

Karakterisasi Struktur, Morfologi, dan Sifat Optik Lapisan Tipis Titanium Dioksida yang Dideposisi Menggunakan Teknik *Spray Pyrolysis*

Nabella Shabrina, Gatut Yudoyono, dan Sudarsono
Departemen Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
e-mail: gyudoyono@physics.its.ac.id

Abstrak—Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nanopartikel TiO_2 menggunakan prekursor TiCl_3 dengan metode kopresipitasi untuk menghasilkan fase anatas dan pendeposisi lapisan tipis TiO_2 dengan teknik *spray pyrolysis*. Variasi yang digunakan adalah lama waktu *spray*, yaitu selama 15 dan 20 detik, serta jenis TiO_2 yang digunakan, yaitu hasil sintesis dan komersial. Lapisan tipis TiO_2 dibentuk dengan menggunakan dimetil sulfoksida sebagai pelarut. Serbuk hasil sintesis dan lapisan tipis TiO_2 kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, perangkat lunak *Maud*, UV-Visible Spektrofotometer, dan mikroskop optik. Hasil analisis struktur menunjukkan bahwa serbuk TiO_2 yang dihasilkan memiliki fase anatas dengan ukuran nanopartikel. Kemudian, didapatkan bahwa hasil absorpsi lapisan tipis TiO_2 memiliki kemampuan absorpsi yang baik di daerah UV. Pengukuran ketebalan lapisan tipis TiO_2 mengindikasikan bahwa semakin lama waktu *spray* dalam pendeposisi lapisan, maka semakin tebal lapisan yang dibuat. Sudut kontak yang terbentuk oleh lapisan menandakan bahwa lapisan bersifat superhidrofilik. Dalam segi morfologi, semakin lama waktu *spray*, maka lapisan semakin tebal karena terisi dengan partikel TiO_2 , namun juga semakin terbentuk aglomerasi di titik-titik tertentu pada lapisannya.

Kata Kunci—Kopresipitasi, Lapisan Tipis TiO_2 , *Spray Pyrolysis*, Sudut Kontak.

I. PENDAHULUAN

DALAM industri elektronika, lebih utamanya, penggunaan semikonduktor dalam dunia nanoteknologi sedang dalam tahap pengembangan. Pengembangan lebih lanjut dalam semikonduktor berbasis nano-kristal, nanopartikel oksida logam, nano-*quantum dots*, dan penemuan *atomic force microscope* (AFM) telah memacu perkembangan dunia nanoteknologi untuk memecahkan masalah ilmiah, teknik, dan industri [1]. Semikonduktor oksida logam telah menarik perhatian sebagai pendeteksi ledakan dan gas berbahaya karena sifat optik, elektrik, dan termalnya. Bahan ini memiliki sensitivitas yang sangat tinggi dan waktu respon yang sangat cepat apabila difabrikasi dalam skala nano. Salah satu jenis material semikonduktor oksida logam paling umum yang ditemukan dalam aplikasi sensor adalah Titanium Dioksida (TiO_2) karena kemampuannya dalam mendeteksi gas [2].

TiO_2 , dikenal juga dengan titania, adalah material oksida logam terkenal berbasis semikonduktor tipe-n yang tidak berbahaya, biokompatibel, dan efisien dalam biaya, serta memiliki konstan dielektrik dan stabilitas kimia yang tinggi. Sampai saat ini, TiO_2 banyak diaplikasikan sebagai pigmen, filter optik, *coating* anti-refleksi, sensor gas, dan material *self-cleaning*. TiO_2 juga banyak digunakan dalam industri cat sejak tahun 1920 sebagai pigmen putih. Dalam industri

kosmetik, TiO_2 telah menjadi komponen utama hampir di semua produk, terutama sebagai UV *sunscreen* [3].

TiO_2 memiliki beberapa sifat penting, seperti pita energi (*band gap*) dengan rentang 3.0 — 3.2 eV, sesuai dengan tepi absorpsi sinar yaitu 387 nm, nilai transmitansi yang tinggi pada gelombang cahaya tampak, dan indeks refraksi yang tinggi [4].

Salah satu aplikasi TiO_2 pada teknologi ramah lingkungan adalah sebagai material *self-cleaning*. *Self-cleaning* sendiri adalah kemampuan alami dalam mengangkat kontaminan, seperti senyawa berbahaya, mikroba, debu, dan lainnya. Terdapat dua mekanisme yang berbeda untuk menciptakan sifat *self-cleaning* dari suatu permukaan, yaitu dengan mengontrol sifat kebasahannya (*wettability*) dan dengan menggunakan material yang memiliki sifat fotokatalis. Pengukuran sudut kontak menjadi salah satu cara untuk menguji sifat kebasahan (*wettability*) dari suatu permukaan atau material tertentu. Pada dasarnya, sudut kontak adalah sudut yang terbentuk oleh *liquid* ketika berinteraksi dengan permukaan padat. Sudut tersebut yang menentukan sifat dari zat padat dan cair beserta interaksi dari gaya kohesi dan adhesi (gaya intermolekular). Pengelompokan sifat *wettability* berdasarkan sudut kontak dapat dilihat pada Gambar 1 [5].

Titanium (IV) dioksida (titania) memiliki tiga bentuk fase kristal secara umum, yaitu: fase rutil merupakan fase yang paling stabil secara termodinamika dibanding fase yang lain, serta fase yang metastabil, yaitu anatas dan brokit. Celah pita pada rutil didapatkan sebesar 3,0 eV, dan 3,2 eV untuk anatas [6], sedangkan untuk fase brokit dilaporkan sebesar 3,02 eV [7]. Material ini pun juga dapat disintesis dari beberapa prekursor, seperti TiCl_3 , TiCl_4 , dan TTIP (Titanium Tetra Iso Propoxide). TiCl_3 merupakan prekursor yang paling banyak digunakan untuk mensintesis TiO_2 . Metode yang digunakan dalam sintesis TiO_2 pun juga beragam, seperti metode sol-gel, hidrotermal, solvotermal, dan deposisi uap kimia. Salah satu teknik dalam metode sol-gel yang sering digunakan adalah teknik kopresipitasi [8].

TiO_2 saat ini sedang dikembangkan dalam bentuk lapisan tipis karena kemampuan biokompatibilitas, stabilitas termal dan oksida, serta fotostabilitas dalam jangka panjang yang dibutuhkan pada banyak aplikasi. Sampai saat ini, banyak penelitian yang mengungkapkan bahwa lapisan tipis memiliki banyak potensial dalam dunia fisika material, seperti produksi *coating* berstruktur nano atau berbasis nanokomposit, pengurangan dalam limbah industri dan konsumsi daya, serta pembaharuan fungsi pada teknologi-teknologi yang telah ada. Dengan potensi-potensi ini, teknologi berbasis lapisan tipis telah menjadi perhatian besar karena

merupakan komponen utama dalam banyak perangkat elektronika maupun optik. Teknologi ini sering digunakan sebagai medium dielektrik pada transistor berbasis lapisan tipis dan sebagai *coating* anti-refleksi pada silikon [9]. Pendeposisian lapisan tipis dengan material TiO_2 ternyata telah dilakukan untuk beberapa pengaplikasian dalam teknologi terbaru [10].

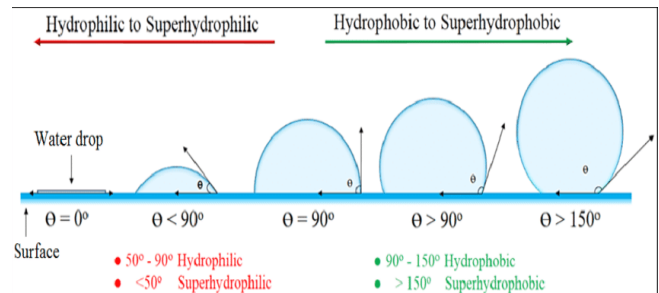
Dalam penelitian-penelitian yang telah ada sebelumnya, pendeposisian lapisan tipis telah dilakukan dengan beberapa metode, seperti metode deposisi sol-gel, elektroforesis, *chemical bath deposition* (CBD), *sputtering*, *molecular beam epitaxy* (MBE), dan *spray pyrolysis technique* (SPT). Di antara teknik pendeposisian lapisan tipis yang telah disebutkan, SPT merupakan teknik yang cenderung paling mudah dan efisien dalam segi biaya. Kelebihan lainnya adalah uji reproduibilitas dengan parameter yang konstan, pengoperasian yang kontinu, durasi deposisi yang cenderung lebih cepat, serta fleksibel dalam pengaturan *nozzle*, jarak substrat, dan tekanan *spray* [10].

Pada penelitian ini, dilakukan deposisi lapisan tipis TiO_2 pada substrat berbasis kaca soda kapur silikat dengan menggunakan teknik *spray pyrolysis*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menghasilkan lapisan tipis TiO_2 dengan variasi waktu *spray* yang berbeda serta untuk menyelidiki struktur, sifat optik, dan morfologinya untuk dikarakterisasi apakah TiO_2 adalah kandidat yang tepat untuk penerapan material dalam teknologi terbaru. Lapisan tipis TiO_2 pada penelitian ini akan dikarakterisasi menggunakan UV-VIS *Spectrophotometer*, XRD, dan mikroskop optik. Variasi TiO_2 dengan struktur kristal anatas hasil sintesis menggunakan TiCl_3 sebagai prekursor dan TiO_2 komersial.

II. METODOLOGI

A. Alat pada Proses Sintesis TiO_2

Pada penelitian ini, alat yang dibutuhkan terbagi dalam 3 tahap, yaitu alat pada proses sintesis TiO_2 , proses pelapisan TiO_2 pada kaca substrat, dan proses pengambilan data lapisan TiO_2 pada kaca substrat. Pada proses sintesis TiO_2 , alat yang digunakan adalah spatula yang berfungsi untuk memindahkan sampel TiO_2 dari satu wadah ke wadah yang lain dan sebagai pengaduk larutan secara mekanik, *beaker glass* yang berfungsi sebagai wadah untuk mengaduk, mencampur, dan memanaskan cairan, pipet tetes yang berfungsi untuk memindahkan senyawa kimia berwujud cair, gelas ukur yang berfungsi untuk mengukur senyawa cairan yang diperlukan pada penelitian, mortar agate yang berfungsi untuk menghancurkan padatan TiO_2 , burret yang berfungsi untuk titrasi NH_4OH ke dalam larutan TiCl_3 dalam sintesis TiO_2 , statif yang berfungsi sebagai *stand* untuk meletakkan klem, sedangkan klem berfungsi untuk menjepit alat gelas kimia, corong gelas yang berfungsi untuk penyaringan TiO_2 dari larutan campuran NH_4OH , TiCl_3 , dan *deionized water*, spatula kaca yang berfungsi untuk mencampur larutan yang terdiri dari padatan TiO_2 dan pelarutnya, yaitu NH_4OH , TiCl_3 , dan *deionized water*. Kemudian, kertas saring yang berfungsi untuk memisahkan padatan TiO_2 dari pelarutnya, dan pH meter yang berfungsi untuk mengukur pH sebelum dan sesudah larutan TiCl_3 dalam air deionisasi diberikan titrasi NH_4OH .



Gambar 1. Klasifikasi sifat kebasahan permukaan berdasarkan sudut kontak.

B. Alat pada Proses Pelapisan TiO_2 pada Kaca Substrat

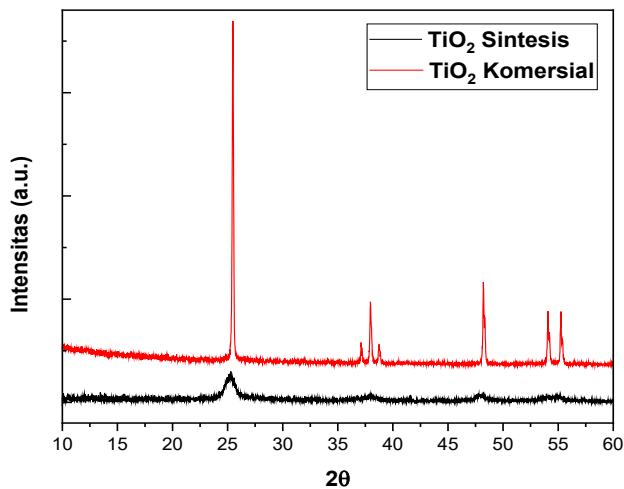
Pada proses ini, alat yang digunakan adalah *ultrasonic bath* yang berfungsi untuk mencuci kaca substrat menggunakan cairan alkohol, *hotplate magnetic stirrer* yang berfungsi untuk mengaduk larutan TiO_2 sebelum disonikasi dan proses pengeringan dan kalsinasi TiO_2 , cawan petri yang berfungsi sebagai tempat mengeringkan dan menaruh sampel, botol vial yang berfungsi untuk menyimpan serbuk, cairan, maupun larutan TiO_2 , *spray gun dual action* yang berfungsi untuk mengatomisasi larutan TiO_2 pada permukaan kaca substrat yang menggunakan udara bertekanan, substrat kaca yang berfungsi sebagai wadah melapisi TiO_2 dengan ukuran $1 \times 2,5$ sentimeter, terbuat dari bahan gelas soda kapur silikat. Kemudian, *thermometer gun* yang berfungsi sebagai alat ukur temperatur substrat, dan neraca analitik digital yang berfungsi untuk mengukur massa serbuk TiO_2 sebelum dicampur dengan pelarut dimetil sulfoksida.

C. Alat pada Pengambilan Data Serbuk dan Lapisan TiO_2

Pada proses pengambilan data, alat yang digunakan adalah pertama, XRD (*X-Ray Diffraction*) yang berfungsi untuk menganalisis fase dan mengetahui struktur kristal dan derajat kekristalan dari material TiO_2 yang dihasilkan. Merk alat XRD yang digunakan adalah *PanAnalytical*, Type: *E'xpert Pro*. Data yang didapatkan menggunakan alat ini adalah ukuran kristal dan jenis struktur kristal yang dihasilkan dari material TiO_2 sintesis dan komersial. Kedua, UV-Visible spektrofotometer yang berfungsi untuk mengukur transmitan atau absorban sampel TiO_2 sebagai fungsi panjang gelombang. Merk alat UV-Visible Spektrofotometer yang digunakan adalah *Thermo Scientific*, Type: *Genesys 10S*. Data yang didapatkan menggunakan alat ini adalah grafik absorbansi serbuk dan lapisan tipis TiO_2 . Ketiga, mikroskop optik yang berfungsi untuk mengamati dan mengukur ketebalan, profil permukaan, dan sudut kontak lapisan tipis TiO_2 dengan perbesaran $4\times$, $10\times$, $20\times$, dan $40\times$ dalam skala mikro. Merk alat mikroskop optik yang digunakan adalah *Glorya Medica*, Type: *XSP 12*.

D. Bahan yang Digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO_2 komersial yaitu titanium (IV) oksida yang dibeli dari *Sigma Aldrich* berfase anatas, air deionisasi yaitu air yang terbebas dari kandungan ion, TiCl_3 (Titanium (III) klorida) sebagai prekursor dalam pembuatan nanopartikel TiO_2 , aquades sebagai air murni (H_2O) yang bebas mineral, alkohol 96% sebagai sterilisasi alat, amonium hidroksida sebagai larutan untuk menaikkan pH larutan TiO_2 menjadi alkalin atau basa, etanol sebagai larutan yang membersihkan hasil proses pencucian sintesis TiO_2 dari pelarut-pelarut lain agar didapatkan serbuk TiO_2 murni, dimetil sulfoksida sebagai

Gambar 2. Hasil pengujian XRD serbuk TiO_2 .

variasi pelarut serbuk TiO_2 , dan aluminium foil sebagai pelindung larutan dari paparan eksternal.

E. Langkah Sintesis Serbuk TiO_2

Langkah kerja pada penelitian ini terdiri dari tiga bagian, yaitu sintesis larutan TiO_2 , pembuatan larutan TiO_2 , dan proses pelapisan TiO_2 pada kaca substrat. Pada proses sintesis serbuk TiO_2 , langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Pencampuran cairan air deionisasi sebesar 100 mL dan Titanium (III) Klorida sebesar 20 mL, di-*stir* menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dengan kecepatan 500 rpm.
2. NH_4OH dititrasi ke dalam larutan tersebut hingga larutan menunjukkan pH dikisar 8 hingga 9.
3. Larutan dibiarkan dalam kondisi *stirring* hingga warnanya berubah perlahan-lahan menjadi putih susu sepenuhnya.
4. Larutan diendapkan seharian kemudian dilakukan proses pencucian dengan aquades sebanyak 5 kali dan terakhir dengan etanol.
5. Dilakukan proses pengeringan menggunakan *hotplate* dengan temperatur berkisar 100°C hingga endapan benar-benar kering seluruhnya.
6. Dilakukan proses kalsinasi pada serbuk TiO_2 dengan temperatur serbuk TiO_2 berkisar 500°C selama ± 5 jam.

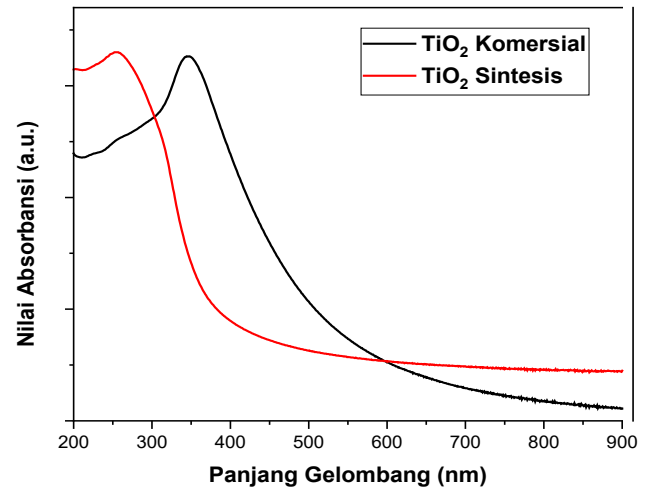
F. Langkah Pembuatan Larutan TiO_2

Pada proses pembuatan larutan TiO_2 , langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Dibuat larutan menggunakan serbuk TiO_2 dengan persentase fraksi massa (wt%) sebesar 5%. Kemudian dicampur dengan pelarut berupa dimetil sulfoksida sebanyak 20 mL.
2. Larutan di-*stir* secara mekanik menggunakan spatula hingga serbuk TiO_2 setidaknya tercampur dengan pelarut walaupun belum sepenuhnya homogen.
3. Larutan di-*stir* menggunakan *magnetic stirrer* selama 3 jam dengan kecepatan 500 rpm.
4. Larutan dibiarkan mengendap selama 30 menit.
5. Langkah yang sama dilakukan untuk variasi pelarut dimetil sulfoksida.

G. Langkah Pelapisan TiO_2 pada Kaca Substrat

Pada proses pelapisan TiO_2 pada kaca substrat, langkah-langkah yang dilakukan adalah sebagai berikut:

Gambar 3. Hasil pengujian UV-Visible serbuk TiO_2 .

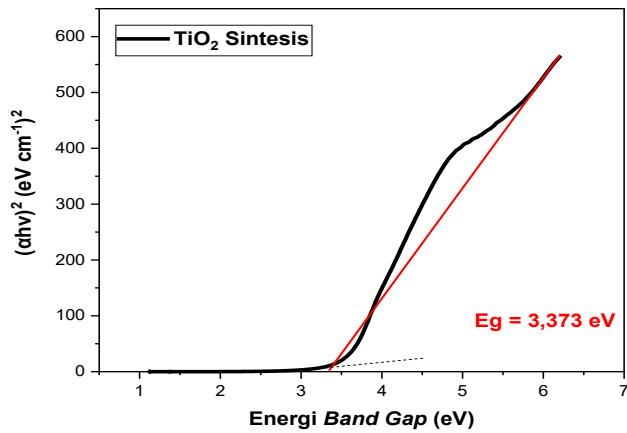
1. Kaca substrat berukuran $1 \times 2,5$ cm dibersihkan menggunakan sabun pembersih, kemudian direndam dalam aquades. Setelah itu, direndam dalam alkohol 96% untuk di-ultrasonikasi menggunakan *ultrasonic cleaner* selama ± 30 menit. Setelah proses ultrasonikasi selesai, kaca substrat direndam dalam aquades kembali dan dikeringkan menggunakan *hair dryer*.
2. *Spray gun* diatur dengan jarak 25 cm dan tegak lurus (sudut harus 90°) dari kaca substrat dan dihubungkan dengan *air compressor* bertekanan 30 psi.
3. *Hotplate* diatur dengan temperatur 200°C .
4. Ketika temperatur pada kaca substrat yang terukur dengan *thermometer gun* sudah sesuai dengan yang diinginkan, maka dilakukan *spray* selama variasi waktu yang diinginkan. Pada penelitian ini, variasi waktunya adalah 15 dan 20 detik.
5. Setelah di-*spray*, *hotplate* dimatikan dan ditunggu temperatur lapisan pada kaca substrat hingga mencapai temperatur kamar untuk menghindari terjadinya *thermal shock*.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

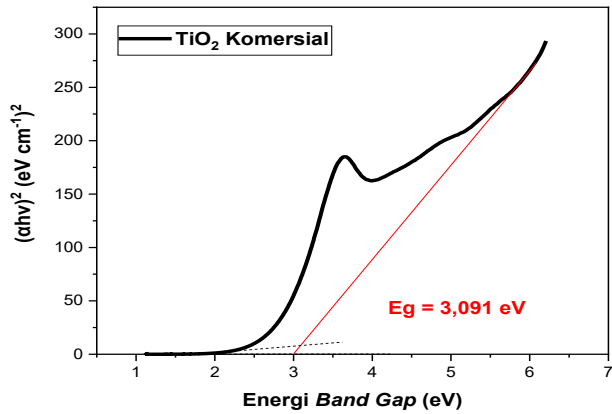
A. Pengujian Serbuk TiO_2 dengan XRD dan UV-VIS Spektrofotometer

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi dari serbuk TiO_2 hasil sintesis dengan metode kopresipitasi. Pada TiO_2 hasil sintesis, pola difraksi menunjukkan bahwa terdapat puncak difraksi di $2\theta = 25,29^\circ$ dan tidak ada puncak di $2\theta = 27^\circ$, artinya bahwa fase yang dihasilkan dari sintesis TiO_2 tersebut adalah anatase. Ditunjukkan pula bahwa pelebaran pada puncak difraksi TiO_2 sintesis menunjukkan bahwa serbuk TiO_2 masih mengandung fase amorfous. Hal ini dikarenakan ukuran kristal yang kecil disebabkan oleh efek dari temperatur kalsinasi yang belum cukup tinggi dan waktu yang kurang lama. Pelebaran puncak difraksi ini dapat diminimalisasi dengan meningkatkan temperatur kalsinasi [8]. Ukuran kristal dari TiO_2 sintesis ini dapat diukur dengan aplikasi *Maud*. Dari hasil kalkulasi menggunakan aplikasi tersebut, diperoleh bahwa ukuran kristal hasil sintesis TiO_2 yaitu $11,22 \pm 0,3$ nm. Sedangkan, pola difraksi dari serbuk TiO_2 komersial didapatkan ukuran kristalnya sebesar $286,12 \pm 2$ nm.

Selain pengujian menggunakan XRD, dilakukan juga



Gambar 4. Energi band gap serbuk TiO₂ sintesis.

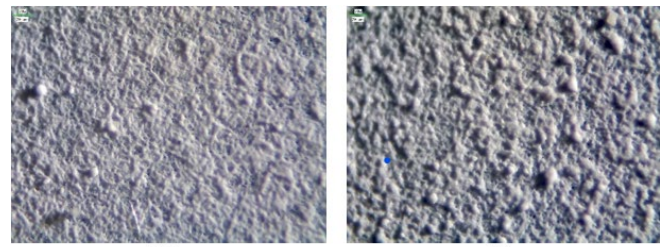


Gambar 5. Energi band gap serbuk TiO₂ komersial.

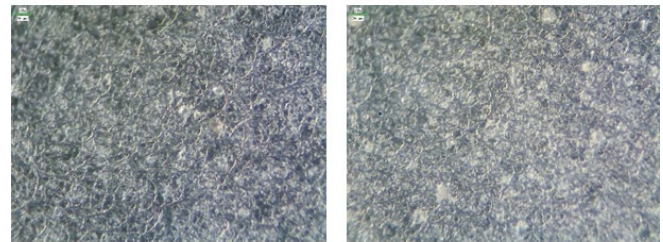
pengujian menggunakan UV-Visible Spektrofotometer untuk mengetahui nilai absorbansi dari serbuk TiO₂ sintesis dan komersial tersebut. Gambar 3 menunjukkan nilai absorbansi TiO₂ dengan rentang panjang gelombang 200 hingga 900 nm dan puncak di panjang gelombang 252 hingga 257 nm yang bernilai 1,757 (>1). Dapat dihitung pula untuk energi band gap dari serbuk TiO₂ sintesis dengan persamaan Tauc Plot. Didapatkan bahwa nilai energi band gap untuk TiO₂ sintesis tersebut adalah 3,345 eV. Sedangkan, untuk TiO₂ komersial dengan rentang gelombang 200 hingga 900 nm dan puncak di panjang gelombang 344 hingga 348 nm memiliki nilai absorbansi sebesar 1,632 (>1). Untuk nilai energi band gap yang didapatkan adalah sebesar 3,013 eV. Hasil perhitungan dilampirkan pada Gambar 4 dan Gambar 5 (Lampiran). Dari hasil tersebut, dapat diartikan bahwa kedua jenis TiO₂, sintesis maupun komersial, memiliki daerah penyerapan radiasi cahaya yang baik di daerah UV. Untuk TiO₂ sintesis memiliki daerah serapan radiasi cahaya yang baik di rentang gelombang UV-C (100 hingga 280 nm). Sedangkan, untuk TiO₂ komersial di rentang gelombang UV-A (320 hingga 400 nm).

B. Pengujian Profil Permukaan Lapisan Tipis TiO₂

Gambar 6 menunjukkan profil permukaan lapisan tipis TiO₂ komersial dan sintesis dengan pelarut dimetil sulfoksida. Dapat dilihat bahwa dengan variasi waktu 20 detik, lapisan terlihat lebih tebal dengan partikel TiO₂ dibandingkan dengan variasi waktu 15 detik. Namun kontur permukaan terlihat lebih homogen dan tak ada rongga yang belum terlapsi TiO₂ walaupun mengandung gumpalan butir TiO₂ yang di titik-titik tertentu. Hasil dari kontur permukaan ini sejalan dengan bentuk dari TiO₂ secara morfologi, yaitu seperti sferis berwarna putih [11].

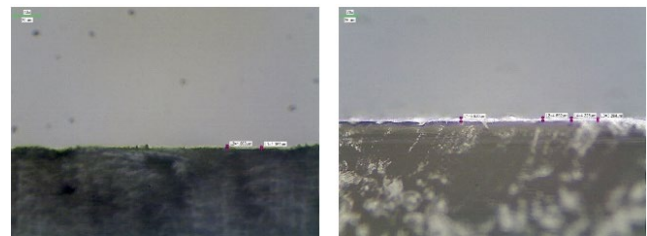


TiO₂(k) + DMSO: (a) 15s, (b) 20s

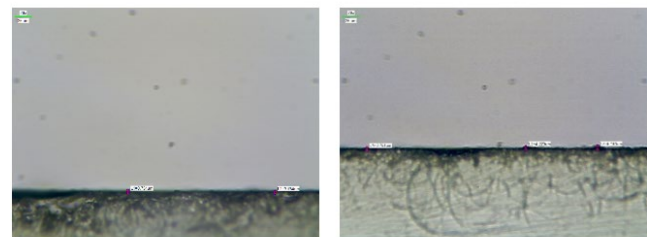


TiO₂(s) + DMSO: (a) 15s, (b) 20s

Gambar 6. Profil permukaan lapisan tipis TiO₂.



(a) 1,868 μm (b) 5,630 μm
TiO₂(k) + DMSO: (a) 15s, (b) 20s



(a) 3,754 μm (b) 5,161 μm
TiO₂(s) + DMSO: (a) 15s, (b) 20s

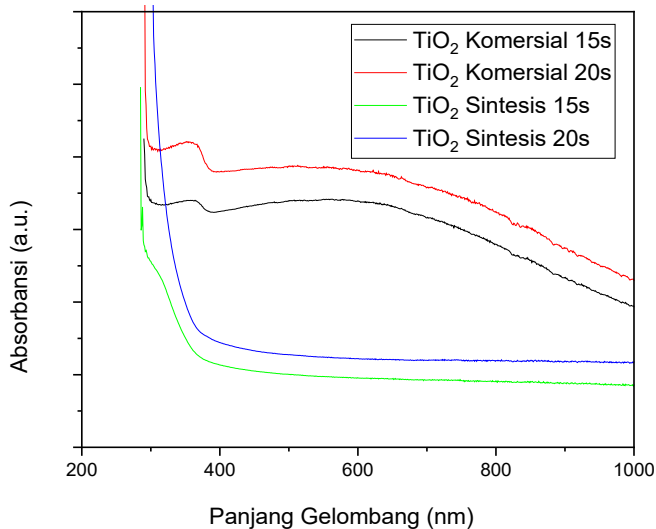
Gambar 7. Ketebalan lapisan tipis TiO₂.

C. Pengujian Ketebalan Lapisan Tipis TiO₂

Gambar 7 menunjukkan ketebalan dari lapisan tipis TiO₂ komersial dan sintesis. Untuk variasi TiO₂ sintesis didapatkan ketebalan masing-masing untuk variasi waktu 15s dan 20s adalah 3,754 μm dan 5,161 μm . Untuk variasi TiO₂ komersial, didapatkan masing-masing 1,868 μm dan 5,630 μm . Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin lama waktu *spray*, maka semakin tebal lapisan tipis yang terdepositasi.

D. Pengujian Sudut Kontak Lapisan Tipis TiO₂

Pengujian sudut kontak pada lapisan tipis TiO₂ juga dilakukan guna mengamati sifat *wettability* (kebasahan) dari lapisan tersebut. Lapisan diteteskan dengan air deionisasi menggunakan pipet mikro dengan merk DLAB bervolume 50 μL . Hasil pengujian didapatkan bahwa sudut kontak yang terbentuk adalah 0° atau terserap sempurna oleh lapisan tipis TiO₂. Hal ini menandakan bahwa lapisan tipis TiO₂ tersebut memiliki sifat superhidrofilik (sangat tertarik dengan massa air). Hal ini sejalan dengan penelitian Kameya (2019) yang menjelaskan bahwa secara intrinsik, TiO₂ memiliki sifat



Gambar 8. Hasil pengujian absorbansi lapisan tipis TiO₂.

hidrofilik. Sehingga, lapisan tipis TiO₂ ini dapat diaplikasikan pada teknologi *self-cleaning* [5].

E. Pengujian Absorbansi Lapisan Tipis TiO₂

Gambar 8 menunjukkan hasil grafik absorbansi lapisan tipis TiO₂ hasil sintesis maupun komersial dari rentang gelombang 200 hingga 1000 nm untuk variasi waktu *spray* 15 dan 20 detik. Hasil pengujian menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO₂ dari hasil sintesis mengindikasikan adanya belokan tajam di sekitar rentang panjang gelombang 310 hingga 350 nm, sedangkan TiO₂ komersial berada di rentang panjang gelombang 359 nm dan 356 nm untuk masing-masing variasi waktu. Hal ini juga menandakan bahwa lapisan tipis TiO₂ baik yang sintesis maupun komersial memiliki kemampuan dalam menyerap radiasi sinar UV-A.

F. Pembahasan

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menghasilkan TiO₂ fase anatas dengan prekursor TiCl₃ dan membandingkan dengan fase anatas dari TiO₂ komersial, serta untuk mengetahui struktur, morfologi, dan sifat optik dari lapisan TiO₂ yang dideposisi menggunakan metode *Spray Pyrolysis*. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menggunakan temperatur rendah dalam prosesnya serta dapat menghasilkan ukuran partikel yang kecil. Sehingga diharapkan dari metode kopresipitasi ini dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen dibandingkan dengan metode *solid state* [12].

Terdapat beberapa proses penting selama melakukan sintesis TiO₂ dengan prekursor TiCl₃, yaitu pertama mengenai pencampuran air deionisasi dan Titanium (III) Klorida yang nantinya akan dititrasi dengan NH₄OH hingga pH yang awalnya berkisar 0,1 menjadi 8 hingga 9. Sedangkan, pH harus mencapai 8 hingga 9 adalah agar didapatkan fase anatas dari TiO₂ yang dihasilkan [8]. Proses penting kedua adalah proses pengendapan larutan dan pencucian agar kandungan senyawa NH₄OH pada larutannya terbuang. Proses ketiga adalah pengeringan. Proses pengeringan dilakukan dengan temperatur di atas titik didih Etanol. Hal ini dikarenakan senyawa Etanol digunakan dalam proses pencucian terakhir, sehingga diharapkan pada proses

pengeringan ini, tidak ada kandungan Etanol dalam larutan tersebut. Selain itu, proses pengeringan juga bertujuan untuk menguapkan zat cair yang ada, agar diperoleh TiO₂ dalam bentuk serbuk. Proses terakhir yang paling krusial adalah proses kalsinasi. Kalsinasi adalah *thermal treatment* yang dilakukan terhadap serbuk TiO₂ agar terjadi dekomposisi dan juga untuk mengeleminasi senyawa yang berikatan secara kimia dengannya. Temperatur kalsinasi juga sangat penting dalam membentuk fase kristal yang terbentuk pada TiO₂. Pada penelitian ini, diharapkan terbentuk fase anatas dari TiO₂ yang mana dibutuhkan temperatur di atas 500°C untuk memperolehnya. Setelah proses kalsinasi selesai, pengujian fase kristal dilakukan dengan XRD (*X-Ray Diffraction*).

Pada TiO₂ hasil sintesis, pola difraksi menunjukkan bahwa terdapat puncak difraksi di sudut $2\theta = 25,29^\circ$ dan tidak ada puncak di $2\theta = 27^\circ$ artinya bahwa fase yang dihasilkan dari sintesis TiO₂ tersebut adalah anatas. Hal ini sejalan dengan struktur kristal tetragonal dari fase anatas dengan grup ruang I41/amd. Nilai dari 'd' pun sejalan dengan JCPDS Card No-21-1272. Ditunjukkan pula bahwa pelebaran pada puncak difraksi menunjukkan bahwa serbuk TiO₂ masih mengandung fase amorfous. Hal ini dikarenakan ukuran kristal yang kecil karena efek dari temperatur kalsinasi yang belum cukup tinggi dan waktu yang kurang lama. Pelebaran puncak difraksi ini dapat diminimalisasi dengan meningkatkan temperatur kalsinasi [8]. Ukuran kristal dari TiO₂ hasil sintesis ini dapat diukur dengan aplikasi *Maud*. Dari hasil analisis menggunakan aplikasi tersebut, diperoleh bahwa ukuran kristal hasil sintesis TiO₂ yaitu $11,22 \pm 0,3$ nm. Sedangkan, TiO₂ komersial memiliki ukuran kristalnya sebesar $286,12 \pm 2$ nm. Dihitung pula nilai absorbansi TiO₂ sintesis dengan rentang gelombang 200 hingga 900 nm yang menghasilkan puncak di panjang gelombang 252 hingga 257 nm. Dari hasil absorbansi, dapat dihitung juga nilai energi *band gap* untuk TiO₂ sintesis tersebut adalah 3,373 eV. Sedangkan, untuk TiO₂ komersial dengan rentang gelombang 200 hingga 900 nm dan puncak di panjang gelombang 344 hingga 348 nm memiliki nilai energi *band gap* sebesar 3,091 eV. Dari hal tersebut, dapat diartikan bahwa kedua jenis TiO₂, sintesis maupun komersial, memiliki daerah penyerapan radiasi cahaya yang baik di daerah UV. Untuk TiO₂ sintesis memiliki daerah serapan radiasi cahaya yang baik di rentang gelombang UV-C (100 hingga 280 nm). Sedangkan, untuk TiO₂ komersial di rentang gelombang UV-A (320 hingga 400 nm).

Untuk hasil grafik absorbansi lapisan tipis TiO₂ hasil sintesis maupun komersial dari rentang gelombang 200 hingga 1000 nm untuk variasi waktu *spray* 15 dan 20 detik. Hasil pengujian menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO₂ dari hasil sintesis mengindikasikan adanya belokan tajam di sekitar rentang panjang gelombang 310 hingga 350 nm, sedangkan TiO₂ komersial berada di rentang panjang gelombang 359 nm dan 356 nm untuk masing-masing variasi waktu. Belokan tajam ini menandakan bahwa partikel TiO₂ yang terdepositasi dalam bentuk lapisan mulai terdeteksi oleh sinar UV [13]. Hal ini juga menandakan bahwa lapisan tipis TiO₂ baik yang sintesis maupun komersial memiliki kemampuan dalam menyerap radiasi sinar UV-A.

Profil permukaan lapisan tipis TiO₂ komersial dan sintesis dengan pelarut dimetil sulfoksida. Dapat dilihat bahwa dengan variasi waktu 20 detik, lapisan terlihat lebih tebal

dengan partikel TiO₂ dibandingkan dengan variasi waktu 15 detik. Namun kontur permukaan terlihat lebih homogen dan tak ada rongga yang belum terlapis TiO₂ walaupun mengandung gumpalan butir TiO₂ yang di titik-titik tertentu. Hasil dari kontur permukaan ini sejalan dengan bentuk dari TiO₂ secara morfologi, yaitu seperti sferis berwarna putih [11].

Ketebalan dari lapisan tipis TiO₂ komersial dan sintesis. Untuk variasi TiO₂ sintesis didapatkan ketebalan masing-masing untuk variasi waktu 15s dan 20s adalah 3,754 μm dan 5,161 μm . Untuk variasi TiO₂ komersial, didapatkan masing-masing 1,868 μm dan 5,630 μm . Hasil pengujian menunjukkan bahwa semakin lama waktu *spray*, maka semakin tebal lapisan tipis yang terdeposisi.

Pengujian sudut kontak pada lapisan tipis TiO₂ juga dilakukan guna mengamati sifat *wettability* (kebasahan) dari lapisan tersebut. Lapisan ditetaskan dengan air deionisasi menggunakan pipet mikro dengan merk DLAB bervolume 50 μL . Hasil pengujian didapatkan bahwa sudut kontak yang terbentuk adalah 0° atau terserap sempurna oleh lapisan tipis TiO₂. Hal ini menandakan bahwa lapisan tipis TiO₂ tersebut memiliki sifat superhidrofilik (sangat tertarik dengan massa air). Hal ini sejalan dengan penelitian Kameya (2019) yang menjelaskan bahwa secara intrinsik, TiO₂ memiliki sifat hidrofilik. Sehingga, lapisan tipis TiO₂ ini dapat diaplikasikan pada teknologi *self-cleaning*.

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian, analisa, dan pembahasan yang telah dilakukan, maka kesimpulan dari penelitian ini adalah sebagai berikut. Pertama, hasil sintesis TiO₂ menggunakan metode kopresipitasi berhasil didapatkan fase anatas dengan ukuran kristal TiO₂ yaitu $11,22 \pm 0,3$ nm. Sedangkan, serbuk TiO₂ komersial memiliki ukuran kristal sebesar $286,12 \pm 2$ nm.

Kedua, energi *band gap* TiO₂ sintesis dan komersial masing-masing sebesar 3,373 eV dan 3,091 eV. Ketebalan lapisan tipis untuk variasi waktu *spray* 15 dan 20 detik masing-masing untuk sintesis sebesar 3,754 dan 5,161 μm . Sedangkan, untuk komersial masing-masing sebesar 1,868 dan 5,630 μm . Nilai sudut kontak didapatkan sebesar 0°, yang mana menandakan bahwa sifat dari lapisan tipis tersebut adalah superhidrofilik atau sangat tertarik dengan massa air. Hasil pengujian absorbansi menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO₂ dari hasil sintesis mengindikasikan adanya belokan tajam di sekitar rentang panjang gelombang 310 hingga 350 nm, sedangkan TiO₂ komersial berada di rentang panjang gelombang 359 nm dan 356 nm untuk masing-masing variasi

waktu. Hal ini juga menandakan bahwa lapisan tipis TiO₂ baik yang sintesis maupun komersial memiliki kemampuan dalam menyerap radiasi sinar UV-A. Pengukuran ketebalan lapisan TiO₂ mengindikasikan bahwa semakin lama waktu *spray* dalam pendeposisian lapisan, maka semakin tebal lapisan yang dibuat. Dalam segi morfologi, semakin lama waktu *spray*, maka lapisan yang terbentuk akan semakin tebal. Dengan variasi waktu 20 detik, terlihat adanya aglomerasi partikel TiO₂ di beberapa titik tertentu. Lebih jauh lagi, bentuk dari partikel TiO₂ sejalan dengan literatur bahwa bentuknya seperti sferis yang berwarna putih.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Aithal and P. S. Aithal, "Type of the paper: research analysis," *Technol. Soc. Sci. A Ref. Int. J. Srinivas Univ.*, vol. 6, no. 1, pp. 2581–6012, 2021, doi: 10.5281/zenodo.4496913.
- [2] P. Riente and T. Noël, "Application of metal oxide semiconductors in light-driven organic transformations," *Catal. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 19, pp. 5186–5232, 2019, doi: 10.1039/c9cy01170f.
- [3] F. Parrino and L. Palmisano, *Titanium Dioxide (TiO₂) and Its Applications*. Amsterdam: Elsevier, 2020.
- [4] M. M. Viana, V. F. Soares, and N. D. S. Mohallem, "Synthesis and characterization of TiO₂ nanoparticles," *Ceram. Int.*, vol. 36, no. 7, pp. 2047–2053, 2010, doi: 10.1016/j.ceramint.2010.04.006.
- [5] Y. Kameya and H. Yabe, "Optical and superhydrophilic characteristics of TiO₂ coating with subwavelength surface structure consisting of spherical nanoparticle aggregates," *Coatings*, vol. 9, no. 9, p. 547, 2019, doi: 10.3390/coatings9090547.
- [6] C. P. Lin, H. Chen, A. Nakaruk, P. Koshy, and C. C. Sorrell, "Effect of annealing temperature on the photocatalytic activity of TiO₂ thin films," *Energy Procedia*, vol. 34, pp. 627–636, 2013, doi: 10.1016/j.egypro.2013.06.794.
- [7] I. M. Joni, L. Nulhakim, and C. Panatarani, "Characteristics of TiO₂ particles prepared by simple solution method using TiCl₃ precursor," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1080, no. 1, p. 012042, 2018, doi: 10.1088/1742-6596/1080/1/012042.
- [8] V. Zharvan, R. Daniyati, A. S. N. Ichzan, G. Yudoyono, and Darminto, "Study on Fabrication of TiO₂ Thin Films by Spin-Coating and Their Optical Properties," in *AIP Conference Proceedings 1719*, 2016, p. 030018. doi: 10.1063/1.4943713.
- [9] H. Frey and H. R. Khan, *Handbook of Thin Film Technology*. Berlin: Springer-Verlag, 2015. doi: 10.1007/978-3-642-05430-3.
- [10] R. Ayouchi, C. Casteleiro, R. Schwarz, J. R. Barrado, and F. Martín, "Optical properties of TiO₂ thin films prepared by chemical spray pyrolysis from aqueous solutions," *Phys. Status Solidi*, vol. 7, no. 3–4, pp. 933–936, 2010, doi: 10.1002/pssc.200982895.
- [11] A. S. AlShammari, M. M. Halim, F. K. Yam, K. M. Chahrour, M. E. Raypah, and N. H. M. Kaus, "The effect of spray cycles on the morphological, structural, and optical properties of rGO thin film deposited using spray pyrolysis technique," *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 127, p. 105655, 2021, doi: 10.1016/j.mssp.2020.105655.
- [12] N. Rosyidah, "Sintesis Nanopartikel Zn_{1-x}Al_xO dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Listrik," Departemen Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, 2016.
- [13] K. S. Shamala and M. Vishwas, "Influence of substrate temperature on optical, structural and dielectric properties of TiO₂ thin films prepared by spray pyrolysis technique," *Mater. Today Proc.*, vol. 52, pp. 1344–1347, 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2021.11.071.