukan konsentrasi larutan yang sesuai untuk menghasilkan serat nano yang halus.

Berdasarkan beberapa penjelasan diatas, maka penelitian ini ditujukan untuk mengetahui pengaruh variasi polimer dan viskositas larutan terhadap pembentukan serat nano TiO<sub>2</sub> menggunakan metode *electrospinning*. Pengukuran viskositas menggunakan *Viscometer Ostwald* dengan nilai pembandingan dari metanol. Karakterisasi yang dilakukan yaitu Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi serat nano TiO<sub>2</sub>. Selanjutnya, untuk meyakinkan bahwa pada serat nano terdapat TiO<sub>2</sub> maka dilakukan analisis *X-Ray Diffraction* (XRD). Kemudian, dilakukan karakterisasi Transmission Electron Microscopy (TEM) untuk mengetahui ukuran partikel dari serat nano TiO<sub>2</sub>.

## 2. Metode Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain Titanium Tetraisopropoksida (TTIP) ( $M_w = 284,22$  g/mol, 97% Sigma-Aldrich) yang berperan sebagai prekursor, etanol ( $M_w = 46,07$  g/mol, 99,5%, Sigma-Aldrich) sebagai pelarut, asam asetat ( $M_w = 60,05$  g/mol, 100% Merck) sebagai dan polivinilpirolidon (PVP, K90, RRC). Sintesis TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan metode sol-gel. Pengukuran kekentalan larutan serat nano TiO<sub>2</sub> dengan *Viscometer Ostwald* dan pengukuran massa jenis dengan piknometer menggunakan nilai pembandingan dari metanol. Pembentukan serat nano TiO<sub>2</sub> menggunakan alat *electrospinning*, selanjutnya hasil serat nano TiO<sub>2</sub> yang dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 3 jam dikarakterisasi menggunakan TEM dan XRD. Sedangkan, serat nano yang tidak dikalsinasi langsung dikarakterisasi menggunakan SEM.

### 2.1 Preparasi Sampel

Larutan polimer disiapkan melalui pencampuran serbuk PVP dengan variasi sebanyak 1,1; 1,2; 1,3; 1,4 dan 1,5 gram ke dalam etanol 8 mL, diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu ruang. Selama proses pengadukan sampel ditutup dengan plastik wrap agar terhindar dari zat-zat lain yang tidak diperlukan. Selanjutnya, sintesis TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel disiapkan melalui pencampuran TTIP 2,5 mL, etanol 3 mL dan asam asetat 3 mL dengan pengadukan selama 5 menit pada suhu ruang. Larutan serat nano TiO<sub>2</sub> disiapkan dari larutan polimer yang dimasukkan ke dalam larutan TiO<sub>2</sub> dan diaduk selama 1 jam. Kemudian dilakukan pengukuran kekentalan larutan (viskositas) serat nano TiO<sub>2</sub> menggunakan *Viscometer Ostwald* dan piknometer dengan nilai metanol sebagai pembandingan.

Proses pengukuran viskositas dilakukan dengan memasukkan larutan serat nano TiO<sub>2</sub> ke dalam *viscometer* hingga mencapai setengah tabung bola yang besar. Lalu, pada tabung bola yang kecil disedot menggunakan bulp hingga larutan naik melebihi garis paling atas. Saat bulp dilepas, dihitung waktu larutan turun mulai dari garis pertama hingga melewati garis kedua. Untuk mengetahui massa jenis larutan maka ditimbang massa piknometer kosong dan massa piknometer + larutan serat nano. Kemudian, perhitungan viskositas sampel diperoleh dengan Persamaan 2.1.

$$\eta = \eta_o \frac{t_p}{t_o \rho_o} \quad (2.1)$$

Dengan  $\eta$  merupakan tingkat kekentalan sampel,  $\eta_o$  merupakan kekentalan metanol,  $t$  merupakan waktu aliran sampel,  $\rho$  merupakan massa jenis sampel,  $t_o$  merupakan waktu aliran metanol,  $\rho_o$  merupakan massa jenis metanol.

### 2.2 Pembuatan Serat Nano TiO<sub>2</sub>

Pembentukan serat nano TiO<sub>2</sub> menggunakan alat *electrospinning* dengan tegangan tinggi yang digunakan sebesar 20 kV dan arus listrik searah (DC). Jarak pompa semprot ke kolektor yaitu 13 cm dan laju alir larutan sebesar 1,5 mL/jam. Proses *electrospinning* disiapkan dengan melapisi kolektor dengan aluminium foil dan ditempelkan substrat berupa kaca preparat. Selanjutnya, larutan serat nano TiO<sub>2</sub> dimasukkan ke dalam pompa semprot, lalu diletakkan ke dalam rangkaian *electrospinning* dan dihubungkan dengan kabel positif dari tegangan tinggi. Saat *power supply* dinyalakan maka tetesan setengah bola pada ujung pompa semprot akan meregang dan

berbentuk seperti kerucut (*Taylor cone*), selanjutnya ditarik menuju ke kolektor. Selama proses ini berlangsung, pelarut menguap dan serat nano akan terbentuk pada substrat.

### 2.3 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini antara lain *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi serat nano TiO<sub>2</sub>, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk meyakinkan bahwa pada serat nano terdapat TiO<sub>2</sub> sekaligus untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk pada serat dan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengetahui ukuran partikel dari serat nano.

## 3. Hasil Dan Pembahasan

### 3.1 Hasil Pengukuran Viskositas

Pengukuran viskositas dilakukan untuk mengetahui tingkat kekentalan larutan dari kelima variasi sampel. Viskositas larutan dapat dipengaruhi oleh berat molekul dan jumlah polimer yang digunakan. Hasil pengukuran viskositas yang diperoleh pada penelitian ini seperti ditunjukkan pada Tabel 4.1.

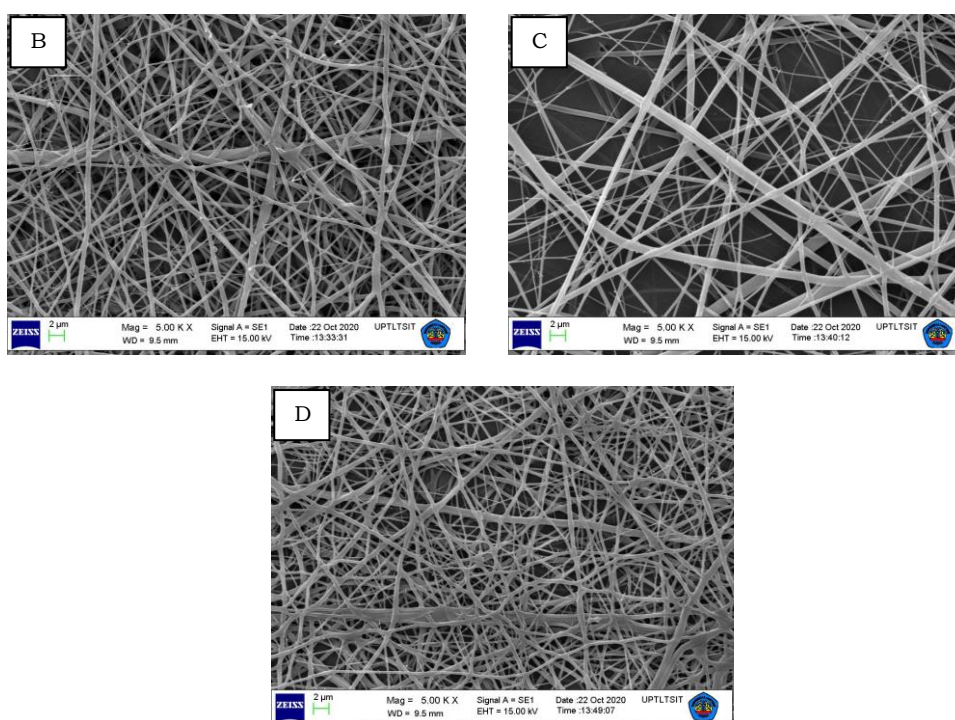
**Tabel 1.** Hasil pengukuran kekentalan larutan serat nano TiO<sub>2</sub>.

Sampel	PVP (g)	Massa metanol (g/cm <sup>3</sup> )	Massa sampel (g/cm <sup>3</sup> )	Waktu alir metanol (s)	Waktu alir sampel (s)	Kekentalan metanol (cP)	Kekentalan sampel (cP)
A	1,1	0,7918	0,9217	20,14	2954,66	0,59	100,75
B	1,2	0,7918	0,9255	20,14	4821,57	0,59	165,09
C	1,3	0,7918	0,9289	20,14	6568,69	0,59	225,71
D	1,4	0,7918	0,9372	20,14	10991,42	0,59	381,12
E	1,5	0,7918	0,9343	20,14	13808,31	0,59	477,31

Hasil pengukuran viskositas berbanding lurus dengan konsentrasi polimer yang digunakan dalam larutan. Tingkat kekentalan paling tinggi terjadi pada sampel E dikarenakan larutan polimer pada sampel E menggunakan PVP paling banyak, sehingga dihasilkan gel yang cukup kental. Jumlah polimer yang digunakan pada larutan pemintalan sangat berpengaruh terhadap kekentalan larutan.

### 3.2 Hasil Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi yang dihasilkan dari serat nano TiO<sub>2</sub>. Sampel yang dikarakterisasi yaitu sampel B, C dan D. Analisis SEM dilakukan menggunakan perangkat lunak ImageJ dengan pengambilan 50 data diameter dari sebaran serat yang diplot. Pada umumnya, ukuran diameter serat nano dipengaruhi oleh parameter *electrospinning* serta konsentrasi larutan yang digunakan. Hasil analisis SEM disajikan pada **Gambar 1**.

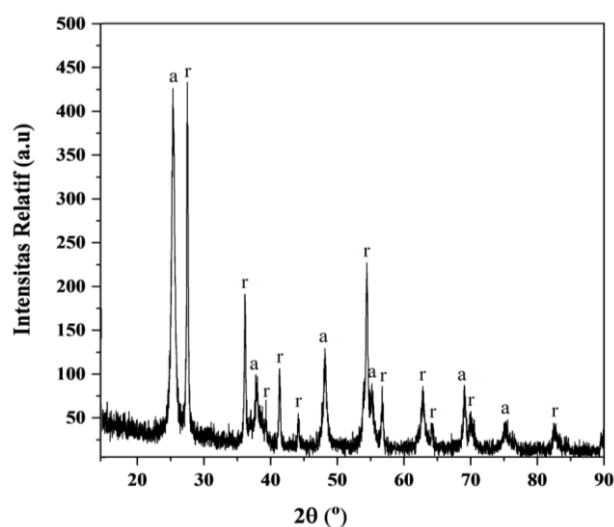


**Gambar 1.** Morfologi serat nano TiO<sub>2</sub> (b) sampel B (c) sampel C dan (d) sampel D.

Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa serat nano telah berhasil terbentuk melalui proses *electrospinning*. Berdasarkan **Gambar 1**, serat nano TiO<sub>2</sub> telah tersebar secara merata dan ukuran serat yang dihasilkan cukup seragam. Namun, pada sampel C serat diplot pada bagian yang tidak tebal. Sehingga, menyebabkan serat yang teramati tidak tersebar secara merata. Dari hasil pengukuran diameter yang teramati dari sampe B, C dan D berada pada kisaran 94 nm hingga 735  $\mu$ m. Rata-rata ukuran diameter yang diperoleh pada sampel B sebesar  $312 \pm 2,34$  nm, sampel C sebesar  $328 \pm 3,08$  nm dan sampel D sebesar  $340 \pm 2,49$  nm. Peningkatan jumlah PVP dalam larutan pemintalan menyebabkan ukuran diameter serat yang dihasilkan menjadi lebih besar.

### 3.3 Hasil Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal serat nano TiO<sub>2</sub>. Analisis kualitatif dilakukan dengan menggunakan metode pencocokan data (*search and match*) bertujuan untuk mengamati kehadiran fasa kristal. Sampel yang dianalisis dengan XRD yaitu sampel B dikarenakan dari hasil analisis SEM sampel B memiliki rata-rata diameter terkecil. Hasil analisis kualitatif disajikan dalam bentuk difraktogram seperti ditunjukkan pada **Gambar 2**.

**Gambar 2.** Difraktogram sampel B (Legenda: a = anatase, r = rutil)  $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$ .

Puncak-puncak kristal yang terbentuk dari serat nano TiO<sub>2</sub> adalah fasa anatase dan rutil. Dari kedua fasa tersebut, yang muncul lebih dominan adalah fasa rutil. Dua puncak tertinggi yang teridentifikasi yaitu fasa anatase (COD 96-900-9087) pada sudut difraksi 25,34° dan fasa rutil (COD 96-900-1682) pada sudut difraksi 27,4°. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang meyakini bahwa fasa anatase terbentuk pada sudut difraksi 25,3° (Manurung dkk., 2020) dan fasa rutil pada sudut difraksi 27,4° (Someswararao dkk., 2021).

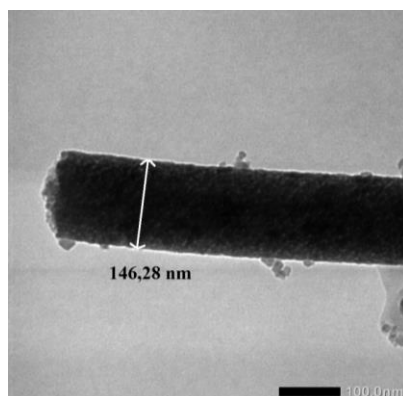
Setelah dilakukan analisis kualitatif, selanjutnya dilakukan analisis kuantitatif menggunakan metode *Rietveld* untuk mengetahui masing-masing persentase berat fasa. Hasil analisis kuantitatif menunjukkan persentase berat fasa anatase sebesar 61,46 % dan fasa rutil 38,54 %. Data yang diperoleh dari metode *Rietveld* selanjutnya digunakan untuk menentukan ukuran partikel dengan mencari nilai FWHM (*Full Width Half Maximum*) dari puncak tertinggi pada sudut  $2\theta$  (°). Hasil perhitungan partikel seperti disajikan pada **Tabel 2**.

**Tabel 2.** Hasil perhitungan ukuran partikel.

Fasa	K	$\lambda$ (nm)	FWHM (°)	FWHM (rad)	$2\theta$ (°)	D (nm)
Anatase	0,94	0,15406	0,2676	0,0046	25,34	31,78
Rutil	0,94	0,15406	0,1840	0,0032	27,48	46,42

### 3.4 Hasil Karakterisasi TEM

Karakterisasi TEM bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel dari serat nano TiO<sub>2</sub>. Sampel yang dikarakterisasi yaitu sampel B. Analisis TEM dilakukan menggunakan perangkat lunak ImageJ. Hasil karakterisasi sampel dapat diamati pada **Gambar 3**.



**Gambar 3.** Hasil analisis TEM sampel B.

Berdasarkan hasil analisis TEM diperoleh ukuran partikel dari serat nano TiO<sub>2</sub> berada pada kisaran 20 nm. Dari **Gambar 3** dapat diamati bahwa terdapat *nanograins* pada serat nano TiO<sub>2</sub>. Kemunculan *nanograins* bisa disebabkan oleh adanya peningkatan suhu pada proses kalsinasi. Berbagai ukuran *nanograins* diperoleh dengan mengubah durasi perlakuan panas. Ukuran *nanograins* sangat mempengaruhi kinerja dari serat nano yang dihasilkan. Serat nano yang terdiri dari *nanograins* yang lebih kecil menunjukkan sifat yang lebih unggul dibandingkan dengan serat nano yang lebih besar (Katoch dkk., 2015).

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisis yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi PVP dalam larutan serat nano TiO<sub>2</sub> sangat berpengaruh terhadap viskositas dan morfologi serat. Hasil analisis SEM menunjukkan ukuran diameter berada pada kisaran 94 nm hingga 735  $\mu$ m. Untuk meyakinkan bahwa pada serat nano terdapat TiO<sub>2</sub> selanjutnya dikonfirmasi oleh hasil XRD yang menunjukkan bahwa struktur kristal yang terbentuk pada serat nano yaitu fasa anatase dan rutil. Kemudian, dari hasil analisis TEM diketahui ukuran partikel berkisar 20 nm dan telah muncul nanograins pada serat nano TiO<sub>2</sub>.

#### 5. Daftar Pustaka

- Camposeco, R., Castillo, S., Centeno, I. M., Navarrete, J., & Gómez, R. (2014). Effect of The Ti/Na Molar Ratio on The Acidity and The Structure of TiO<sub>2</sub> Nanostructures: Nanotubes, Nanofibers and Nanowires. *Materials Characterization*, 90, 113-120.
- Chronakis, I. S. (2005). Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process—a review. *Journal of Materials Processing Technology*, 167(2-3), 283–293.
- Haider, A. J., Jameel, Z. N., Al-Hussaini, I. H. M. (2019). Review on: Titanium Dioxide Applications. *Energy Procedia*, 157, 17-29.
- Katoch, A., Choi, S. W., Kim, J. H., Lee, J. H., Lee, J. S., & Kim, S. S. (2015). Importance of The Nanograin Size on the H<sub>2</sub>S-Sensing Properties of ZnO–CuO Composite Nanofibers. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 214, 111-116.
- Krisnandika, V. E. (2017). *Produksi Nanofiber dan Aplikasinya dalam Pengolahan Air*. Bandung: Bandung Institute of Technology.
- Manurung, P., Situmeang, R., Sinuhaji, P., & Sembiring, S. (2020). Effect of Sulfur Doped Nanotitania for Degradation of Remazol Yellow and Phenol. *Asian Journal of Chemistry*, 32(12), 3019-3023.
- Nateq, M. H., & Riccardo, C. (2019). Sol-Gel Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanocrystalline Particles with Enhanced Surface Area Through The Reverse Micelle Approach. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2019, 1-14.
- Parida, K. M., & Naik, B. (2009). Synthesis of Mesoporous TiO<sub>2</sub> Spheres by Template Free Homogeneous Coprecipitation Method and Their Photocatalytic Activity under Visible Light Illumination. *Journal of Colloid and Interface Science*, 333, 269–276.
- Someswararao, M. V., Dubey, R. S., & Subbarao, P. S. V. (2021). Electrospun Composite Nanofibers Prepared by Varying Concentrations of TiO<sub>2</sub>/ZnO Solutions for Photocatalytic Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology*, 6, 1-7.

- Tang, Z. S., Bolong, N., Saad, I., Ramli, R., & Lim, F. T. Y. (2016). Effect of Polyvinylpyrrolidone and Fabrication Parameters on Electrospun Titanium Oxide Nanofibers Diameter. *Jurnal Teknologi*, 78(12), 19-24.
- Yang, G., Zifeng, Y., & Tiancun, X. (2012). Low-Temperature Solvothermal Synthesis of Visible-Light-Responsive S-Doped TiO<sub>2</sub> Nanocrystal. *Journal of Applied Surface Science*, 258(8), 4016-4022.