



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN
POLIETILEN GLIKOL SEBAGAI *TEMPLATE***

SKRIPSI

Oleh

**DANY CAHYO HERMAWAN
NIM 101810301024**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2016**



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN
POLIETILEN GLIKOL SEBAGAI *TEMPLATE***

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh:

**Dany Cahyo Hermawan
NIM 101810301024**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2016**

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada :

1. Ayahanda Edy Sudartawan, Ibunda Tin Hariyana dan Adik Mery Dwi Ayu Wandari yang tercinta, terimakasih atas doa, motivasi, kasih sayang yang luar biasa serta pengorbanan selama ini
2. Bapak/ibu guru TK Bhayangkari Prajekan, SDN Kidul 02 Prajekan, SMP Negeri 1 Prajekan dan SMA Negeri Tapen serta bapak/ibu dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu, mendidik dan membimbing dengan penuh kesabaran
3. Rekan kerja penelitian Cinde Puspita Wulandari yang selalu memberikan semangat untuk terselesaikannya penelitian dengan baik;
4. Teman-teman kimia angkatan 2010 “RUMPIS” tanpa terkecuali atas semangat, kebersamaan, dan kerjasamanya sehingga studi penulis terselesaikan dengan baik;
5. Yuda Anggi, Wawan Bandriyanto, Minin, Maya, Lena, Melia, Rani, Anita, Yoris, Dani Dwi Budiarti, dan Zainur. terima kasih atas doa, dorongan, semangat dan perhatian yang diberikan selama ini;
6. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

MOTTO

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari suatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain).

Dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap”

(terjemahan Surat Asy-Syarah Ayat 6-8)^{*)}

“Maka ingatlah kepada-Ku, Aku pun akan ingat kepadamu. Bersyukurlah kepada-Ku dan janganlah kamu ingkar kepada-Ku”

(QS. Al Baqarah: 152)^{**)}

^{*)} Departemen Agama Proyek Pengabdian Kitab Suci Al-Qur'an. 1975. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Jakarta: PT. Bumi Restu.

^{**)} Anonim. 2016. *Al-Quran dan Terjemahnya*. Penerjemah Yayasan Penerjemah Al-Quran. Bandung: Diponegoro.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Dany Cahyo Hermawan

NIM : 101810301024

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 dengan Menggunakan Polietilen Glikol sebagai *Template* “ adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 12 September 2016

Yang menyatakan,



Dany Cahyo Hermawan

NIM 101810301024

SKRIPSI

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ DENGAN MENGGUNAKAN
POLIETILEN GLIKOL SEBAGAI *TEMPLATE***

Oleh:

Dany Cahyo Hermawan

NIM 101810301024

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tanti Haryati, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Dr. Edy Supriyanto, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 dengan Menggunakan Polietilen Glikol sebagai *Template*” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : **SELASA 01 NOV 2016**

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Tim Penguji;

Ketua (DPU),



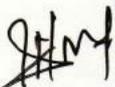
Tanti Haryati, S.Si., M.Si.
NIP. 198010292005012002

Sekretaris (DPA),



Dr. Edy Supriyanto, S.Si., M.Si.
NIP. 196712151998021001

Penguji I,



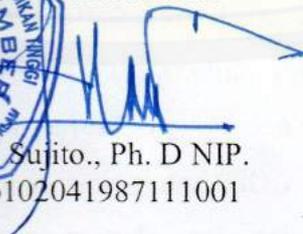
Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP. 197211122000032001

Penguji II,



Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP. 197409012000032004

Mengesahkan
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



Drs. Sujito., Ph. D NIP.
196102041987111001

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ dengan Menggunakan Polietilen Glikol sebagai *Template*; Dany Cahyo Hermawan, 1018103010246; 2016: 42 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Titanium Dioksida (TiO₂) adalah material fotoanoda yang sering digunakan dalam DSSC. Hal ini dikarenakan TiO₂ merupakan salah satu bahan semikonduktor dengan energi bandgap yang tidak terlalu besar yaitu 3.0 eV untuk struktur *rutile* dan 3,2 eV untuk struktur *anatase*. Material TiO₂ dengan luas permukaan yang tinggi sangat dibutuhkan sebagai material fotoanoda dalam aplikasi sel surya. Struktur dengan luas permukaan tinggi ini, dapat membantu dalam proses penyerapan dye. Beberapa hal yang dapat mempengaruhi ukuran material, diantaranya ialah pelarut dan *Template*. *Template* merupakan kumpulan dari polimer atau surfaktan yang berperan sebagai nanoreaktor yang akan mengontrol ukuran dari produk. Hal ini karena *template* mencegah partikel untuk mengalami aglomerasi lebih lanjut. Semakin besar ukuran *template*, akan menghasilkan produk dengan ukuran yang lebih besar. Pelarut yang digunakan juga akan menentukan hasil akhir dari sintesis. Semakin polar pelarut, proses hidrolisis akan lebih mudah terjadi. Selain itu, pelarut yang polar juga akan lebih menstabilkan gugus inti. Semakin banyak inti yang stabil maka reaksi kondensasi akan tersebar ke seluruh inti menyebabkan semakin kecil ukuran produk yang terbentuk. Sehingga, dilakukan penelitian menggunakan variasi *template* dan pelarut untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur dan morfologi dari TiO₂.

Sintesis dilakukan dengan metode sol gel menggunakan titanium isopropoksida (TTIP), alkohol (metanol, etanol, 2-propanol), polietilen glikol (400,

600) sebagai prekursor, pelarut dan *templating agent*. Struktur dan ukuran kristal dianalisis menggunakan XRD dan morfologi permukaan TiO₂ diamati menggunakan SEM. Serta analisa FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari polietilen glikol yang tersusun dari eter dan alkohol sebelum maupun sesudah proses *annealing*.

Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR diperoleh informasi bahwa untuk sampel sebelum proses *annealing* terdapat polietilen glikol. Setelah proses *annealing* serapan pada bilangan gelombang khusus untuk polietilen glikol tidak ada. Peristiwa tersebut terjadi karena bahwa polietilen glikol telah menghilang. Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa TiO₂ yang disintesis memiliki struktur kristal anatase. Ukuran kristal yang diperoleh untuk variasi pelarut menunjukkan bahwa, pelarut metanol menghasilkan ukuran paling kecil yaitu sebesar 119,33 nm untuk PEG 400 dan 137,50 nm untuk PEG 600. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat bahwa morfologi pada TiO₂ berbentuk bulat dan seragam. Ukuran partikel TiO₂ yang diperoleh dengan menggunakan variasi pelarut juga menunjukkan bahwa pelarut metanol menghasilkan ukuran partikel lebih kecil yaitu sebesar 221 nm. Variasi *template* yg dilakukan pada penelitian ini menunjukkan bahwa *template* dengan ukuran lebih kecil akan dihasilkan ukuran yang lebih kecil yaitu sebesar 293 nm untuk PEG 400 dan 410 nm untuk PEG 600.

PRAKATA

Puji syukur Alhamdulillah ke hadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ dengan Menggunakan Polietilen Glikol sebagai *Template*”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph. D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Tanti Haryati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Dr. Edy Supriyanto, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, dan perhatiannya dalam penulisan skripsi ini;
4. Novita Andarini, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji I dan Dwi Indarti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktu guna menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Drs. Siswoyo, M.Sc., Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dalam menyelesaikan studi di Jurusan Kimia;
6. I Nyoman Adi Winata, S.Si., M.Si. selaku Ketua Laboratorium Kimia Dasar yang telah memberikan ijin tempat penelitian;

7. Bapak/ibu dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember umumnya dan bapak/ibu dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan;
8. Teknisi-teknisi Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
9. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 12 September 2016

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN	v
PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Semikonduktor TiO₂	5
2.2 Metode Sintesis	7
2.2.1 Metode Sol-Gel.....	7
2.2.2 Metode Deposisi Spin Coating	10
2.3 Karakterisasi	11

2.3.1 X-ray Diffraction (XRD).....	11
2.3.2 Scanning Elektron Microscopy (SEM)	15
2.3.3 Fourier Transform Infrared (FTIR)	16
BAB 3. METODE PENELITIAN	18
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	18
3.2 Alat dan Bahan	18
3.2.1 Alat	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Diagram Alir Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian	20
3.4.1 Pembuatan larutan HCl pH 1	20
3.4.2 Sintesis TiO ₂	20
3.4.2.1 Sintesis TiO ₂ untuk analisa XRD dan FTIR	20
3.4.2.2 Pelapisan Kaca Preparat dengan Sol Ti(OH) ₄ untuk analisa XRD dan FTIR.....	21
3.4.2.3 Sintesis TiO ₂ untuk analisa SEM	21
3.4.2.4 Pelapisan Kaca Preparat dengan Sol Ti(OH) ₄ untuk analisa SEM	22
3.5 Prosedur karakterisasi	22
3.5.1 Difraksi Sinar-X	22
3.5.2 Scanning elektron Microscopy (SEM)	23
3.5.3 Fourier Transform Infrared (FTIR)	23
BAB 4. HASIL dan PEMBAHASAN	24
4.1 Pengaruh variasi pelarut dan ukuran <i>template</i> terhadap struktur TiO₂.....	31
4.2 Pengaruh variasi pelarut dan ukuran <i>template</i> terhadap morfologi TiO₂.....	35
BAB 5. PENUTUP	38
5.1 Kesimpulan	38

5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	43



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Celah Pita Energi Semikonduktor	5
2.2 Struktur Kristal TiO ₂	6
2.3 Metode <i>spin-coating</i>	11
2.4 Difraksi sinar X pada kisi kristal	13
2.5 Puncak difraksi sinar-X yang menunjukkan ukuran kristalin	14
2.6 Prinsip kerja SEM	15
2.7 Mekanisme kerja alat FTIR	17
4.1 Reaksi dalam proses Sol-Gel	24
4.2 Reaksi Ti(OH) ₄ dengan polietilen glikol	24
4.3 Pembentukan struktur menggunakan <i>template</i>	25
4.4 Spektra FTIR sampel TiO ₂	26
4.5 Spektra FTIR standard PEG	27
4.6 Spektra FTIR standard TiO ₂ anatase	27
4.7 Film lapis tipis TiO ₂	28
4.8 Difraktogram lapis tipis TiO ₂ etanol + peg 600 dengan standard TiO ₂ Anatase	28
4.9 Morfologi TiO ₂ pelarut etanol dan PEG 400	30
4.10 Difraktogram variasi pelarut dengan PEG 600	31
4.11 Difraktogram variasi pelarut dengan PEG 400	32
4.12 Difraktogram etanol + peg 400 dengan etanol + peg 600	34
4.13 Hasil SEM menggunakan variasi pelarut; (a) metanol; (b) etanol; (c) 2-propanol	35
4.14 Morfologi TiO ₂ dengan pelarut etanol + variasi PEG; (a) PEG 400; (b) PEG 600	36

DAFTAR TABEL

	Halaman
4.1 Data 2θ , intensitas puncak dan ukuran kristal TiO_2	29
4.2 Data Difraktogram dan ukuran TiO_2 variasi pelarut dengan PEG 400	33
4.3 Data Difraktogram dan ukuran TiO_2 variasi pelarut dengan PEG 600	33

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran A. Perhitungan ukuran kristal TiO ₂ hasil analisa XRD	43
A. 1. Pelarut metanol & PEG 400	43
A.1.1 Menghitung <i>FWHM</i>	43
A.1.2 Menghitung ukuran kristal	44
A.1.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	44
A. 2. Pelarut Etanol & PEG 400	45
A.2.1 Menghitung <i>FWHM</i>	45
A.2.2 Menghitung ukuran kristal	45
A.2.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	46
A. 3. Pelarut 2-propanol & PEG 400	46
A.3.1 Menghitung <i>FWHM</i>	46
A.3.2 Menghitung ukuran kristal	47
A.3.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	48
A. 4. Pelarut metanol & PEG 600.....	48
A.4.1 Menghitung <i>FWHM</i>	48
A.4.2 Menghitung ukuran kristal	49
A.4.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	50
A. 5. Pelarut etanol & PEG 600.....	50
A.5.1 Menghitung <i>FWHM</i>	50
A.5.2 Menghitung ukuran kristal	51

A.5.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	52
A. 6. Pelarut 2-propanol & PEG 600.....	52
A.6.1 Menghitung <i>FWHM</i>	52
A.6.2 Menghitung ukuran kristal	53
A.6.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	54
Lampiran B. Perhitungan ukuran partikel dari hasil analisis menggunakan SEM	55
B.1. Pelarut etanol dan PEG 400	55
B.2. Pelarut etanol dan PEG 600	56
B.3. Pelarut metanol dan PEG 600	58

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Titanium oksida (TiO_2) adalah material fotoanoda yang sering digunakan dalam DSSC (Phani *et al*, 2001). Hal ini dikarenakan semikonduktor TiO_2 memiliki kestabilan kimia yang tinggi dan biaya murah (Castellote *et al*, 2011). Energi *band gap* yang dimiliki TiO_2 sangat besar, yaitu 3,2 eV untuk fase anatase dan 3,0 eV untuk fase rutil (Arora *et al*, 2010).

Kinerja DSSC sangat dipengaruhi oleh morfologi dari TiO_2 yang digunakan sebagai material fotoanoda. Material TiO_2 dengan luas permukaan yang tinggi sangat dibutuhkan untuk aplikasi sel surya (Septina, 2007). Luas permukaan yang tinggi merupakan salah satu karakteristik dari material nanopartikel (Abdullah, 2008). Struktur dengan luas permukaan tinggi dari material juga dapat membantu dalam proses penyerapan dye. Semakin tinggi luas permukaan, penyerapan dye juga akan semakin banyak. Beberapa hal yang dapat mempengaruhi ukuran material, salah satunya ialah *template* (cetakan). *Template* merupakan kumpulan dari polimer atau surfaktan yang berperan sebagai nanoreaktor yang akan mengontrol ukuran dari produk (Chaharmaali, 2012). Hal ini karena *template* akan mencegah partikel untuk mengalami proses aglomerasi lebih lanjut (Fernandez, 2011).

Sintesis TiO_2 menggunakan *template* telah dilakukan oleh Sasti (2011), dengan metode hidrotermal. Pada penelitian tersebut etanol digunakan sebagai pelarut dan polietilen glikol 1000 dipakai sebagai *template*. Hasil karakterisasi yang diperoleh merupakan TiO_2 anatase dengan ukuran 50-90 nm. Purwiandono *et al*, (2015) telah melakukan sintesis TiO_2 dengan metode hidrotermal. Pada penelitian tersebut digunakan *soluble starch* (pati) sebagai *template*. Sintesis juga telah

dilakukan oleh Kim dan Kwak (2007) menggunakan metode hidrotermal dengan triblock kopolimer, poli(etilen glikol)-*block*-poli(propilen glikol)-*block*-poli(etilen glikol) ($\text{EO}_{20}\text{PO}_{70}\text{EO}_{20}$, $M=5800$) sebagai *template* dan dihasilkan TiO_2 anatase dengan rata-rata ukuran kristal sebesar 7 nm. Ridwan *et al* (2015), juga telah melakukan sintesis $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dengan menggunakan sol-gel sebagai metode sintesis. Variasi pelarut yang digunakan pada penelitian tersebut adalah metanol, 1-propanol, dan 2-propanol dihasilkan ukuran partikel sebesar 25,64 nm untuk 1-propanol dan 27,15 nm untuk 2-propanol.

Penelitian ini dilakukan sintesis lapis tipis TiO_2 dengan menggunakan polietilen glikol sebagai *template* memakai metode sol-gel. Sol-gel merupakan salah satu metode sintesis dalam larutan pada suhu rendah, dalam prosesnya terjadi perubahan dari suspensi koloid (sol) menjadi gel. Metode tersebut dipilih karena: sederhana secara kimia, memiliki kemurnian yang tinggi, tingkat homogen yang lebih baik dan suhu yang relatif rendah. Pembuatan menggunakan *template* ini diharapkan akan mendapatkan TiO_2 dengan struktur yang lebih seragam. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini ialah variasi penggunaan pelarut dan variasi berat molekul *template* (PEG).

Pelarut yang digunakan dalam proses sintesis ini akan mempengaruhi hasil akhir material. Semakin polar pelarut yang dipakai, maka reaksi hidrolisis lebih mudah terjadi sehingga pembentukan inti semakin banyak (Ridwan *et al*, 2015). Selain itu pelarut yang polar akan lebih menstabilkan gugus titanol. Semakin banyak inti yang stabil maka reaksi kondensasi akan tersebar ke seluruh inti sehingga ukuran kristal yang terbentuk semakin kecil (Schubert *et al*, 2005). Berat molekul *template* akan mempengaruhi terhadap ukuran partikel dari hasil sintesis. Semakin besar berat molekul akan semakin besar juga ukuran partikel (Chaharmahali, 2012). Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur kristal, kristalinitas dari sampel TiO_2 & SEM (*Scanning Electrons Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dari sampel TiO_2 serta FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengetahui

keberadaan gugus fungsi polietilen glikol dari sampel sebelum dan sesudah proses *annealing* pada TiO₂.

1.2 Rumusan masalah

Berdasarkan latar belakang yang diuraikan di atas, maka perumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh pelarut dan ukuran *template* terhadap struktur TiO₂?
2. Bagaimana pengaruh pelarut dan ukuran *template* terhadap morfologi TiO₂?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh pelarut dan ukuran *template* terhadap struktur TiO₂;
2. Mengetahui pengaruh pelarut dan ukuran *template* terhadap morfologi TiO₂.

1.4 Batasan masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini yaitu:

- 1) Metode sintesis yang digunakan yaitu metode sol-gel;
- 2) Sintesis TiO₂ ini hanya menggunakan prekursor titanium isopropoksida (TTIP);
- 3) Karakterisasi XRD dan FTIR ini digunakan untuk sampel TiO₂ yang disintesis menggunakan TTIP sebesar 0,91 mL dengan perbandingan mol TTIP:PEG = 20:1 sedangkan karakterisasi SEM digunakan untuk sampel TiO₂ yang disintesis menggunakan TTIP sebesar 1,60 mL dengan perbandingan mol TTIP:PEG = 8:1.

1.5 Manfaat

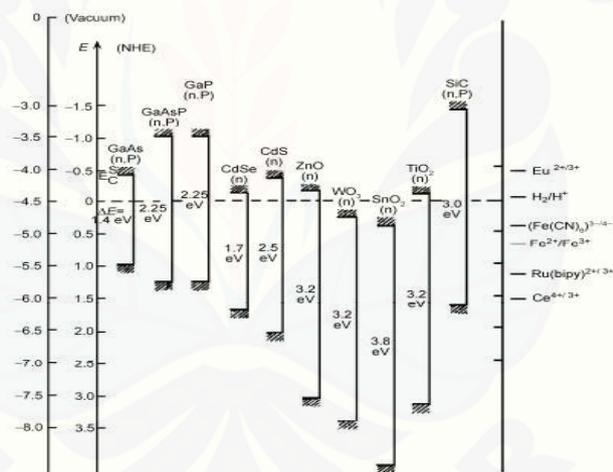
Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan TiO_2 dengan bentuk yang seragam dan memiliki ukuran partikel kecil yaitu kurang dari 100 nm.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor TiO₂

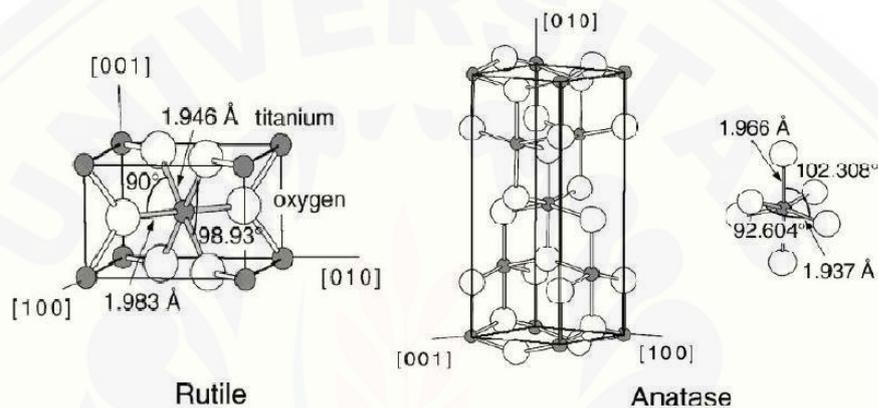
Semikonduktor merupakan bahan dengan besarnya energi gap yang terletak diantara energi gap konduktor dan energi gap isolator yaitu antara 0,5eV – 5eV. *Photohole* dan fotoelektron akan dihasilkan oleh semikonduktor pada penyerapan cahaya dengan tingkat energi lebih besar atau sama dengan besarnya energi celahnya sehingga dapat dimanfaatkan untuk menjalankan reaksi redoks. Celah pita energi dari beberapa bahan semikonduktor dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Celah Pita Energi Semikonduktor (Linsebigler *et al*, 1995)

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan salah satu bahan semikonduktor dengan energi bandgap yang tidak terlalu besar yaitu 3.0 eV untuk struktur *rutile* dan 3,2 eV untuk struktur *anatase* (Aurora *et al*, 2010). Titanium dioksida (TiO₂) juga disebut dengan titanium (IV) oksida merupakan salah satu kompleks oksida

logam yang ada di alam. Berdasarkan struktur kristalnya TiO_2 dibagi menjadi *rutile*, *anatase*, *brookite*. Ketiga struktur kristal tersebut memiliki keunggulan sifat antara satu dengan lainnya. Struktur *anatase* merupakan struktur kristal dengan tingkat kestabilan paling besar jika digunakan dalam ukuran nanopartikel. Namun, untuk kristal dengan struktur *rutile* lebih cenderung memiliki kestabilan tinggi jika dilihat secara termodinamikanya (Arora *et al*, 2010). Gambar 2.2 menunjukkan struktur kristal dari TiO_2 .



Gambar 2.2 Struktur Kristal TiO_2 (Diebold, 2003)

Rantai oktahedron TiO_6 merupakan penggambaran tetragonal TiO_2 . Enam ion O^{2-} mengelilingi masing-masing ion Ti^{4+} sehingga menyebabkan perbedaan distorsi antara pola susunan rantai oktahedral. Akibatnya pada anatase strukturnya relatif tidak simetri yang disebabkan distorsi ortorombiknya cukup besar. Sedangkan untuk distorsi “ortorombik” yang kecil terjadi pada struktur *rutile*. Ukuran panjang Ti-O *rutile* lebih besar daripada *anatase* yaitu 1,949Å dan 1,980Å dengan 1,934Å dan 1,980Å. Sedangkan perbandingan ukuran panjang ikatan Ti-Ti *rutile* dengan *anatase* sebesar 3,57Å dan 3,96Å dengan 3,79Å dan 3,04Å. Distorsi yang terjadi pada TiO_2 ini akan berakibat pada perbedaan tingkat pengabsorbsian cahaya. *Rutile* memiliki luasan aktif yang lebih kecil dibanding *anatase*. Oleh karena itu *anatase* lebih baik dalam penyerapan cahaya (Hastuti, 2011).

TiO₂ telah banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari. Penggunaan TiO₂ dalam kehidupan sehari-hari antara lain sebagai sel surya, fotokatalis dan sensor gas (Septina, 2007). Aplikasi yang paling banyak adalah digunakan sebagai bahan semikonduktor (Aurora *et al*, 2010).

2.2 Metode Sintesis

Pembuatan partikel dengan ukuran lebih kecil dari 100 nm serta mengubah fungsi atau sifatnya sekaligus disebut sintesis nanopartikel. Sintesis dapat terjadi secara kimia maupun fisika baik dalam fasa padat, gas maupun cair. Secara kimia dapat dihasilkan material dengan ukuran nanometer dari beberapa prekursor atau material awal. Sebaliknya secara fisika yaitu dengan material-material kecil yang berukuran pikometer bergabung menjadi material berukuran nanometer atau pemecahan material besar menjadi nanometer (Abdullah, 2008).

Logam dengan ukuran nanopartikel dapat dibuat menggunakan metode kimia dengan penambahan penggunaan polimer atau surfaktan. Penambahan dari polimer atau surfaktan tersebut menyebabkan permukaan nanopartikel logam terbentuk susunan yang teratur (*self-assembly*). Kecepatan agregasi dan reduksi nanopartikel tersebut dapat dikontrol oleh adanya bahan organik tersebut. Proses sintesis ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya temperatur, pengadukan, serta konsentrasi reaktan (Hakim, 2008).

2.2.1 Metode Sol – Gel

Sol-gel merupakan proses terbentuknya gel dari fasa koloid (sol). Proses ini merupakan reaksi kimia pembentukan senyawa anorganik pada suhu rendah di dalam larutan (Fernandez, 2001). Sol merupakan larutan koloid yang akan berinteraksi dengan prekursor membentuk jaringan terintegrasi yang disebut dengan gel. Logam paling banyak digunakan sebagai prekursor ialah logam yang

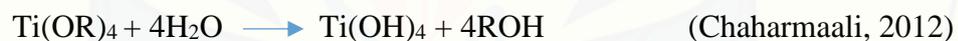
dapat mengalami kondisi beragam dari reaksi kondensasi dan hidrolisis biasanya berupa logam alkoksida $M(OR)_z$ atau halida $M(Cl)$. Logam dapat berikatan pada nukleofil dengan kecenderungan yang tinggi. Hal ini dikarenakan OR merupakan gugus elektronegatif sehingga M dapat berupa logam Ti, Si, Al, Zn, Si dan seterusnya. (Chaharmahali, 2012).

Reaksi sol-gel untuk pembuatan TiO_2 menggunakan prekursor titanium alkoksida memiliki dua tahap utama dari hidrolisis dan kondensasi. Sintesis nanopartikel dengan menggunakan metode sol gel meliputi empat tahapan. Tahapan-tahapan tersebut meliputi hidrolisis, kondensasi, *aging*, kalsinasi.

a. Hidrolisis

Hidrolisis merupakan proses pelarutan senyawa dengan menambahkan air dalam suasana asam, basa maupun netral sehingga menghasilkan sol koloid. Alkohol terlebih dahulu digunakan untuk melarutkan logam prekursor (alkoksida) sebelum ditambahkan air.

Reaksi yang terjadi dalam proses hidrolisis dituliskan sebagai berikut:



b. Kondensasi

Reaksi kondensasi menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M akibat dari terlibatnya ligan hidroksil. Transisi sol menuju gel terjadi pada tahap ini. Secara umum reaksinya dituliskan sebagai berikut:



(Chaharmaali, 2012)

c. *Aging* (pematangan)

Gel yang telah terbentuk dari proses sebelumnya akan dimatangkan pada proses ini. Pematangan ini bertujuan untuk membentuk sebuah jaringan dalam gel sehingga akan membuat strukturnya lebih kuat, kaku dan menyusut dalam larutan.

d. Kalsinasi (pengeringan)

Proses pemanasan dengan suhu (300-800)°C yang bertujuan untuk menghilangkan larutan atau cairan dengan cara diuapkan sehingga diperoleh luas permukaan yang tinggi pada struktur sol gel (Fernandez, 2011).

Struktur dan sifat dari lapis tipis TiO₂ dipengaruhi oleh beberapa parameter. Parameter tersebut sangatlah penting karena dapat mengatur ukuran dan laju pertumbuhan dari partikel yang akan disintesis sehingga perlu dilakukan kontrol. Parameter-parameter tersebut ialah:

a) Kandungan air

Rasio molar TiO₂ merupakan dasar dari pengaturan kandungan air sehingga kinetika reaksi hidrolisis dan morfologi TiO₂ yang dihasilkan dapat kita kontrol. Rasio (r) titanium kurang atau sama dengan 10 ($r \leq 10$) dan air akan membuat partikel terdispersi dengan ukuran 0,2 μm – 1 μm . Pengendapan partikel dan pembentukan aglomerasi yang sangat kecil (< 20 nm) dari hancurnya aglomerasi besar yang terbentuk disebabkan oleh sangat cepatnya pembentukan dan pertumbuhan partikel sebagai hasil dari peningkatan lebih lanjut (Chaharmahali, 2012).

b) Temperatur

Pengaruh dari suhu tidak begitu penting pada TiO₂. Hal ini dilakukan karena kalsinasi dan perlakuan panas ini hanya digunakan untuk membentuk produk dengan kristal tertentu. Sebab hidrolisis merupakan reaksi eksotermis dan selalu mengarah pada peningkatan suhu sol. Berbeda halnya pada silikat, pengaruh suhu dapat digunakan untuk memfasilitasi difusinya akibat laju hidrolisisnya yang lambat. Sehingga mengarah pada pembentukan partikel yang lebih besar dengan komposisi oksida yang lebih tinggi (Chaharmahali, 2012).

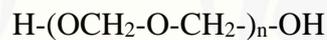
c. Template

Pendekatan dalam teknik sol gel yang banyak dilakukan dalam pengontrolan bentuk nanostruktur film organik ialah melalui penambahan zat organik ke dalam larutan prekursor. PEG merupakan zat organik yang paling banyak digunakan untuk

membentuk jaringan berpori pada film TiO₂. Mekanisme pembentukan pori didasarkan pada migrasi TiO₂ partikel menuju rantai organik yang bertindak sebagai cetakan. Migrasi ini disebabkan ikatan hidrogen yang membentuk sebuah komposit inorganik-polimer (Chaharmahali, 2012).

Polietilen glikol merupakan suatu polimer dengan etilen glikol sebagai monomer penyusunnya. PEG banyak digunakan baik dalam lingkungan maupun campuran suatu bahan. Hal ini disebabkan oleh sifatnya yang fleksibel, larut dalam air dan dapat digunakan pada tingkat osmosis yang tinggi, serta toksisitas yang rendah (Sinly, 2008).

Rumus molekul polietilen glikol dapat dituliskan sebagai berikut:



Berat molekul PEG diantaranya sebesar 200-20000. Bobot molekulnya dapat menentukan penamaannya. PEG 1500 menunjukkan bahwa berat molekul PEG sebesar 1500 Kda dengan wujud semi padat. PEG 200-600 berwujud cair, PEG 3000-20000 lebih berbentuk padatan kristalin (Leuner dan dressman, 2000).

Kondisi lingkungan dapat mempengaruhi suatu polimer. Setiap polimer dapat melakukan respon ketika terjadi perubahan kondisi. PEG merespon perubahan tersebut dengan cara mengembang, melarut, mengkerut, mengendap, membentuk misel atau transisi sol dan gel. Respon tersebut bergantung pada bentuk ikatannya (Sinly, 2008).

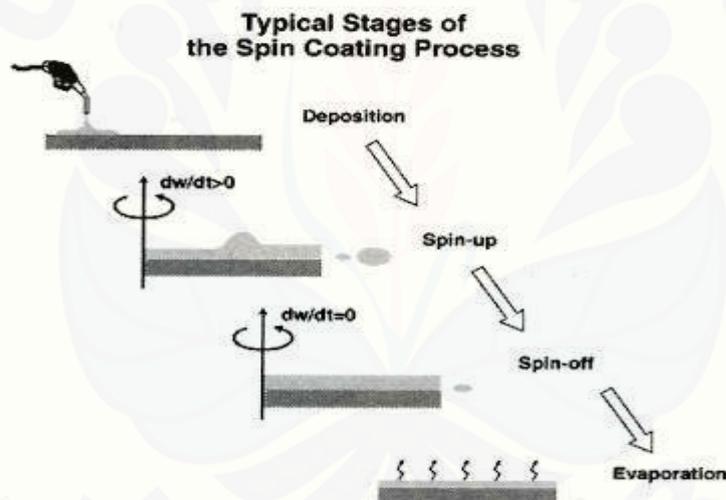
PEG atau zat organik tersebut dapat dihilangkan dari komposit dengan kalsinasi pada suhu tinggi atau pencucian menggunakan air panas. Sehingga didapatkan jaringan berpori dari TiO₂ pada akhir proses (Chaharmahali, 2012).

2.2.2 Metode Deposisi *Spin Coating*

Spin coating merupakan teknik yang sering dipakai dalam pelapisan film tipis di dalam industri semikonduktor. Gaya sentripetal yang dihasilkan alat

dimanfaatkan untuk meratakan permukaan dari sol lapis tipis yang dibuat. Tahapan dalam *spin coating* secara umum ada empat yaitu deposisi, pemutaran, penstabilan dan evaporasi (Niranjan, 2009).

Tahap pertama ialah deposisi prekursor terhadap substrat. Kemudian dilanjutkan tahap kedua yaitu pemutaran. Kecepatan dan lama pemutaran sangat berpengaruh pada ketebalan lapis tipis yang dihasilkan. Oleh karena itu substrat diputar dengan kecepatan yang konstan sampai waktu yang ditentukan. Tahapan selanjutnya ialah penstabilan dengan cara pengurangan kecepatan pemutaran hingga alat tidak berputar lagi. Tahapan terakhir ialah evaporasi yang berguna untuk menguapkan pelarut yang ada pada lapis tipis dengan suhu tertentu (Niranjan, 2009). Tahapan-tahapan tersebut dapat digambarkan pada gambar 2.3



Gambar 2.3 Metode *spin-coating* (Niranjan, 2009)

2.3 Karakterisasi

2.3.1 X-ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar x merupakan salah satu cara untuk mengetahui seberapa teratur suatu atom atau senyawa. Elektron yang berenergi tinggi ditembakkan terhadap

logam sehingga akan membentuk suatu sinar yang disebut dengan sinar-X (Cowan dalam Mardiyah, 1991). Gelombang radiasi elektromagnetik dari sinar-X sebesar $\sim 1\text{\AA}$ ($\sim 10^{-10}$ m). Spektrumnya terletak diantara ultraviolet dan sinar γ . Spektra sinar-X terdiri dari sejumlah gelombang monokromatis atau radiasi putih. Radiasi elektromagnetik yang muncul akibat tumbukan atau diperlambatnya elektron disebut dengan radiasi putih (West, 1999).

Logam yang ditumbuk dengan percepatan 30 kV oleh pancaran elektron akan menghasilkan sebuah energi. Energi ini cukup untuk mengionisasi logam seperti logam Cu yang terionisasi pada kulit K (1s), akibat dari kekosongan orbital 1s, orbital luar akan segera mengisinya dan menghasilkan energi transisi dalam bentuk radiasi sinar-X. Sejumlah percobaan lebih banyak menggunakan difraksi sinar-X daripada neutron maupun elektron. Difraksi kristal memiliki dua pendekatan, keduanya ialah:

1) Persamaan Laue

Difraksi dari sebuah hipotesis kristal 1D merupakan sebuah barisan atom-atom yang diperlakukan sama sebagai difraksi cahaya oleh sebuah kisi optik. Sebuah persamaan ditentukan oleh hubungan pemisahan atom dalam baris (a), gelombang sinar-X (λ) dan sudut difraksi (θ). Dituliskan:

$$a \sin \theta = n \lambda$$

Tiga persamaan Laue yang dituliskan dibawah ini merupakan bentuk penyusunan 3D dari atom-atom, yang menunjukkan kristal yang sebenarnya.

$$a_1 \sin \theta_1 = n \lambda$$

$$a_2 \sin \theta_2 = n \lambda$$

$$a_3 \sin \theta_3 = n \lambda$$

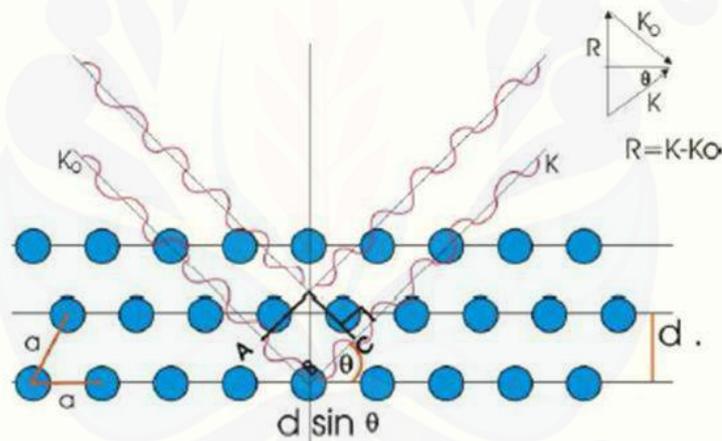
Penyusunan atom dalam kristal dapat dijelaskan dengan persamaan tersebut karena sesuai dengan ketiga sumbu kristalografi (West, 1999).

2) Hukum Bragg

Kristal adalah susunan lapisan-lapisan atau bidang datar yang bertindak sebagai sebuah cermin transparan yang merupakan pendekatan difraksi dari Bragg.

Sinar yang datang tidak sepenuhnya direfleksikan hanya beberapa dengan sudut refleksi yang sama dengan sudut datang. Bidang pengganti akan merefleksikan sinar yang datang setelah ia ditransmisikan, seperti yang diilustrasikan pada gambar (2.4). Persamaan Bragg tidak dapat menentukan struktur kristal secara lengkap hanya dapat menentukan parameter sel kristal saja tidak seperti metode komputasi kristalografik yang dapat menentukan posisi-posisi atomnya dengan menggunakan data intensitas.

Difraksi sinar-X sebenarnya bukan memprediksi ukuran partikel namun hanya memprediksi ukuran kristalin. Makin kecil ukuran kristalin maka puncak difraksi yang dihasilkan semakin lebar, hal tersebut merupakan dasar dari metode Scherrer, seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.4 Difraksi sinar X pada kisi kristal (Abdullah, 2008)

Sehingga hukum Bragg dituliskan sebagai berikut:

$$2d \sin \theta = n \lambda$$

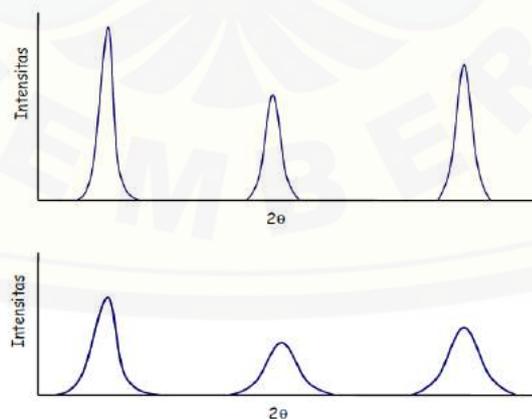
n = orde difraksi (1, 2, 3, dan seterusnya), d merupakan jarak antar kisi kristal, λ adalah panjang gelombang sinar X, dan θ adalah sudut datang (West, 1999).

Puncak difraksi sinar-X yang lebar dihasilkan dari ukuran kristalin yang kecil. Hal ini disebabkan oleh bidang pantul sinar-X yang terbatas. Interferensi secara konstruktif cahaya yang dipantulkan oleh bidang-bidang kristal akan menghasilkan puncak difraksi. Interferensi gelombang menjelaskan bahwa makin banyak jumlah celah interferensi maka makin sempit garis frinji pada layar. Interferensi celah banyak dengan jumlah celah tak berhingga menghasilkan garis frinji yang sangat tipis tetapi sangat terang. Difraksi sinar-X pada dasarnya adalah interferensi oleh sejumlah sumber maka kita dapat memprediksi hubungan antara lebar puncak difraksi dengan ukuran kristalin berdasarkan perumusan interferensi celah banyak (Abdullah, 2008).

Hubungan antara lebar puncak difraksi sinar-X dan ukuran kristal dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer:

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B}$$

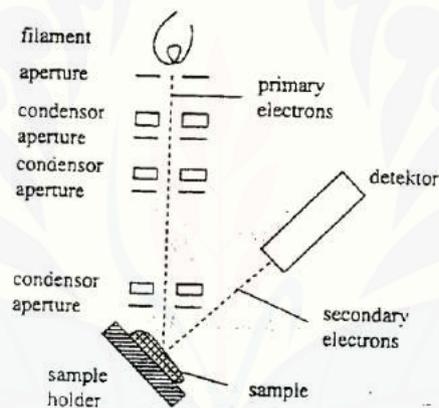
dimana: D adalah ukuran (diameter) kristal, B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak yang dipilih, θ_B adalah sudut Bragg, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang biasanya dipakai untuk K adalah $\approx 0,9$ (Abdullah, 2008).



Gambar 2.5. Puncak difraksi sinar-X yang menunjukkan ukuran kristalin

2.3.2 Scanning Elektron Microscopy (SEM)

SEM adalah metode yang dapat digunakan dengan baik untuk mengetahui struktur pori dan karakterisasi permukaan suatu bahan logam ataupun bukan (Mulder, 1996). Profil permukaan benda digambar menggunakan berkas elektron. Prinsip kerjanya menggunakan berkas elektron berenergi tinggi yang ditembakkan ke permukaan benda, kemudian elektron sekunder ke segala arah dihasilkan dari berkas elektron awal akibat terpantul oleh permukaan benda. Namun terdapat satu elektron dengan intensitas tertinggi yang dipantulkan akan tertangkap oleh detektor di dalam SEM. Seperti yang diilustrasikan pada gambar 2.6 (Abdullah, 2008).



Gambar 2.6 Prinsip kerja SEM (Mulder, 1996)

Transmisi atau refleksi ialah dua hal yang digunakan mikroskop elektron dalam bekerja. Elektron-elektron dapat terserap oleh partikel yang tebal dan berinteraksi kuat dengan materi. Oleh karena itu, diharapkan sampel memiliki ketebalan $\leq 2000\text{\AA}$. Meskipun sering dilakukan penembakan ion, kekhawatiran akan berubahnya struktur dari padatan akibat penembakan itu sering terjadi. Sehingga Preparasi sampel cukup sulit dilakukan. Berbeda halnya dengan tipe refleksi, terbentuknya muatan pada permukaan perlu dihindari. Logam lapis tipis

dalam prosesnya sering digunakan untuk melapisi sampel. Jadi, ketebalan sampel bukan merupakan masalah dalam proses analisa. Instrumen utama refleksi, SEM menjangkau perbesaran antara batas resolusi rendah dari *optical microscopy* $\sim 1\mu\text{m}$ dan di atasnya terdapat *transmission electron microscopy* (TEM) (West, 1999).

Tampilan hasil dari *scanning electron microscopy* sangat jelas dari keseluruhan struktur dilihat dari mikrogaf. Data tersebut berisikan ukuran pori, porositas permukaan geometri pori serta distribusi ukuran pori (Mulder, 1996). Identifikasi unsur yang terdapat pada sampel dapat dimungkinkan terjadi, hal ini dikarenakan sinar-X merupakan karakteristik dari spectra emisi unsur penyusun yang memiliki panjang gelombang tertentu (West, 1999).

2.3.3 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

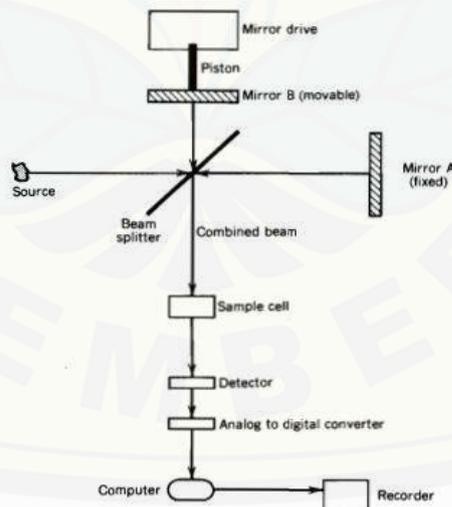
Spektroskopi inframerah adalah alat untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam molekul. FTIR merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi dengan dilengkapi transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya (Anam et al, 2007). FTIR terdiri dari 5 bagian utama, yaitu:

- a. *beam splitter*, merupakan material transparan dengan indeks relatif, sehingga menghasilkan 50% radiasi akan diteruskan dan 50% radiasi akan direfleksikan.
- b. Daerah cuplikan, dimana berkas acuan dan cuplikan masuk kedalam daerah cuplikan dan masing-masing menembus sel acuan dan cuplikan secara bersesuaian.
- c. Sumber sinar, terbuat dari filamen Nerst atau globar yang dipanaskan menggunakan listrik hingga temperatur 1000°C - 1800°C .
- d. Detektor, merupakan piranti yang mengukur energi pancaran yang lewat akibat panas yang dihasilkan. Detektor yang sering digunakan adalah termokopel dan balometer.

- e. Interferometer, bagian utama FTIR yang berfungsi untuk membentuk interferogram yang akan diteruskan menuju detektor.

(Griffiths dalam Nugraha, 2008).

Mekanisme kerja alat yang terjadi dalam FTIR dapat dilihat pada gambar 2.7. Sinar yang datang dari sumber sinar akan diteruskan kemudian akan dipecah oleh pemecah sinar menjadi dua bagian sinar yang saling tegak lurus. Sinar ini kemudian dipantulkan oleh cermin diam dan cermin bergerak. Sinar hasil pantulan akan dipantulkan kembali menuju pemecah sinar. Sebagian sinar akan diarahkan menuju cuplikan dan sebagian menuju sumber. Gerakan cermin yang maju mundur akan menyebabkan sinar sampai pada detektor akan berfluktuasi. Jika jarak kedua cermin berbeda terhadap detektor maka sinar akan saling melemahkan. Sebaliknya, akan saling menguatkan jika kedua cermin memiliki jarak yang sama terhadap detektor. Fluktuasi sinar yang sampai ke detektor akan menghasilkan sinyal yang disebut interferogram. Interferogram ini akan diubah menjadi spektra IR berdasarkan operasi matematika dengan bantuan komputer (Tahid, 1994).



Gambar 2.7 Mekanisme kerja alat FTIR

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Laboratorium Kimia Dasar dan kimia anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Penelitian ini dilakukan mulai agustus 2015 hingga juli 2016.

3.2 Alat dan bahan

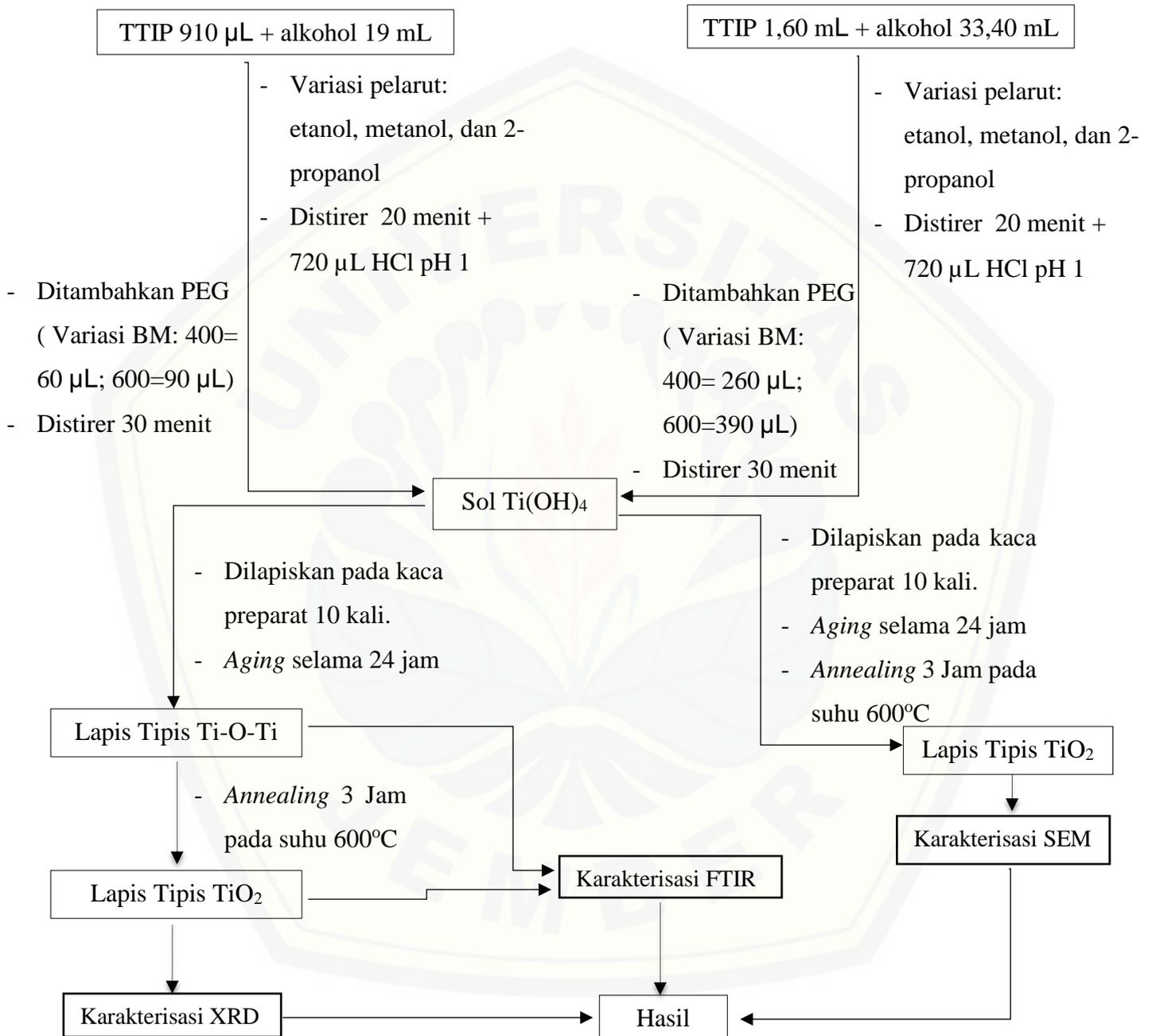
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: penggaris, gelas kimia, pipet Mohr, pipet mikro, spatula, *stirrer magnetic*, pipet tetes, batang pengaduk, neraca analitik, kaca preparat, labu ukur, gelas ukur, cawan petri, cawan porselen, anak *stirrer*, oven, botol semprot, pH meter, *ball pipet*, *furnace* tipe 1400 barnstead thermolyne, *spin coater* sederhana dan XRD (*X-Ray Diffraction*) *PANalytical*, SEM (*Scanning Electron Microscopy*) JEOLJSM 6360, FTIR (*Fourier transform infrared spectroscopy*) alpha.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Titanium isopropoksida (TTIP 97%; $\rho = 0,96 \text{ g/mL}$; $M_r = 284,22 \text{ g/mol}$; Sigma – Aldrich), Etanol absolute 99,99% (Merck), 2-propanol (Merck), methanol (Merck), polietilen glikol (400, 600), HCl 37% ($\rho = 1,19 \text{ g/mL}$; $M_r = 36,45 \text{ g/mol}$) (merck), aseton, kaca preparat, aqua bidestilasi, dan aquades.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Sintesis

3.4.1 Pembuatan Larutan HCl pH 1

Pembuatan larutan HCl pH 1 dilakukan dengan cara mengencerkan larutan HCl 37% (12,06 M) menjadi 1 M dengan mengambil sebanyak 4,15 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah didapatkan larutan HCl 1 M, dilakukan pengenceran kembali menjadi HCl 0,1 M dengan mengambil kembali sebanyak 5 mL larutan HCl 1 M, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas. Setelah diperoleh larutan HCl pH 0,1M, larutan tersebut diukur menggunakan pH meter. Penambahan asam dilakukan jika pH lebih dari 1 dan aquades jika pH kurang dari 1.

3.4.2 Sintesis TiO₂

3.4.2.1 Sintesis titanium dioksida untuk analisa XRD dan FTIR

TiO₂ disiapkan dengan memakai metode sol gel. Prekursor yang digunakan adalah TTIP. TTIP sebanyak 910 µL dimasukkan ke dalam etanol 19 mL. Selanjutnya dilakukan proses pengadukan menggunakan stirer magnetik selama 20 menit dengan menambahkan tetes demi tetes HCl pH 1 sebanyak 720 µL. Setelah itu dilakukan penambahan PEG 400 sebanyak 60 µL ke dalam larutan sol Ti(OH)₄. Pengadukan dilakukan kembali selama 30 menit memakai stirer magnetik. Sintesis selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama namun menggunakan pelarut berbeda (2-propanol dan metanol) dan polietilonglikol dengan berat molekul berbeda (PEG 600 sebanyak 90 µL).

(Sasti, 2011).

3.4.2.2 Pelapisan Kaca Preparat dengan titanol untuk analisa XRD dan FTIR

Kaca preparat disiapkan dengan cara dipotong dengan ukuran (2 x 2) cm. Kemudian dicuci menggunakan aseton, etanol, dan aqua bidestilat masing-masing selama 5 menit, lalu dikeringkan. Kaca preparat selanjutnya diberi *double tape* dan ditempelkan pada alat *spin-coater* lalu ditetesi dengan sol titanol (TiOH)₄ pada permukaannya sebanyak 10 tetes. Kemudian didiamkan selama ± 40 detik, selanjutnya diputar selama ± 20 detik dan proses terakhir dilakukan pendiaman selama ± 5 menit. Prosedur pelapisan di lakukan kembali sebanyak 10 kali. kemudian dilakukan proses *aging* (pematangan) selama 24 jam. Setelah itu, sebagian dari sampel di *annealing* pada suhu 600° C selama 3 jam menggunakan *furnace*. Sebagian lagi diuji menggunakan FTIR. Lapisan tipis yang dihasilkan setelah proses *annealing* dikarakterisasi menggunakan XRD dan FTIR.

3.4.2.3 Sintesis titanium dioksida untuk analisis SEM

TiO₂ disiapkan dengan memakai metode sol gel. Prekursor yang digunakan adalah TTIP. TTIP sebanyak 1,60 mL dimasukkan ke dalam etanol 33,40 mL. Selanjutnya dilakukan proses pengadukan menggunakan stirer magnetik selama 20 menit dengan menambahkan tetes demi tetes HCl pH 1 sebanyak 720 µL. Setelah itu dilakukan penambahan PEG 400 sebanyak 260 µL ke dalam larutan sol Ti(OH)₄. Pengadukan dilakukan kembali selama 30 menit memakai stirer magnetik. Sintesis selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama namun menggunakan pelarut berbeda (2-propanol dan metanol) dan polietilonglikol dengan berat molekul berbeda (PEG 600 sebanyak 390 µL).

(Bu *et al*, 2003).

3.4.2.4 Pelapisan Kaca Preparat dengan titanol untuk analisa SEM

Kaca preparat disiapkan dengan cara dipotong dengan ukuran (2 x 2) cm. Kemudian dicuci menggunakan aseton, etanol, dan aqua bidestilat masing-masing selama 5 menit, lalu dikeringkan. Kaca preparat selanjutnya diberi *double tape* dan ditempelkan pada alat *spin-coater* lalu ditetesi dengan sol titanol (TiOH)₄ pada permukaannya sebanyak 10 tetes. Kemudian didiamkan selama ± 40 detik, selanjutnya diputar selama ± 20 detik dan proses terakhir dilakukan pendiaman selama ± 5 menit. Prosedur pelapisan dilakukan kembali sebanyak 10 kali. Setelah itu dilakukan proses *aging* (pematangan) selama 24 jam. Proses *annealing* dilakukan kemudian pada suhu 600°C selama 3 jam menggunakan *furnace*. Lapisan tipis yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan SEM.

3.5 Prosedur karakterisasi

Struktur kristal dan ukuran kristalinitas dari lapis tipis TiO₂ dikarakterisasi memakai metode XRD, sedangkan untuk morfologi lapisan tipisnya dikarakterisasi memakai SEM.

3.5.1 Difraksi Sinar-X

Lapis tipis TiO₂ dari sub bab 3.4.2.2 yang diperoleh dikarakterisasi struktur kristalnya menggunakan difraksi sinar-X (XRD) di Universitas Gajah Mada. Sebagai sumber radiasinya digunakan Cu-K α . Difraksi dilakukan pada sudut 2 θ antara 3°-80°. Dengan metode XRD ini akan diketahui struktur kristal film tipis yang dihasilkan, kemudian dengan menggunakan persamaan Scherrer akan diketahui ukuran kristalinitas dari lapisan tipis yang diperoleh. Persamaan Scherrer dapat dituliskan seperti di bawah ini:

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos\theta}$$

Ukuran (diameter) kristalin dituliskan dengan symbol D , B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak difraksi yang dipilih, θ_B adalah sudut Bragg, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang biasanya dipakai untuk K adalah $\approx 0,9$ (Abdullah, 2008).

3.5.2 *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Lapis tipis TiO_2 dari 3.4.2.4 dikarakterisasi menggunakan SEM di Pusat Geologi Bandung. Substrat kaca preparat beserta lapis tipis TiO_2 yang telah disintesis diletakkan pada *holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan lapisan tipis emas – palladium setebal 400 Å. Tujuan pelapisan adalah agar bahan yang dipotret menjadi penghantar listrik. Setelah pelapisan, sampel dan *holder* ditempatkan dalam plat SEM. Penampang permukaan lapis tipis diamati dengan perbesaran (10.000-15.000) kali. Dengan menggunakan SEM akan diperoleh informasi tentang morfologi dan ukuran dari butiran TiO_2 .

3.5.3 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Sampel TiO_2 sebelum dan setelah mengalami proses *annealing* dianalisis menggunakan FTIR di Laboratorium Kimia Fakultas Farmasi Universitas Jember. Analisis FTIR ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi polietilen glikol yang tersusun dari alkohol dan eter yang terdapat pada sampel TiO_2 dari sub bab 3.4.2.2 baik sebelum maupun sesudah di *annealing*. Tahapan ini akan diperoleh informasi tentang keberadaan polietilen glikol di dalam sampel.

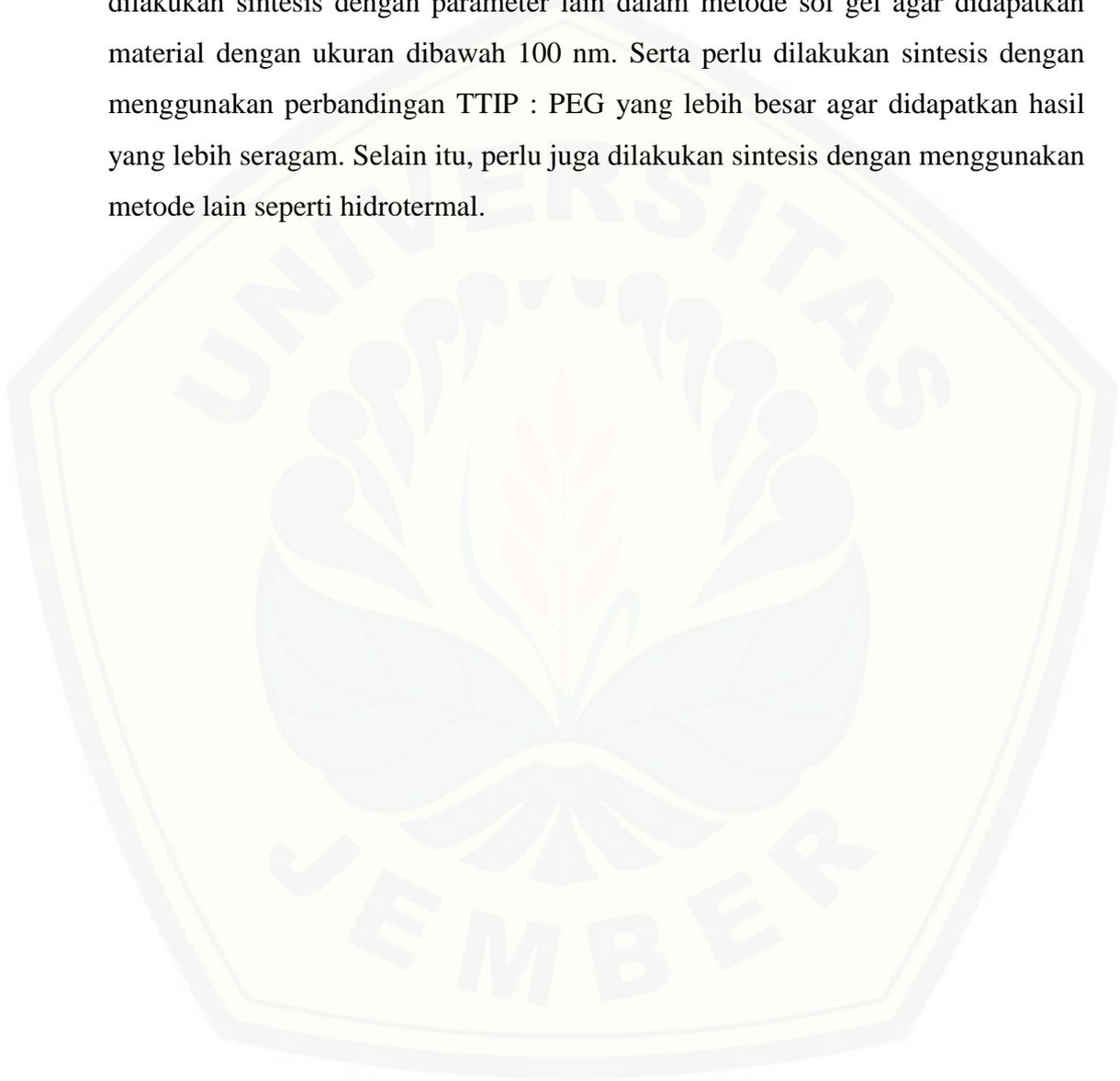
BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Pelarut yang digunakan dalam sintesis dapat mempengaruhi terhadap produk yang dihasilkan. Semakin polar pelarut yang digunakan maka semakin kecil ukuran yang diperoleh. Hasil XRD menunjukkan bahwa pelarut metanol menghasilkan ukuran kristal paling kecil dibandingkan etanol dan 2-propanol yaitu sebesar 137,5 nm untuk variasi pelarut dengan penambahan PEG 600. *Template* juga berpengaruh dalam sintesis material namun dalam analisa XRD perbedaan ukuran partikel antara PEG 400 dan 600 belum bisa ditentukan. Hal ini karena yang ditentukan dalam XRD adalah kuran kristal. Struktur kristal yang diperoleh dari berbagai variasi ialah struktur anatase.
2. Variasi pelarut dan berat molekul *template* berpengaruh terhadap morfologi TiO₂ yang dihasilkan. Semakin besar berat molekul yang digunakan akan menghasilkan produk dengan ukuran yang lebih besar juga. Hasil SEM menunjukkan bahwa TiO₂ yang disintesis berbentuk bulat seragam dengan ukuran partikel sebesar 293 nm untuk penggunaan template PEG 400 dan 410 nm untuk PEG 600. Pelarut juga akan mempengaruhi ukuran partikel yang dihasilkan. Semakin polar pelarut yang digunakan maka semakin kecil ukuran yang diperoleh. Hasil SEM dari variasi pelarut metanol, etanol, 2-propanol menunjukkan bahwa ukuran partikel menggunakan pelarut metanol lebih kecil yaitu sebesar 221 nm

5.2 Saran

Perlu dilakukan sintesis menggunakan template PEG dengan berat molekul lebih kecil supaya memperoleh hasil sintesis dengan ukuran dibawah 100 nm. Perlu dilakukan sintesis dengan parameter lain dalam metode sol gel agar didapatkan material dengan ukuran dibawah 100 nm. Serta perlu dilakukan sintesis dengan menggunakan perbandingan TTIP : PEG yang lebih besar agar didapatkan hasil yang lebih seragam. Selain itu, perlu juga dilakukan sintesis dengan menggunakan metode lain seperti hidrotermal.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB
- Anam, C., Sirojudin., Firdausi, K. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin, dan Spiritus Menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*. Vol.10(1410-9662): 79-85.
- Arora, Doty, Yuan, Boyle, Petras, Rabatic, Paunesku & Woloschak. 2010. Titanium Dioxide Nanocomposites. *Nanomaterials for the Life Sciences*. Vol.8(1): 1-52.
- Badan POM RI, 2012. *Titanium Dioksida*. Indonesia: Jakarta
- Bu, S., Jin, Z., & Liu, X. 2005. Synthesis of TiO₂ porous thin films by polyethylene glycol templating and chemistry of the pores. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 25(5): 673-679.
- Castellote, M. & Bengtsson, N. 2011. *Principles of TiO₂ Photocatalysis*. Spanyol: ETcc-CSIC.
- Chaharmahali. 2012. "The Effect of TiO₂ Nanoparticles on the Surface Chemistry, Structure and Fouling Performance of Polymeric Membranes". Tidak Diterbitkan. Thesis. Sydney: University of New South Wales.
- Diebold, U. 2003. The surface science of titanium dioxide. *Surface science report* 48(5-8): 53-229.
- Fernandez, B. R. 2011. "Sintesis nanopartikel". Tidak Diterbitkan. Makalah. Padang: Universitas Andalas.
- Gratzel, Burschka, Pellet, Moon, Baker, Gao, & Nazeeruddin. 2013. Sequential Deposition As A Route To High-Performance Perovskite-Sensitized Solar Cells. *Nature*. Vol. 499(7458): 316-320.
- Hakim, L. 2008. "Kontrol ukuran dan dispersitas nanopartikel besi oksida". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.

- Hastuti, E. 2011. Analisa Difraksi Sinar X TiO₂ Dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersensitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*. Vol. **4**(1): 93-100.
- Kim, D. S., & Kwak, S. Y. 2007. The hydrothermal synthesis of mesoporous TiO₂ with high crystallinity, thermal stability, large surface area, and enhanced photocatalytic activity. *Applied Catalysis A: General*. Vol. **323**(1): 110-118.
- Leuner, C. & Dressman, J. 2000. Improving drug solubility for oral delivery using solid dispersion. *Eur. J. Pharm. Biopharm.* Vol. **50** (1): 47-60.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., & Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*. Vol. **95**(3): 735-758.
- Mardhiyah, S. 2012. “Pengaruh Suhu Sol-Gel dan Pelarut (PEG) pada Aktivitas Fotokatalis ZnO-TiO₂ sebagai Pendegradasi Limbah Cair Pewarna Tekstil”. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Jember: Universitas Jember.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. 2nd ed. Kluwer Academic Publisher. Dordrecht.
- Niranjan, S., Parija, B., & Panigrahi, S. 2009. Fundamental Understanding And Modeling Of Spin Coating Process. *Indian J. phys.* Vol. **83** (4): 493-502.
- Nugraha, F. E. 2008. “Optimasi Pemecahan Emulsi Air dalam Pelumas Bekas Menggunakan Campuran Larutan NaCl-Etanol”. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Bandung: ITB.
- Phani, Tulloch, Vittorio, & Skyrabin. 2001. Titania solar cells: new photovoltaic technology. *Renewable Energy*. Vol. **22**(1): 303-309.
- Pradista, Y.A. 2014. “Sintesis dan karakterisasi core-shell ZnO/TiO₂ sebagai material fotoanoda dalam Natural-dye sensitized solar cell (DSSC)”. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Jember: Universitas Jember.
- Purwiandono, G., & Kartini, I. 2015. Synthesis Of Porous TiO₂ With Starch Template And Its Photoactivity Towards Photodegradation Of Methylene Blue. *Eksakta*. Vol.**15** (1-2): 1-13.
- Ridwan, A., & Wahyuni, S. 2015. Pengaruh Pelarut Terhadap Karakteristik Nano TiO₂ – SiO₂ Sebagai Penambah Self-Cleaning Cat Akrilik. *Indonesian journal of Chemical Science*. Vol. **4** (2): 1-6.

- Sanchez, Cuchillo, Villanueva, Ramirez, Lopez, & Elguezabal. 2011. Preparation, Characterization and Photocatalytic Properties of TiO₂ Nanostructured Spheres Synthesized by Sol-Gel Method Modified with Ethylene Glycol. *J. Sol-Gel Technol.* Vol. **58** (2): 360-365
- Sasti, H. T. 2011. "Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Depok: Universitas Indonesia.
- Schubert, U., & Husing, N. 2005. *Synthesis of Inorganic Material*. Second, Revised and Updated Edition. Weinheim: Wiley-VCH
- Septina, W. 2007. "Sintesa Nanokristal Mesopori TiO₂ Dengan Metoda Sol-Gel". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Sinly, E.P. 2008. Mengenal Polimer Cerdas (Smart Polymer). Situs Kimia Indonesia [serial online]. http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_material/mengenal-polimer-cerdas-smart-polymer/. [23 maret 2015].
- Smalley, R. E. 2005. Future Global Energy Prosperity The Terawatt Challenge. *MRS Bulletin*. Vol. **30**(6): 421-417.
- Tahid, 1994. Spektroskopi inframerah Transformasi Fourier no II Th VIII. Bandung: Warta Kimia Analis.
- Vandri, W., & Iskandar, R. 2012. Performansi Prototype Dye-Sensitized Solar Solar Cell (Dye Sensitizer Kulit Manggis) Dengan Hubungan Variasi Hambatan Terhadap Efisiensi Konversi Energi Listrik Dan Perbandingan Terhadap Sel Surya Konvensional. *Teknika*. Vol. **19**(2): 60-68.
- West, A. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. Second edition. England: John Wiley & Sons.
- Wulandari, H. K. 2012. "Studi Awal Fabrikasi Dye Sensitized Solar Cell (Dssc) Menggunakan Ekstraksi Bunga Sepatu (*Hibiscus Rosa Sinensis* L) Sebagai Dye Sensitizer Dengan Variasi Lama Absorpsi Dye". Tidak Diterbitkan. Skripsi. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

LAMPIRAN

Lampiran A. Perhitungan ukuran kristal TiO₂ hasil analisa XRD

A.1 Pelarut metanol & PEG 400.

A.1.1 Menghitung *FWHM*

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,76$ dengan nilai intensitas 222

$$X_1 = 25,24$$

$$X_2 = 26,24$$

$$X_2 - X_1 = 26,24 - 25,24$$

$$= 1$$

$$\Pi = \frac{1}{2}$$

$$= 0,5$$

$$X_1 + \pi = 25,24 + 0,5$$

$$= 25,74 ; (Y_1 = 164)$$

$$Y_2 - Y_1 = 222 - 164$$

$$= 58$$

$$\Pi = \frac{58}{2}$$

$$= 29$$

$$Y_1 + \pi = 164 + 29$$

$$= 193$$

$$X_3 = 25,74$$

$$X_4 = 25,88$$

$$FWHM = X_4 - X_3$$

$$= 25,88 - 25,74 = 0,14$$

A.1.2 Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$B = \frac{0,140}{2} \times \frac{3,143}{180}$$

$$0,0012 \text{ radian}$$

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{25,76}{2} = 12,88$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,0012 \times \cos(12,88)}$$

$$d \approx 119,33 \text{ nm}$$

A.1.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
Metanol & PEG 400.	(101)	25,76	222	0,140	119,33 nm
	(103)	37,44	112	-	-
	(112)	39,08	100	-	-
	(204)	63,16	76	-	-

A.2 Pelarut Etanol & PEG 400.

A.2.1 Menghitung FWHM

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,94$ dengan nilai intensitas 216

$$X_1 = 25,32$$

$$X_2 = 26,18$$

$$X_2 - X_1 = 26,18 - 25,32$$

$$= 0,86$$

$$\Pi = 0,86/2$$

$$= 0,43$$

$$X_1 + \pi = 25,32 + 0,43$$

$$= 25,75 ; (Y_1 = 170)$$

$$Y_2 - Y_1 = 216 - 170$$

$$= 46$$

$$\Pi = 46/2$$

$$= 23$$

$$Y_1 + \pi = 170 + 23$$

$$= 193$$

$$X_3 = 25,90$$

$$X_4 = 26,00$$

$$FWHM = X_4 - X_3$$

$$= 26,00 - 25,90 = 0,10$$

A.2.2 Menghitung ukuran kristal

$$B = \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180}$$

$$\frac{0,10}{2} \times \frac{3,14}{180}$$

$$0,000872 \text{ radian}$$

$$\begin{aligned}\theta &= \frac{2\theta}{2} \\ &= \frac{25,94}{2} \\ &= 12,97\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}d &\approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta} \\ &= \frac{0,900 \times 0,154}{0,000872 \times \cos(12,97)} \\ d &\approx 172,00 \text{ nm}\end{aligned}$$

A.2.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
Etanol & PEG 400.	(101)	25,96	216	0,10	172,00 nm
	(004)	38,48	124	-	-
	(200)	48,72	96	-	-
	(105)	54,58	80	-	-
	(211)	55,76	84	-	-

A.3 Pelarut 2-propanol & PEG 400.

A.3.1 Menghitung *FWHM*

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,70$ dengan nilai intensitas 272

$$X_1 = 25,46$$

$$X_2 = 26,04$$

$$X_2 - X_1 = 26,04 - 25,46$$

$$= 0,58$$

$$\Pi = \frac{0,58}{2} = 0,29$$

$$\begin{aligned} X_1 + \pi &= 25,46 + 0,29 \\ &= 25,75 ; (Y_1 = 244) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Y_2 - Y_1 &= 272 - 244 \\ &= 28 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Pi &= \frac{28}{2} \\ &= 14 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Y_1 + \pi &= 244 + 14 \\ &= 258 \end{aligned}$$

$$X_3 = 25,68$$

$$X_4 = 25,74$$

$$\begin{aligned} FWHM &= x_4 - x_3 \\ &= 25,74 - 25,68 \\ &= 0,06 \end{aligned}$$

A.3.2 Menghitung ukuran kristal

$$\begin{aligned} B &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,06}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,000523 \text{ radian} \end{aligned}$$

$$\theta = \frac{2\theta}{2}$$

$$\frac{25,70}{2} = 12,85$$

$$d \approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta}$$

$$\frac{0,900 \times 0,154}{0,000523 \times \cos(12,85)}$$

$$d \approx 276,04 \text{ nm}$$

A.3.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
2-propanol & PEG 400.	101	25,70	272	0,06	276,04 nm
	112	38,96	104	-	-
	204	63,10	82	-	-

A.4 Pelarut metanol & PEG 600.

A.4.1 Menghitung *FWHM*

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,70$ dengan nilai intensitas 196

$$X_1 = 25,00$$

$$X_2 = 26,06$$

$$X_2 - X_1 = 26,06 - 25,00$$

$$= 1,06$$

$$\Pi = \frac{1,06}{2}$$

$$= 0,53$$

$$X_1 + \pi = 25,00 + 0,53$$

$$= 25,53 ; (Y_1 = 162)$$

$$Y_2 - Y_1 = 196 - 162$$

$$= 34$$

$$\Pi = \frac{34}{2}$$

$$= 17$$

$$Y_1 + \pi = 162 + 17$$

$$= 179$$

$$X_3 = 25,64$$

$$X_4 = 25,76$$

$$\begin{aligned} FWHM &= x_4 - x_3 \\ &= 25,76 - 25,64 \\ &= 0,12 \end{aligned}$$

A.4.2 Menghitung ukuran kristal

$$\begin{aligned} B &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,12}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,00105 \text{ radian} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \theta &= \frac{2\theta}{2} \\ &= \frac{25,70}{2} = 12,85 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} d &\approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta} \\ &= \frac{0,900 \times 0,154}{0,00105 \times \cos(12,85)} \\ d &\approx 137,5 \text{ nm} \end{aligned}$$

A.4.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
Metanol & PEG 600.	101	25,70	196	0,12	137,5 nm
	004	38,24	114	-	-
	200	48,44	108	-	-

A.5 Pelarut Etanol & PEG 600.

A.5.1 Menghitung *FWHM*

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,30$ dengan nilai intensitas 310

$$X_1 = 24,68$$

$$X_2 = 25,6$$

$$X_2 - X_1 = 25,6 - 24,68$$

$$= 0,92$$

$$\Pi = \frac{0,92}{2}$$

$$= 0,46$$

$$X_1 + \pi = 24,68 + 0,46$$

$$= 25,14 ; (Y_1 = 276)$$

$$Y_2 - Y_1 = 310 - 276$$

$$= 34$$

$$\Pi = \frac{34}{2}$$

$$= 17$$

$$Y_1 + \pi = 276 + 17$$

$$= 293$$

$$X_3 = 25,24$$

$$X_4 = 25,34$$

$$\begin{aligned}FWHM &= x_4 - x_3 \\ &= 25,34 - 25,24 \\ &= 0,10\end{aligned}$$

A.5.2 Menghitung ukuran kristal

$$\begin{aligned}B &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,10}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,000872 \text{ radian}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\theta &= \frac{2\theta}{2} \\ &= \frac{25,30}{2} = 12,65\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}d &\approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta} \\ &= \frac{0,900 \times 0,154}{0,000872 \times \cos(12,65)} \\ d &\approx 159,5 \text{ nm}\end{aligned}$$

A.5.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
Etanol & PEG 600.	101	25,30	310	0,10	159,5 nm
	103	36,96	178	-	-
	004	37,84	170	-	-
	105	53,92	126	-	-
	204	62,70	100	-	-

A.6 Pelarut 2-propanol & PEG 600.

A.6.1 Menghitung *FWHM*

Puncak tertinggi dengan pada $2\theta = 25,12$ dengan nilai intensitas 346

$$X_1 = 24,48$$

$$X_2 = 25,44$$

$$\begin{aligned} X_2 - X_1 &= 25,44 - 24,48 \\ &= 0,96 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Pi &= \frac{0,96}{2} \\ &= 0,48 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} X_1 + \pi &= 24,48 + 0,48 \\ &= 24,96 ; (Y_1=280) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Y_2 - Y_1 &= 346 - 280 \\ &= 66 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Pi &= \frac{66}{2} \\ &= 33 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Y_1 + \pi &= 280 + 33 \\ &= 313 \end{aligned}$$

$$X_3 = 25,10$$

$$X_4 = 25,18$$

$$\begin{aligned} FWHM &= x_4 - x_3 \\ &= 25,18 - 25,10 \\ &= 0,08 \end{aligned}$$

A.6.2 Menghitung ukuran kristal

$$\begin{aligned} B &= \frac{FWHM}{2} \times \frac{\pi}{180} \\ &= \frac{0,08}{2} \times \frac{3,14}{180} \\ &= 0,000698 \text{ radian} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \theta &= \frac{2\theta}{2} \\ \frac{25,12}{2} &= 12,56 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} d &\approx \frac{K \cdot \lambda}{B \cdot \cos\theta} \\ &= \frac{0,900 \times 0,154}{0,000698 \times \cos(12,56)} \end{aligned}$$

$$d \approx 198,57 \text{ nm}$$

A.6.3 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO₂

Sampel	Bidang difraksi	2 θ	Intensitas	FWHM	d(nm)
2-propanol & PEG 600.	101	25,12	346	0,08	198,57 nm
	103	36,80	118	-	-
	004	37,64	152	-	-
	200	47,86	100	-	-
	105	53,72	132	-	-
	211	54,90	134	-	-

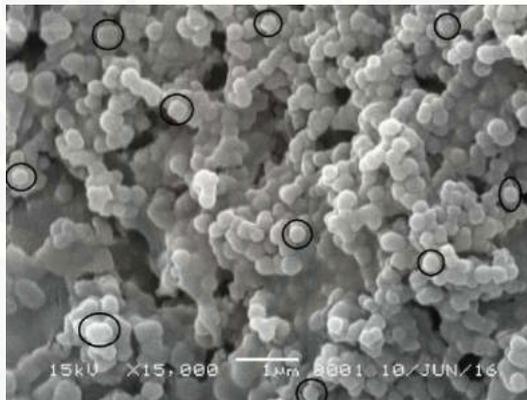
Lampiran B. Perhitungan ukuran partikel dari hasil analisis menggunakan SEM

B.1 Pelarut etanol dan PEG 400

Perhitungan ukuran partikel dalam SEM ini menggunakan rumus perbandingan seperti yang tertulis sebagai berikut:

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{\text{panjang skala dalam SEM (cm)}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{\text{ukuran partikel dalam SEM (nm)}}$$

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{3 \text{ cm}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{1000 \text{ nm}}$$



$$\text{a) } \frac{0,85 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 283 \text{ nm}$$

$$\text{b) } \frac{0,90 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 300 \text{ nm}$$

$$\text{c) } \frac{0,80 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 266 \text{ nm}$$

$$\text{d) } \frac{0,85 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 283 \text{ nm}$$

$$e) \frac{0,80 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 266 \text{ nm}$$

$$f) \frac{0,70 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 233 \text{ nm}$$

$$g) \frac{0,90 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 300 \text{ nm}$$

$$h) \frac{1,00 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 333 \text{ nm}$$

$$i) \frac{1,25 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 416 \text{ nm}$$

$$j) \frac{0,75 \text{ cm}}{3 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 250 \text{ nm}$$

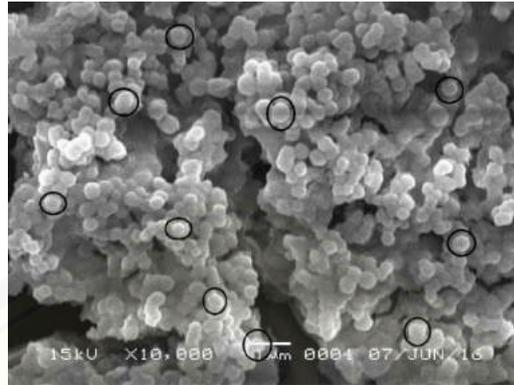
$$\bar{x} = \frac{283 + 300 + 266 + 283 + 266 + 233 + 300 + 333 + 416 + 250}{10} = 293 \text{ nm}$$

B.2 Pelarut etanol dan PEG 600

Perhitungan ukuran partikel dalam SEM ini menggunakan rumus perbandingan seperti yang tertulis sebagai berikut:

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{\text{panjang skala dalam SEM (cm)}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{\text{ukuran partikel dalam SEM (nm)}}$$

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{2 \text{ cm}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{1000 \text{ nm}}$$



$$\text{a) } \frac{0,70 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 350 \text{ nm}$$

$$\text{b) } \frac{0,80 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 400 \text{ nm}$$

$$\text{c) } \frac{0,65 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 325 \text{ nm}$$

$$\text{d) } \frac{0,80 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 400 \text{ nm}$$

$$\text{e) } \frac{1,00 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 500 \text{ nm}$$

$$\text{f) } \frac{0,80 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 400 \text{ nm}$$

$$\text{g) } \frac{0,90 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 450 \text{ nm}$$

$$\text{h) } \frac{0,80 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 400 \text{ nm}$$

$$i) \frac{0,90 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 450 \text{ nm}$$

$$j) \frac{0,85 \text{ cm}}{2 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 425 \text{ nm}$$

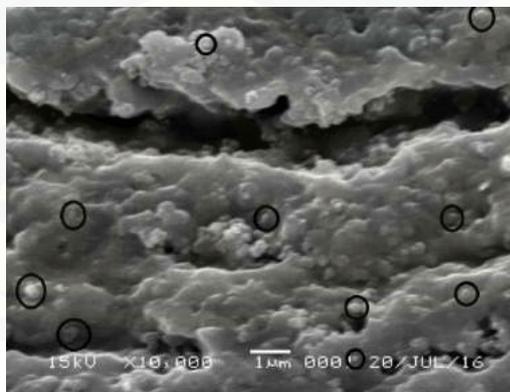
$$\begin{aligned} \bar{x} &= \frac{350 + 400 + 325 + 400 + 500 + 400 + 450 + 400 + 450 + 425}{10} \\ &= 410 \text{ nm} \end{aligned}$$

B.3 Pelarut metanol dan PEG 600

Perhitungan ukuran partikel dalam SEM ini menggunakan rumus perbandingan seperti yang tertulis sebagai berikut:

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{\text{panjang skala dalam SEM (cm)}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{\text{ukuran partikel dalam SEM (nm)}}$$

$$\frac{\text{panjang skala partikel yang dihitung (cm)}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{\text{ukuran partikel yang dihitung (nm)}}{1000 \text{ nm}}$$



$$a) \frac{0,30 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 214 \text{ nm}$$

$$\text{b) } \frac{0,20 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 142 \text{ nm}$$

$$\text{c) } \frac{0,30 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 214 \text{ nm}$$

$$\text{d) } \frac{0,30 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 214 \text{ nm}$$

$$\text{e) } \frac{0,30 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 214 \text{ nm}$$

$$\text{f) } \frac{0,20 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 142 \text{ nm}$$

$$\text{g) } \frac{0,50 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 357 \text{ nm}$$

$$\text{h) } \frac{0,30 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 214 \text{ nm}$$

$$\text{i) } \frac{0,20 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 142 \text{ nm}$$

$$\text{j) } \frac{0,50 \text{ cm}}{1,4 \text{ cm}} = \frac{a \text{ nm}}{1000 \text{ nm}}$$

$$a = 357 \text{ nm}$$

$$\begin{aligned} \bar{x} &= \frac{214 + 142 + 214 + 214 + 214 + 142 + 357 + 214 + 142 + 357}{10} \\ &= 221 \text{ nm} \end{aligned}$$