

# Pengaruh Isopropil Alkohol (IPA) pada Pembentukan Nanotitania Menggunakan Metode Hidrotermal pada Temperatur 250 °C

Maharani <sup>(a)\*</sup>, Posman Manurung<sup>(b)</sup> dan Ediman Ginting<sup>(c)</sup>

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

Email: <sup>(a)</sup>m.maharani7171@gmail.com, <sup>(b)</sup>reip65@yahoo.com, <sup>(c)</sup>edima.ginting@fmipa.unila.ac.id

Diterima (26 Februari 2021), Direvisi (3 Februari 2021)

**Abstract.** Research has been carried out on the effect of adding isopropyl alcohol (IPA) on the formation of nano titania. This study aims to determine the effect of adding IPA on the phase formation and particle size of TiO<sub>2</sub>. In this study, nano titania was synthesized by hydrothermal method at a temperature of 250°C with a variety of different IPA additions, namely 0.2 ml, 0.4 ml, 0.6 ml, and 0.8 ml. Samples were characterized using X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The XRD characterization results showed that the diffraction peaks were following the standard database and showed anatase, rutile, and brookite phases. The particle size is calculated from the FWHM value using the Scherrer equation, which is in the 10-13 nm range for the anatase phase and the rutile phase in the 18-20 nm range. The results of SEM characterization in the 04IPA sample showed that the morphology was not perfectly round and the grain size was not uniform.

**Keywords:** Nano titania, Isopropyl Alcohol (IPA), Hydrothermal

**Abstrak.** Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh penambahan isopropil alkohol (IPA) pada pembentukan nanotitania. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan IPA terhadap pembentukan fasa dan ukuran partikel TiO<sub>2</sub>. Pada penelitian ini nanotitania disintesis dengan metode hidrotermal pada temperatur 250°C dengan variasi penambahan IPA yang berbeda-beda yaitu 0,2 ml, 0,4 ml, 0,6 ml dan 0,8 ml. Sampel dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscopy (SEM). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa puncak-puncak difraksi sesuai dengan pangkalan data standar dan menunjukkan fasa anatase, rutil dan brukit. Ukuran partikel dihitung dari nilai FWHM menggunakan persamaan Scherrer yaitu pada kisaran 10-13 nm untuk fasa anatase dan fasa rutil pada kisaran 18-20 nm. Hasil karakterisasi SEM pada sampel 04IPA menunjukkan morfologi bentuk bulat tidak sempurna dan ukuran butir tidak seragam.

**Kata kunci:** Nano titania, Isopropil Alkohol (IPA), Hidrotermal

## PENDAHULUAN

Nanoteknologi merupakan salah satu bidang yang menjadi pusat perhatian para ilmuwan dunia karena teknologi ini dianggap akan menjadi teknologi masa depan yang akan menggantikan teknologi yang sudah ada. Besarnya peranan

nanoteknologi ini tercermin dengan cakupannya yang luas meliputi nanokimia, nanofisika, nanomaterial, nanoelektronik, nanobionik dan nanometrologi [1].

Secara fundamental objek dalam skala nano memiliki sifat dan fungsi baru yang sama sekali berbeda dengan sifat dan fungsinya dalam ukuran yang lebih besar.

Material nano banyak dikaji karena menunjukkan sifatnya yang unik [2]. Bahan nanokristalin yang berdimensi 1 sampai 100 nanometer telah menarik perhatian para ilmuwan diberbagai bidang karena sifat-sifat kimia, fisik, dan mekaniknya. Salah satunya yaitu bahan titanium dioksida yang sebagian besar digunakan untuk aplikasi teknik [3].

Penelitian mengenai modifikasi nanopartikel  $TiO_2$  dan aplikasinya sudah dikembangkan dengan berbagai metode, Banyak metode yang sudah dilakukan dalam pembuatan bahan nano  $TiO_2$  seperti metode sol-gel [4], metode mikroemulsion [5], metode presipitasi [6], anodizing [7], hidrolisis [8], dan metode hidrotermal [9].

Metode sintesis hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan antara lain menghasilkan partikel dengan kristanilitas tinggi, menggunakan suhu rendah untuk reaksi, kemurnian tinggi, serta distribusi ukuran partikel yang homogen [10].

Selain metode yang digunakan, proses terbentuknya nanopartikel sangat tergantung pada berbagai faktor seperti konsentrasi larutan, waktu reaksi, pH, dan teknik pengadukan [11]. Salah satu pelarut yang biasa digunakan pada sintesis nanopartikel adalah Isopropyl Alkohol (IPA). Menurut penelitian sebelumnya pengaruh pelarut pada sintesis  $TiO_2$  yaitu methanol, etanol dan 2-propanol atau isopropyl alkohol. Hasil morfologi menunjukkan bentuk yang lebih halus dan bulat dibandingkan sampel metanol dan etanol [12].

Prekursor yang biasa digunakan untuk sintesis titanium dioksida nanopartikel yaitu senyawa Ti (IV) organik atau anorganik seperti  $TiCl_4$ ,  $TiOSO_4$ , dan berbagai titanium alkoksida lainnya.  $TiOSO_4$  relatif murah dibandingkan senyawa titanium akloksida yang umumnya mahal dan  $TiCl_4$  bersifat sangat korosif dan beracun. sehingga banyak penelitian yang menggunakan  $TiOSO_4$  pada sintesis

nanopartikel titanium dioksida dengan perlakuan hidrotermal [13].

Pada artikel ini akan dibuat nanotitania menggunakan metode hidrotermal dengan variasi penambahan IPA yaitu 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 ml dengan bahan prekursor yang digunakan adalah  $TiOSO_4$ . Dimana tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh penambahan IPA terhadap pembentukan fasa dan ukuran partikel nano ZnO serta mengetahui fasa dan ukuran partikel nano ZnO yang terbentuk.

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini menggunakan bahan awal titanium oksisulfat ( $TiOSO_4$ ) (Sigma Aldrich), isopropil alkohol (IPA),  $NH_4OH$ ,  $HNO_3$ , aquades dan aquabides. Untuk mendapatkan nano titania harus melakukan beberapa tahapan di antaranya sintesis  $TiO_2$ , pengeringan, uji karakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

Proses sintesis  $TiO_2$  dilakukan melarutkan  $TiOSO_4$  sebanyak 5 gram dengan aquabides sebanyak 50 ml. Kemudian larutan  $TiOSO_4$  *distir* sampai larutan menjadi transparan atau jernih selama  $\pm 1$  jam. Selanjutnya membuat larutan  $NH_4OH$  10% kemudian ditambahkan ke dalam larutan  $TiOSO_4$  dalam kondisi *distir* sampai terbentuk gel saat pH mencapai 8. Gel yang terbentuk tersebut disaring dan dibilas dengan aquades. Selanjutnya ditambahkan aquades 50 ml dan di *stir* selama 30 menit. Kemudian, 5 ml  $HNO_3$  dan isopropil alkohol (IPA) dengan variasi seperti pada **Tabel 1**. Selanjutnya sampel dimasukkan ke *autoclave* dan dipanaskan menggunakan oven pada suhu 250°C selama 18 jam.

Setelah proses hidrotermal selesai, *autoclave* didinginkan di suhu ruang. Sampel selanjutnya dibilas dan disaring lalu dikeringkan dan gerus selama  $\pm 30$  menit lalu dioven selama 12 jam dan selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD dan SEM.

**Tabel 1.** Variasi volume IPA

Nama sampel	TiOSO <sub>4</sub> (gr)	IPA (mL)
IPA02	5	0,2
IPA04	5	0,4
IPA06	5	0,6
IPA08	5	0,8

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Analisis Kualitatif XRD

Analisis kualitatif sampel menggunakan perangkat lunak *HighScore Plus* versi 3.0.5 melalui *search match analysis* (metode pencocokan data). Hasil *output* HSP digunakan sebagai *input* untuk membuat grafik dengan perangkat lunak *MatLab* versi R2015a. Difraktogram hasil pencocokan ini ditunjukkan pada **Gambar 1** dengan panjang gelombang sinar-x yang digunakan 1,54059 Å.

Pola XRD yang mengindikasikan adanya fasa anatase pada puncak tertinggi difraktogram  $2\theta$  yaitu  $25,27^\circ$  dengan pangkalan data ICOD 01-086-1156. Sedangkan fasa rutil pada puncak tertinggi difraktogram  $2\theta$  yaitu  $27,51^\circ$  dengan pangkalan data ICOD 00-004-0551. Fasa brukit pada puncak tertinggi difraktogram  $2\theta$  yaitu  $30,90^\circ$  dengan pangkalan data ICOD 01-075-1582.

Struktur kristal yang terbentuk adalah tetragonal dan puncak yang terbentuk menunjukkan fasa anatase dan rutil, sedangkan untuk fasa brukit struktur kristalnya adalah ortorombik.

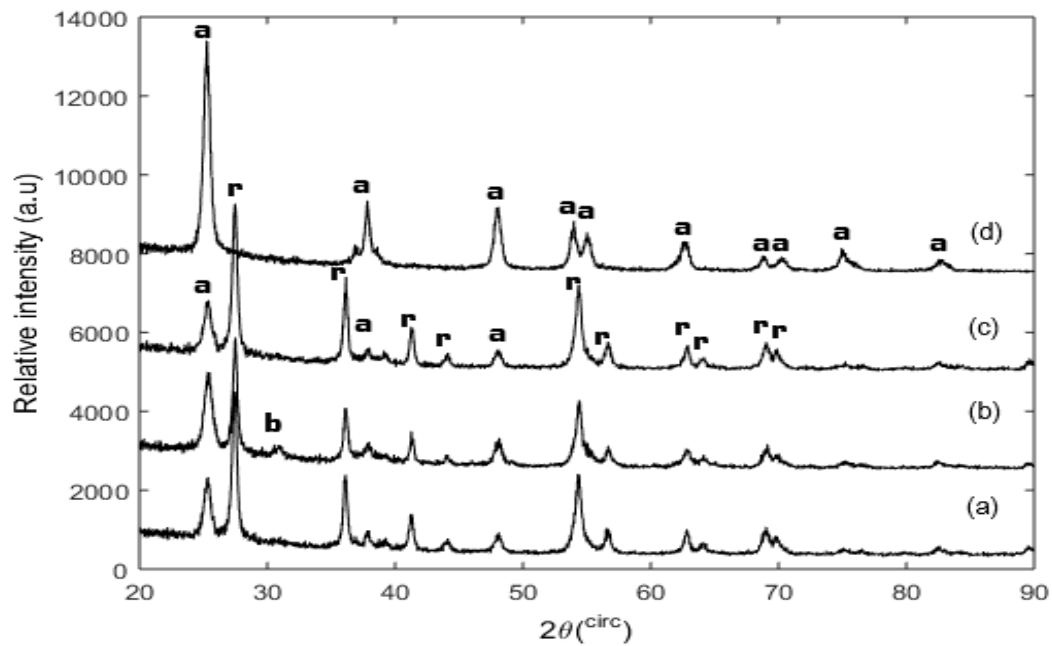
Puncak difraksi pada fase anatase dan rutil lebih kecil jika dibandingkan dengan puncak difraksi yang diperoleh pada

penelitian sebelumnya yaitu untuk fasa anatase pada  $2\theta = 25,34^\circ$  [14]. Untuk fasa rutil diperoleh pada penelitian sebelumnya yaitu  $2\theta = 27,58^\circ$  dan fasa brukit diperoleh lebih besar dari penelitian sebelumnya yaitu  $2\theta = 30,80^\circ$  [15].

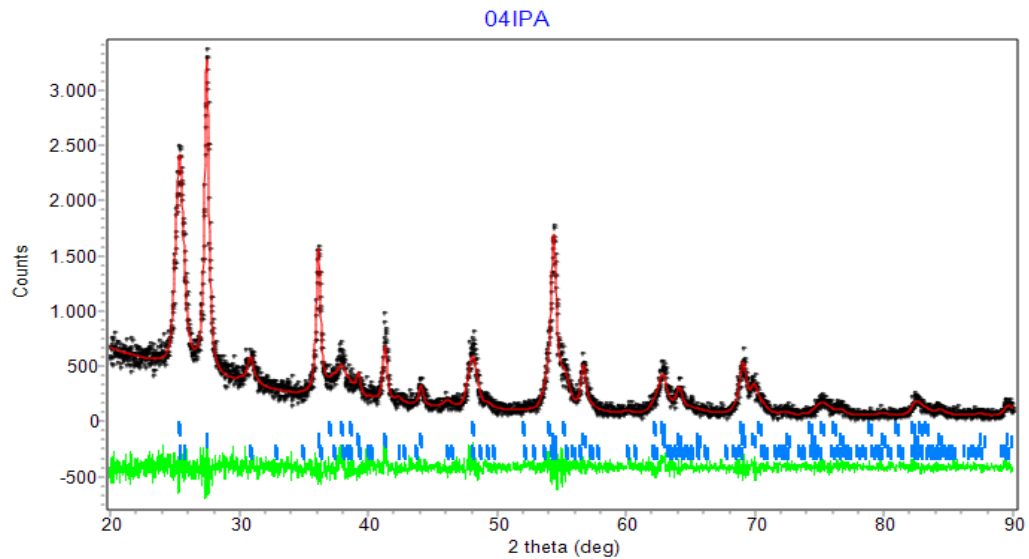
### Hasil Analisis Kuantitatif XRD

Data hasil analisis XRD dinalisis secara kuantitatif menggunakan metode Rietveld menggunakan perangkat lunak Rietica. Adapun data kristal yang digunakan sebagai *input* pada proses penghalusan difraktogram XRD adalah metode Rietveld. Metode Rietveld merupakan metode penghalusan (*refinement*) struktur kristal memanfaatkan langsung pola intensitas yang diperoleh dari pengukuran difraksi bubuk bahan [16]. Data XRD tersebut dianalisis secara kuantitatif dengan meminimalkan selisih antara data pengamatan dan hasil perhitungan.

Hasil penghalusan disajikan dalam **Gambar 2**. Dari gambar tersebut terlihat bahwa berdasarkan pola garis selisih antara data pengamatan dan hasil perhitungan memiliki pola hampir sama, yang artinya selisih antara hasil perhitungan dan data pengamatan relatif kecil. Hasil *output* penghalusan ini berupa parameter-parameter struktur yang dihaluskan menggunakan metode pencocokkan pola keseluruhan yaitu nilai GoF dan R. Hasil penghalusan yang dilakukan pada data difraksi sinar-x tersebut dapat diterima jika kesesuaian nilai-nilai parameter *Figures-of-Merit (FoM)* telah tercapai, yaitu nilai *R-profile (Rp)*, *R-weighted profile (Rwp)*, *R-expected (Rexp)* kurang dari 20% dan nilai *GoF* kurang dari 4% [17].



**Gambar 1.** Difaktogram XRD sampel nanotitania (a) 02IPA, (b) 04IPA, (c) 06IPA, dan (d) 08IPA. Legenda: a = anatase, b = brokit, dan r = rutil.



**Gambar 2.** Hasil *refinement* data XRD (a) 02IPA (b) 04IPA (c) 06IPA (d) 08IPA

**Tabel 2.** Parameter kesesuaian *refinement* data XRD TiO<sub>2</sub>

Sampel	$R_{wp}$	$R_p$	$R_{exp}$	$GoF$
02IPA	15,74	11,12	5,56	0,80
04IPA	15,49	11,17	5,60	0,76
06IPA	15,66	11,08	5,56	0,79
08IPA	16,20	11,53	5,54	0,85

**Tabel 3.** Presentase fasa TiO<sub>2</sub> dalam persen berat (% wt)

Sampel	Anatase (% wt)	Rutil (% wt)	Brukit (% wt)
02IPA	27,48 ± 0,95	72,52 ± 1,50	
04IPA	33,68 ± 2,08	62,45 ± 4,41	3,79 ± 0,36
06IPA	29,63 ± 0,99	70,37 ± 1,38	
08IPA	100		

Berdasarkan data pada **Tabel 2** penghalusan pada seluruh sampel menunjukkan nilai nilai GoF kurang dari 4. Sedangkan  $R_p$ ,  $R_{exp}$ , dan  $R_{wp}$  kurang dari 20%. Sehingga nilai output memenuhi standar metode Rietveld.

Hasil output Rietica juga diperoleh fraksi berat relatif dari fasa  $TiO_2$  yang ditunjukkan pada **Tabel 3**.

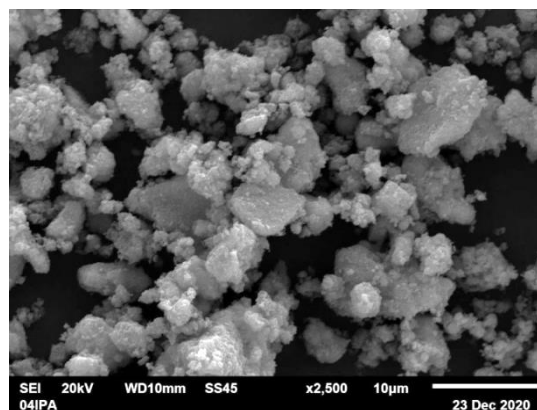
Hasil analisis XRD juga dapat menentukan ukuran dengan nilai *Full-Width at Half Maximum* (FWHM). FWHM merupakan parameter yang digunakan untuk menghitung lebar puncak. dari sebuah kurva dengan cara menentukan Ukuran kristal dihitung dengan menggunakan Persamaan Debye Scherrer seperti pada **Persamaan 1**.

$$L = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

Dengan L adalah ukuran partikel (nm), k adalah konstanta (0,94),  $\beta$  adalah *full width at half maximum* (FWHM),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X (nm) dan  $\theta$  adalah sudut hamburan pada puncak difraksi terjadi ( $^\circ$ ). Hasil perhitungan ukuran partikel untuk fasa anatase pada kisaran 10-13 nm dan fasa rutil pada kisaran 18-20 nm.

### Hasil Analisis SEM

Karakterisasi SEM dilakukan pada sampel 04IPA. Hasil analisis morfologi dan distribusi ukuran butir  $TiO_2$  disajikan pada **Gambar 3**. Morfologi partikel  $TiO_2$  menunjukkan bentuk bulat (*spherical*) tidak sempurna. Hasil SEM menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikelnya tidak seragam dan terdapat beberapa partikel yang menggumpal besar dengan banyak fragmen-fragmen kecil. Hasil ini serupa dengan bentuk morfologi partikel  $TiO_2$  yang dilakukan oleh penelitian-penelitian sebelumnya [18], [19].



**Gambar 3.** Morfologi hasil uji SEM

Analisis ukuran butir menggunakan perangkat lunak ImageJ dengan skala bar  $10 \mu m$  dan diambil sebanyak 10 partikel dengan ukuran yang berbeda. Ukuran rata-rata ukuran butirnya adalah  $3,228 \mu m$ .

### KESIMPULAN

Pengaruh penambahan IPA terhadap pembentukan fasa berdasarkan hasil *refinement* XRD yaitu menunjukkan fasa anatase, rutil dan brukit dengan struktur kristal tetragonal dan ortorombik. Fasa brukit hanya muncul pada sampel 04IPA. Pada sampel 08IPA muncul fase anatase murni. Dari hasil tersebut persentase berat kandungan fasa anatase semakin tinggi dengan seiring penambahan IPA, akan tetapi di sisi lain menurunkan persentase fasa rutil. Hasil analisis ukuran partikel untuk fasa anatase pada kisaran 10-13 nm dan fasa rutil pada kisaran 18-20 nm. Penambahan IPA tidak begitu berpengaruh terhadap besar ukuran partikel karena ukuran partikel relatif sama. Hasil analisis SEM menunjukkan morfologi bentuk bulat tidak sempurna dan ukuran butir tidak seragam dan diperoleh ukuran butir pada kisaran  $1,721-6,967 \mu m$ .

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Fisika Material Universitas Lampung, PT. Glans Indonesia Bandung, dan Balai Tenaga Nuklir (BATAN) Serpong yang telah membantu penyelesaian penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] R. K. Goyal and R. K. Goyal, "Introduction to Nanomaterials and Nanotechnology," *Nanomater. Nanocomposites*, pp. 1–10, 2018.
- [2] B. Y. Xia *et al.*, "One-Dimensional Nanostructures: Synthesis, Characterization, and Applications \*\*," no. 5, pp. 353–389, 2003.
- [3] J. H. Lee and Y. S. Yang, "Effect of HCl concentration and reaction time on the change in the crystalline state of TiO<sub>2</sub> prepared from aqueous TiCl<sub>4</sub> solution by precipitation," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 25, no. 16, pp. 3573–3578, 2005.
- [4] E. Cerro-Prada, S. García-Salgado, M. Á. Quijano, and F. Varela, "Controlled synthesis and microstructural properties of Sol-Gel TiO<sub>2</sub> nanoparticles for photocatalytic cement composites," *Nanomaterials*, vol. 9, no. 1, 2019.
- [5] C. S. Hsieh, H. Zhu, T. Y. Wei, Z. J. Chung, W. D. Yang, and Y. H. Ling, "Applying the experimental statistical method to deal the preparatory conditions of nanometric-sized TiO<sub>2</sub> powders from a two-emulsion process," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 28, no. 6, pp. 1177–1183, 2008.
- [6] K. M. Parida and B. Naik, "Synthesis of mesoporous TiO<sub>2</sub> - xN<sub>x</sub> spheres by template free homogeneous co-precipitation method and their photocatalytic activity under visible light illumination," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 333, no. 1, pp. 269–276, 2009.
- [7] N. V. Root, D. Y. Kultin, L. M. Kustov, I. K. Kudryavtsev, and O. K. Lebedeva, "Effect of the conditions of anodizing on the morphology of nanotitania," *Russ. J. Phys. Chem. A*, vol. 91, no. 2, pp. 213–216, 2017.
- [8] Y. Chen, A. Lin, and F. Gan, "Preparation of nano-TiO<sub>2</sub> from TiCl<sub>4</sub> by dialysis hydrolysis," *Powder Technol.*, vol. 167, no. 3, pp. 109–116, 2006.
- [9] N. Rozman *et al.*, "Hydrothermal synthesis of rare-earth modified titania: Influence on phase composition, optical properties, and photocatalytic activity," *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 5, 2019.
- [10] J. H. Lee, C. W. Won, T. S. Kim, and H. S. Kim, "Characteristics of BaTiO<sub>3</sub> powders synthesized by hydrothermal process," *J. Mater. Sci.*, vol. 35, no. 17, pp. 4271–4274, 2000.
- [11] A. Hosseinnia, M. Keyanpour-Rad, M. Kazemzad, and M. Pazouki, "A novel approach for preparation of highly crystalline anatase TiO<sub>2</sub> nanopowder from the agglomerates," *Powder Technol.*, vol. 190, no. 3, pp. 390–392, 2009.
- [12] A. Setyani and E. A. P. Wibowo, "Fabrikasi Nanotubes Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Menggunakan Metode Hidrotermal," *J. Kim. Val.*,

- vol. 3, no. 1, pp. 20–26, 2017.
- [13] A. Di Paola, M. Bellardita, L. Palmisano, R. Amadelli, and L. Samiolo, “Preparation and photoactivity of nanocrystalline TiO<sub>2</sub> powders obtained by thermohydrolysis of TiOSO<sub>4</sub>,” *Catal. Letters*, vol. 143, no. 8, pp. 844–852, 2013.
- [14] Manurung, P., Situmeang, R., Sinuhaji, P., and Sembiring, S. 2020. Effect of sulfur doped nanotitania for degradation of remazol yellow and phenol.” *Asian J. Chem.*, vol. 26, no. 18, pp. 6097–6100, 2014.
- [15] S. M. Abdel-Azim, A. K. Aboul-Gheit, S. M. Ahmed, D. S. El-Desouki, and M. S. A. Abdel-Mottaleb, “Preparation and application of mesoporous nanotitania photocatalysts using different templates and ph media,” *Int. J. Photoenergy*, vol. 2014, 2014.
- [16] H. M. Rietveld, “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures,” *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 2, no. 2, pp. 65–71, 1969.
- [17] P. Marrone, *Chambers, RT*, vol. 15, no. 1. 2013.
- [18] Elsayed Talat Helmy; Ahmed El Nemr; Mahmoud Mousa; Esam Arafa; Shady Eldafrawy, “Photocatalytic degradation of organic dyes pollutants in the industrial textile wastewater by using synthesized TiO<sub>2</sub>, C-doped TiO<sub>2</sub>, S-doped TiO<sub>2</sub> and C,S co-doped TiO<sub>2</sub> nanoparticles,” *J. Water Environ. Nanotechnol.*, vol. 3, no. 2, pp. 116–127, 2018.
- [19] Nasikhudin, M. Diantoro, A. Kusumaatmaja, and K. Triyana, “Study on Photocatalytic Properties of TiO<sub>2</sub> Nanoparticle in various pH condition,” *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1011, no. 1, 2018.

Maharani: Pengaruh Isopropil Alkohol (IPA) pada Pembentukan Nanotitania Menggunakan Metode Hidrotermal pada Temperatur 250 °C