

## SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub>/Ti NANOTUBE MENGUNAKAN METODE ANODISASI

Eva Frasnawati<sup>1\*</sup>, Anthoni B. Aritonang<sup>1</sup>, Intan Syahbanu<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Fakultas MIPA Universitas Tanjungpura,

Jl. Prof. Dr. H. Hadari Namawi, Pontianak

<sup>\*</sup>)email: evafrasnawati08@gmailcom

### ABSTRAK

Semikonduktor TiO<sub>2</sub> telah disintesis dengan metode anodisasi menggunakan foil Ti sebagai prekursor dan sekaligus sebagai matriks dengan menggunakan tegangan potensial sebesar 40 volt dan diikuti proses kalsinasi dengan suhu 450°C selama 3 jam. Berdasarkan hasil karakterisasi FT-IR menunjukkan adanya serapan bilangan gelombang 457,149 cm<sup>-1</sup> dan 796,64 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi dari Ti-O. Analisis permukaan dengan metode SEM memperlihatkan TiO<sub>2</sub>/Ti yang didapatkan memiliki morfologi nanotube dengan diameter berkisar 10-45 nm. Pengukuran difraktogram dengan metode XRD menunjukkan TiO<sub>2</sub>/Ti nanotube memiliki fasa anatase dengan nilai band gap sebesar 3,26 eV.

**Kata kunci** : anodisasi, nanotube, TiO<sub>2</sub>

### PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan salah satu semikonduktor yang sudah banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang seperti fotokatalisis (Wibowo, *et al.*, 2013), sebagai solar sel (Tan, *et al.*, 2006), dan digunakan sebagai produksi hidrogen dan listrik (Tania, 2012). Hal ini dikarenakan TiO<sub>2</sub> memiliki keunggulan seperti tahan terhadap temperatur tinggi, memiliki sifat yang inert secara kimia maupun biologi, tidak bersifat toksik, dan jumlahnya melimpah (Misriyani, *et al.*, 2017). Material TiO<sub>2</sub> memiliki tiga bentuk struktur kristal yaitu anatase, rutil, dan brookite (Ratnawati dan Slamet, 2012). Tipe kristal yang umum digunakan adalah anatase karena struktur anatase memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dan memiliki sifat yang lebih stabil (Harper, *et al.*, 2001).

Material TiO<sub>2</sub> berukuran nano seperti *nanotube* banyak diminati oleh para peneliti dibandingkan nanopartikel. Hal ini dikarenakan morfologi *nanotube* memiliki luas permukaan yang spesifik tinggi, penyerapan foton serta transport elektron yang lebih baik, dan banyak aplikasinya. Berbagai metode sintesis untuk menghasilkan TiO<sub>2</sub> *nanotube* sudah banyak dilakukan seperti metode sol gel dan metode hidrotermal, (Prakasam, *et al.*, 2007), namun metode tersebut memiliki kelemahan seperti membutuhkan biaya yang cukup besar dan memerlukan waktu yang lama (Li dan Shang, 2009).

Metode alternatif untuk menghasilkan TiO<sub>2</sub> *nanotube* yaitu menggunakan metode anodisasi. Metode anodisasi pada logam titanium (Ti) adalah salah satu metode sederhana yang digunakan untuk menghasilkan film TiO<sub>2</sub>, yaitu dengan cara oksidasi anodik menggunakan logam Ti sebagai prekursor dan matriks. Keunggulan dari metode anodisasi yaitu tidak membutuhkan waktu sintesis yang lama dan menghasilkan morfologi berbentuk *Titania Nanotube arrays*. Prinsip proses anodisasi adalah logam Ti diubah menjadi polimer TiO<sub>2</sub> di atas permukaan logam Ti dalam media elektrolit yang terdiri dari larutan *ethylene glycol* yang mengandung larutan NH<sub>4</sub>F dan air (Aritonang, *et al.*, 2018) dengan bantuan tegangan listrik dalam sistem elektrokimia. Hasil sintesis TiO<sub>2</sub> dilakukan analisis menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FT-IR), dan *Diffused Reflectance UV-Vis* (DR UV-Vis).

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah amplas, gunting, gelas beker, batang pengaduk, labu ukur, spatula, pinset, cawan porselen, reaktor fotokatalisis, lampu UV (*hinomaru 13 Watt*), pipet tetes, kuvet, sonikator, neraca analitik, furnace, spektrofotometer UV-Vis, *Scanning Electron Microscopy* (JSM-5310 LV), *X-Ray Diffraction* (XRD-Shimadzu 7000), *Diffused Reflectance UV-Vis* (DRS-Shimadzu UV-2450), dan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR Shimadzu IR Prastige-21).

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah aseton p.a ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) (Merck), akuabides ( $\text{H}_2\text{O}$ ), amonium fluorida ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) (Merck), etanol teknis ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) (Merck), *ethylene glycol* teknis (Merck), foil stainless steel (504), foil Titanium (Ti) (*Beijing steel*, ketebalan 0,2  $\mu\text{m}$ ).

### Prosedur Kerja

#### Preparasi foil titanium

Foil Ti dipotong dengan luas persegi 4,5 cm x 1,5 cm, selanjutnya diampelas menggunakan kertas abrasif kasar dan dilanjutkan menggunakan kertas abrasif halus hingga permukaan bersih dan mengkilap. Foil Ti yang sudah diampelas dicuci menggunakan air dan deterjen, selanjutnya foil Ti disonikasi berturut-turut menggunakan aseton, etanol, dan akuabides masing-masing sebanyak 10 mL selama 10 menit. Setelah proses pencucian dilakukan proses pengeringan pada suhu ruang.

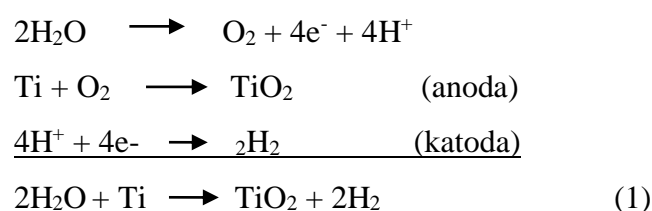
#### Sintesis $\text{TiO}_2$ metode anodisasi

Foil Ti yang telah dipreparasi kemudian dilakukan proses anodisasi dengan menempatkan foil Ti sebagai anoda dan stainless steel sebagai katoda dengan jarak kedua elektroda 1,5 cm. Kedua elektroda dimasukkan kedalam gelas beker berukuran 50 mL yang telah berisi 40 mL larutan media elektrolit yang terdiri dari 0,3 gram  $\text{NH}_4\text{F}$ , 2 mL akuabides, dan 38 mL *ethylene glycol* dengan bias potensial sebesar 40 V dengan menggunakan DC *power supply*. Proses anodisasi dilakukan selama 60 menit sambil dilakukan proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Foil  $\text{Ti(OH)}_n$  yang dihasilkan dari sintesis dibilas dengan menggunakan akuabides dan dikeringkan pada suhu ruang, selanjutnya foil  $\text{Ti(OH)}_n$  dilakukan proses kalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam. Hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan FT-IR, SEM, XRD, dan DR-UV.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

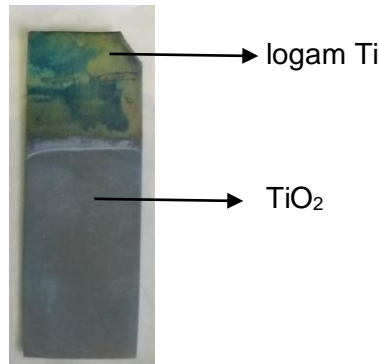
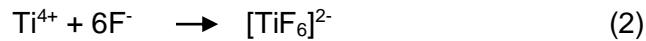
#### Sintesis $\text{TiO}_2$ metode anodisasi

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan metode anodisasi menggunakan larutan *ethylene glycol* yang mengandung  $\text{NH}_4\text{F}$  dan air (Aritonang, *et al.*, 2018). Pada saat proses anodisasi foil Ti bereaksi dengan anion oksigen  $\text{O}^{2-}$  yang terlarut dalam larutan elektrolit membentuk lapisan tipis pada permukaan Ti. Oksigen yang terdapat dalam air berperan sebagai pembawa elektron yang berdifusi menuju sel anoda, sedangkan pada sel katoda elektron bereaksi dengan ion  $\text{H}^+$  membentuk  $\text{H}_2$  (gas). Interaksi permukaan  $\text{Ti}^{4+}$  dengan anion  $\text{O}^{2-}$  dalam larutan elektrolit membentuk lapisan oksida pada permukaan Ti. Reaksi yang terjadi dituliskan sebagai berikut (Bai, *et al.*, 2008).



Anion  $\text{F}^-$  yang terdapat pada permukaan anoda akan memicu terjadinya proses pelarutan (*dissolution*) lapisan oksida  $\text{TiO}_2$  membentuk pori. Reaksi pelarutan  $\text{TiO}_2$  dapat dituliskan pada persamaan 2. Munculnya pori pada permukaan lapisan  $\text{TiO}_2$  merupakan langkah awal

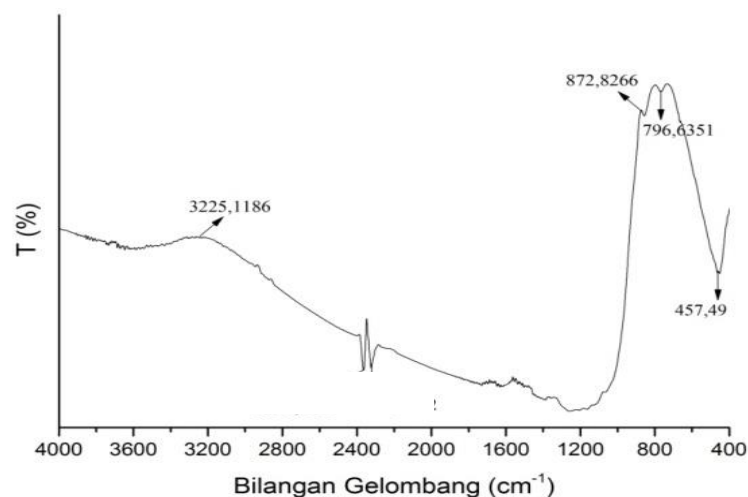
terbentuknya *nanotube* (Bai, *et al.*, 2008). Hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  yang telah dikalsinasi dapat dilihat pada Gambar 1, dimana  $\text{TiO}_2$  yang tumbuh di permukaan logam Ti berwarna keabu-abuan yang disebut sebagai permukaan aktif dengan luas sebesar 2,5 cm x 1,5 cm sedangkan logam Ti berwarna biru.



Gambar 1. Hasil sintesis  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$

### Penentuan gugus fungsi pada $\text{TiO}_2$

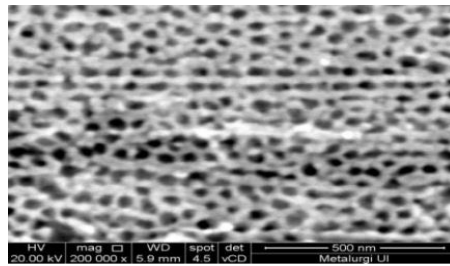
Hasil pengukuran FT-IR pada sampel  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$  hasil anodisasi dapat dilihat pada Gambar 2 yang menunjukkan terdapat gugus O-H (*stretching*) pada bilangan gelombang 3225,1186  $\text{cm}^{-1}$  dan O-H (*bending*) pada bilangan gelombang 872,8266  $\text{cm}^{-1}$ . Gugus OH yang muncul menunjukkan adanya OH yang terikat pada atom Ti (Ti-OH) (Zhou, *et al.*, 2012), sedangkan pada bilangan gelombang 796,6351  $\text{cm}^{-1}$  dan 457,149  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari Ti-O, adanya vibrasi Ti-O yang diperoleh pada penelitian ini membuktikan bahwa  $\text{TiO}_2$  telah berhasil terbentuk pada permukaan Ti.



Gambar 2. Hasil Spektra Pengukuran FT-IR Pada  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$

### Analisis morfologi permukaan $\text{TiO}_2$

Hasil pengukuran SEM dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM dengan perbesaran 200.000 kali terlihat bahwa pada permukaan  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$  terdapat pori. Lubang pori yang terbentuk mengindikasikan bahwa telah terbentuknya struktur *tube*. Ukuran diameter *tube* dapat dianalisis dengan menggunakan *software image-J*, sehingga diperoleh ukuran diameter berkisar 10 nm- 45 nm. Berdasarkan hasil sintesis  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$  pada penelitian ini dengan menggunakan metode anodisasi menghasilkan struktur berupa *nanotube*.



Gambar 3. Karakterisasi SEM pada permukaan TiO<sub>2</sub>/Ti

**Penentuan karakteristik struktur kristal TiO<sub>2</sub>**

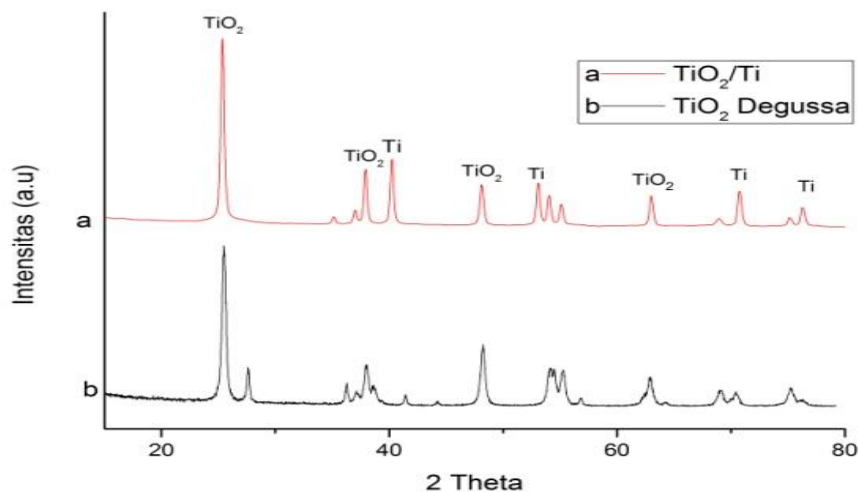
Karakterisasi XRD dilakukan pada sampel TiO<sub>2</sub>/Ti. Hasil karakterisasi dari difraksi sinar-X (XRD) dapat dilihat pada Gambar 4. Berdasarkan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa dengan menggunakan pemanasan pada suhu 450°C selama 3 jam dihasilkan struktur kristal TiO<sub>2</sub> memiliki fasa anatase yang dapat dilihat dari difraktogram yang muncul pada 2θ yaitu 25,3°; 37,8°; 48,0°; dan 68,8°. Selain puncak TiO<sub>2</sub> terdapat puncak Ti yang muncul pada 2θ yaitu 35,1°; 40,2°; 53,0°; 74,1°; dan 76,221°, adanya puncak Ti yang muncul pada 2θ menandakan bahwa tidak semua Ti terbentuk menjadi TiO<sub>2</sub>. Puncak-puncak yang muncul pada 2θ memiliki kemiripan terhadap puncak TiO<sub>2</sub> Degussa sebagai standar sehingga TiO<sub>2</sub> hasil sintesis memiliki fasa anatase. Puncak-puncak yang terbentuk pada TiO<sub>2</sub>/Ti hasil sintesis telah sesuai dengan database ICDD card number 01-075-2546.

Ukuran kristal TiO<sub>2</sub> dapat dihitung menggunakan persamaan Debye Scherrer yang ditulis pada persamaan sebagai berikut (Abdullah dan Khairurrijal, 2010).

$$D = \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \tag{3}$$

dengan D adalah ukuran diameter kristalin, λ adalah panjang gelombang sinar- X yang digunakan, θ<sub>B</sub> adalah Sudut Bragg dan B adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*).

Ukuran kristal yang dihasilkan dari setiap difraktogram TiO<sub>2</sub> pada 2θ memiliki ukuran rata-rata sebesar 23,78 nm.



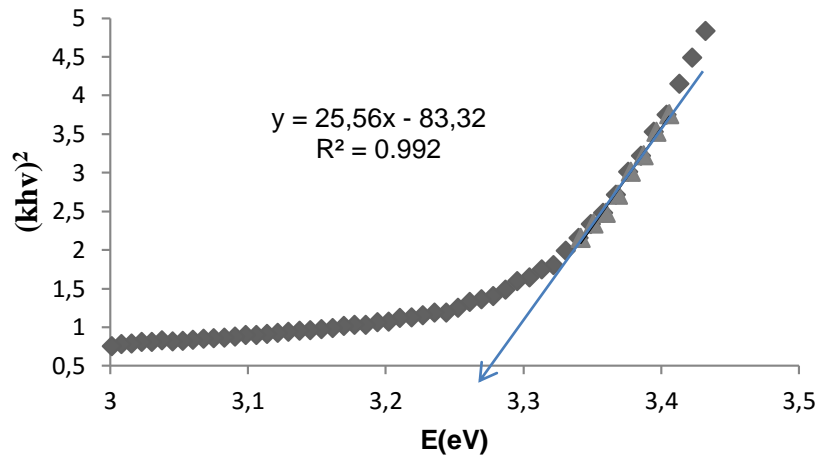
Gambar 4. Hasil Spektra Pengukuran XRD Pada TiO<sub>2</sub>/Ti

**Penentuan nilai energi celah pita**

Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> dapat ditentukan dengan menggunakan alat DR-UV Vis dengan menggunakan persamaan plot Tauc yang ditulis pada persamaan sebagai berikut (Ting dan Chen, 2009).

$$(kh\nu)^{1/n} = A (h\nu - E_g) \tag{4}$$

Nilai  $h$  adalah konstanta Plank,  $\nu$  adalah frekuensi fibrasi,  $\alpha$  adalah koefisien adsorpsi,  $E_g$  adalah energi celah pita, dan  $A$  adalah konstanta proposional, sehingga dibuat kurva hubungan antara  $[k \cdot h\nu]^2$  sebagai sumbu y dan  $E$  (eV) sebagai sumbu x, kemudian ditarik garis lurus dengan memotong sumbu x seperti pada Gambar 5, sehingga didapatkan persamaan linear sebesar  $y = 25,56x - 83,32$ . Ketika  $y = 0$  maka nilai  $x$  tersebut dapat menyatakan nilai dari energi *band gap*. Nilai *band gap* yang dihasilkan sebesar 3,26 eV. Hasil nilai *band gap* yang diperoleh termasuk dalam golongan  $\text{TiO}_2$  fasa anatase.



Gambar 5. Kurva hubungan antara  $(kh\nu)^2$  vs  $E$  (eV)

## SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa  $\text{TiO}_2/\text{Ti}$  hasil sintesis dengan menggunakan metode anodisasi memiliki struktur anatase dengan morfologi *nanotube*.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada program beasiswa Bidikmisi yang telah membiayai pendidikan dan penelitian serta dosen pembimbing yang telah membantu dalam penyelesaian penelitian dan penulisan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. dan Khairurrijal., 2010, Karakterisasi Nanomaterial, CV Rezek Putera, Bandung.
- Aritonang, A. B., Yuni, K., Krisnandi dan Gunlazuardi, J., 2018, Modification of  $\text{TiO}_2$  Nanotube Arrays with N Doping and Ag Decorating for Enhanced Visible Light Photoelectrocatalytic Degradation of Methylene Blue, *International Journal on Advance Science Engineering Information Technology*, ISSN 2088-5334.
- Bai, J., Zhou, B., Li, L., Liu, Y., Zheng, Q., Shao, J., Zhu, X., Cai, W., Liao, J dan Zou, L., 2008, The Formation Mechanism of Titania Nanotube Arrays in Hydrofluoric Acid Electrolyte, *J Mater Sci* 43:1880-1884.
- Harper, J.C., Christensen, P.A., Egerton, T.A., Curtis, P dan Gunlazuardi, J., 2001, Effect of Catalyst Type On The Kinetics of The Photoelectrochemical Disinfection Of Water Inoculated With E. Coli, *J Applied Electrochemistry*, 31, 6:623-628.
- Hassan, F. M. B., Nanjo, H., Venkata, S., Kanakubo, M. dan Ebina, T., 2010, Functionalization of Electrochemically Prepared Titania Nanotubes with Pt for Application as Catalyst for Fuel cells, *Journal power sources*, 195:5889-5895.
- Li Q dan Shang, K.J., 2009, Self Organized Nitrogen and Fluorine Co-Doped Titanium Oxide Nanotube Arrays with Enhanced Visible Light Photocatalytic Performance Environ. Sci Technol, 48:8923-8929.
- Misryani, Abdull, W. W., Paulina, T dan Jamuzi, G., 2017, Effect of Anodizing Time and Anodizing  $\text{TiO}_2$  Nanotube for Corrosion Prevention Application. *Indones. J. Chem*, 17, 2:219-227.

- Ou, H.H., Lo, S.L., 2007, Review of Titania Nanotubes Synthesized via the Hydrothermal Treatment: Fabrication, Modification, and Application, *Technol*, 58:179-191.
- Prakasam, H.E., Shanker, K., Paulose, M., Varghese, O.K dan Gimes, C.A., 2007, A New Benchmark for TiO<sub>2</sub> Array Growth by Anodization, *J, Phys Chem, C*, 111:7235-7241.
- Ratnawati dan Slamet., 2012, Potensi Titania Nanotube Array dan Aplikasinya Dalam Produksi Hidrogen dan Pengolahan Limbah, *J. Kimia Kemasan*, 34, 2:248-261.
- Tania, D., 2012, Pengembangan C-TiO<sub>2</sub> Nanotube Arrays Untuk Produksi Hidrogen dan Listrik Dari Larutan Gliserol, Universitas Indonesia, Depok, (Skripsi).
- Tan., Bing and Wu, Y., 2006, Dye Sensitized Solar Cell Based on Anatase TiO<sub>2</sub> Nanopartikel/Nanowire Composites. American Chemical Society, *Journal Phys. Chem, B* 110, 15932-15938.
- Ting C dan Chen, S., 2000. Structural Evolution and Optical Properties of TiO<sub>2</sub> thin Films Prepared by thermal Oxidation of Sputtered Ti, *Journal of Applied Physics*, 88:4628-4633.
- Wibowo, D., Nurdin. M.D dan Mauliyah., 2013, Fabrikasi Elektroda TiO<sub>2</sub>/Ti Nanotube Dengan Metode Anodizing Terdoping Nitrogen dan Logam Ag Uji Kinerja Degradasi Senyawa Organik Rhodamin B. *Jurnal Prog Kimia* 3, 1: 41-55.
- Zhou, Xian-Tai, Hong-Bing, J dan Xing, J. H., 2012, Photocatalytic Degradation of Methyl Orange Over Metalloporphyrin Supported on TiO<sub>2</sub> Degussa P25, *Molecules*, 17:1149-1158.