

# Penumbuhan Nano-kristal TiO<sub>2</sub> Sebagai Bahan Foto-katalis dengan Teknik Sintesis Elektro-kimia Anodisasi

Rusminto Tjatur Widodo, Hendhi Hermawan, Zainal Arief, Endah Suryawati Ningrum, Ahmad Hendriawan  
Electronics Department, Politeknik Elektronika Negeri Surabaya, Surabaya, Indonesia  
widodo@eepis-its.edu

**Abstrak**—Titania (TiO<sub>2</sub>) adalah semikonduktor yang banyak digunakan untuk bahan divais elektronika seperti sensor maupun solar cell yang berprinsip foto-katalis. Beragam cara untuk menumbuhkan kristal titania, yang diantaranya adalah sintesis elektro-kimia anodisasi. Salah satu langkah penting untuk pembuatan divais elektronika adalah penumbuhan kristal thin-film. Dalam penelitian ini telah berhasil dibuat penumbuhan kristal titania berukuran nano dengan teknik anodisasi. Kristal titania yang dihasilkan berupa tube dengan diameter rata-rata sekitar 50 nm dengan panjang sampai dengan 300 nm, dengan struktur rutile dan energi band-gap 3,2 eV.

**Kata kunci**—titania; foto-katalis; kristal thin-film; anodisasi; rutile.

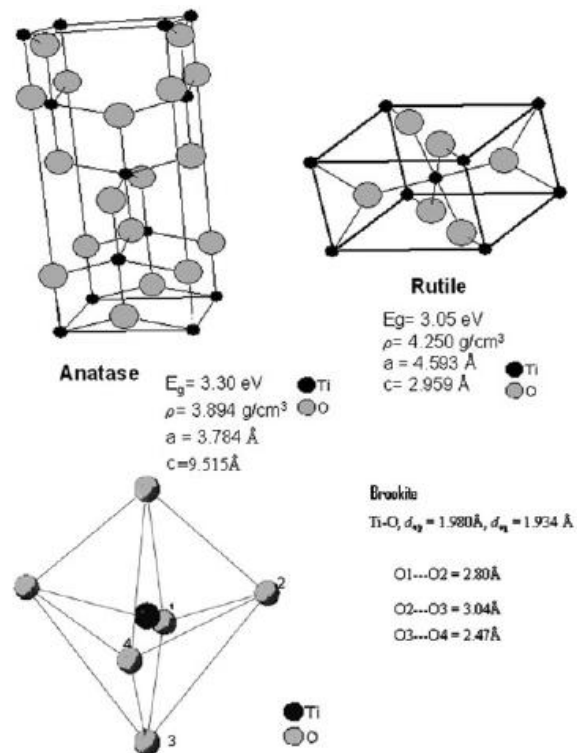
## I. PENDAHULUAN

Nanomaterial TiO<sub>2</sub> (Titanium Dioksida) atau Titania menjadi salah satu alternatif sebagai foto-katalis yang dominan sejak digunakan oleh Fujishima dan Honda sebagai oksidator *photoelectro-catalytic* pada air di tahun 1972 [1]. TiO<sub>2</sub> memiliki karakteristik oksidator yang kuat, ramah lingkungan dan kestabilan photochemical yang cukup baik.

Banyak laporan penelitian menunjukkan bahwa dengan menggunakan partikel titania berukuran nano akan menghasilkan foto-katalis yang lebih aktif dan mempunyai luas permukaan yang tinggi [2]. Film TiO<sub>2</sub> yang memiliki ukuran partikel pada orde dibawah 10 nm dilaporkan dapat difabrikasi dengan Sol-Gel dan electrochemical anodization [3] [4]. Selain itu, Titania yang memiliki double-walled dan bamboo morphology yang memiliki aktifitas photochemical yang cukup tinggi sehingga memberikan efisiensi yang lebih tinggi pada aplikasi solar cell [5], dimana struktur bamboo morfologi tersebut bisa didapatkan dengan teknik anodisasi. Peneliti lain juga telah berhasil melakukan preparasi dan karakterisasi lapisan tipis Titania dengan ukuran kristal 9,64 nm [6].

Terdapat tiga bentuk kristal titania, yaitu: anatase, rutile dan brookite, seperti yang ditunjukkan pada gambar 1 [7]. Titania tipe anatase mempunyai susunan kristal yang bersesuaian dengan tetragonal yang banyak digunakan untuk foto-katalis dibawah radiasi ultra-violet. Untuk Titania tipe rutile juga mempunyai struktur kristal tetragonal, yang banyak digunakan

untuk pigmen warna putih. Sedangkan Titania tipe brookite memiliki struktur kristal orthorhombic.



Gambar 1. Tiga macam tipe kristal titania [8]

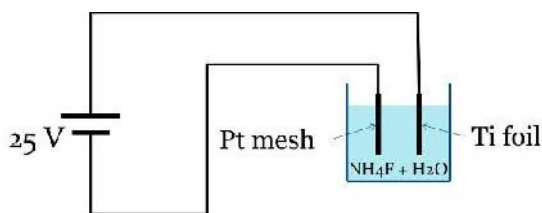
Titania adalah bahan yang serbaguna untuk berbagai macam keperluan mulai pigmen pewarna, lotion pelindung matahari, elektrode elektro-kimia, kapasitor, solar cell, agen pewarna makanan dan pasta gigi. Titania juga banyak digunakan sebagai lapisan swa-bersih pada kaca maupun keramik pada gedung-gedung tinggi.

Dalam penelitian ini telah berhasil ditumbuhkan lapisan tipis titania dengan menggunakan teknik anodisasi. Karakterisasi dari titania yang dihasilkan juga telah dilakukan dan menunjukkan hasil ukuran kristal, struktur kristal, energi band gap dan sifat fisik yang lain mempunyai kemiripan dan

kesamaan dengan yang telah dihasilkan oleh peneliti lain seperti yang disebutkan dalam pendahuluan ini, meskipun menggunakan teknik penumbuhan kristal yang berbeda.

II. EKSPERIMEN DAN DISKUSI

Beragam cara untuk menumbuhkan kristal titania, yang diantaranya adalah elektro-kimia anodisasi. Dalam penelitian ini anodisasi dilakukan pada titanium foil dengan dimensi 2x5 cm. Anodisasi dilakukan pada tegangan 25 V DC konstan selama 2 jam. Diagram rangkaian anodisasi ditunjukkan seperti pada gambar 2.



Gambar 2. Diagram rangkaian anodisasi

Mula mula aluminium foil dicuci dengan menggunakan larutan detergen dan dibilas dengan menggunakan aquades. Kemudian direndam (etching) dalam campuran asam fluorida, asam nitrat dan air dengan komposisi 1:3:6 berturut-turut selama 2 menit, setelah itu dibilas kembali dengan aquades.

Anodisasi dilakukan dengan menghubungkan Pt mesh sebagai katoda dan Ti foil sebagai anoda. Anodisasi dilakukan dalam larutan elektrolit NH<sub>4</sub>F dalam gliserol (+ 4% air) dengan beda potensial 25 volt DC selama 2 jam. Kemudian dilakukan kalsinasi pada temperatur 500°C selama 3 jam.

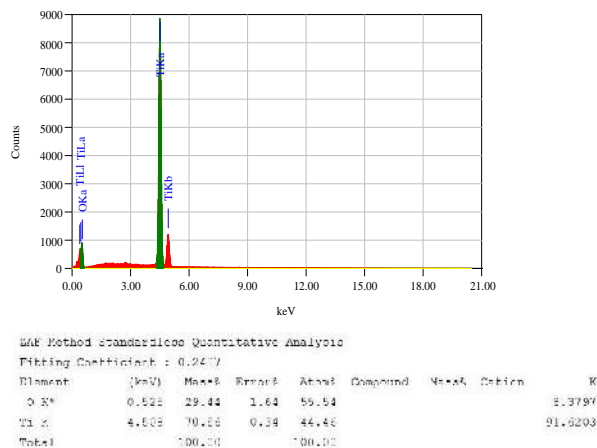
III. KARAKTERISASI

Untuk mengkonfirmasi keberhasilan penumbuhan nano kristal titania dengan teknik anodisasi, dilakukan beberapa karakterisasi dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Diffraction (XRD), Diffuse Reflection Spectroscopy (DRS) dan pengamatan sudut kontak.

A. Scanning Electron Microscopy

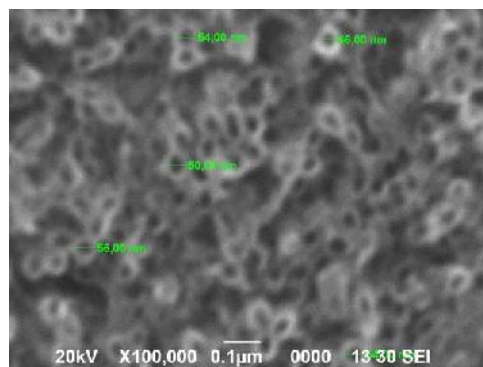
Untuk membuktikan bahwa Titania telah terbentuk setelah proses anodisasi dilakukan analisa SEM-EDS.

Hasil yang didapatkan adalah ditemukannya atom-atom oksigen dan atom-atom titanium dengan prosentase yang berimbang (gambar 3).

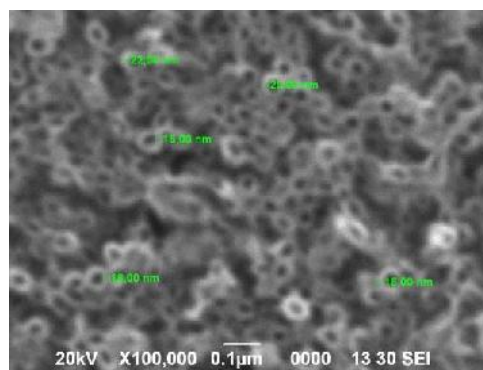


Gambar 3. Analisa komposisi atom

Gambar 4 dan gambar 5 adalah hasil pengamatan dengan menggunakan SEM yang disetting pada accelerating voltage 20 kV dan pembesaran 100.000 kali. SEM yang digunakan adalah JEOL JSM-6510 LV. Lobang-lobang yang terlihat pada gambar 4 dan 5 menunjukkan pandangan dari atas untuk Titania yang berbentuk tube. Diameter tube berkisar antara 46 nm hingga 56 nm (gambar 4), sedangkan ketebalan dinding tube berkisar antara 16 nm hingga 18 nm (gambar 5).

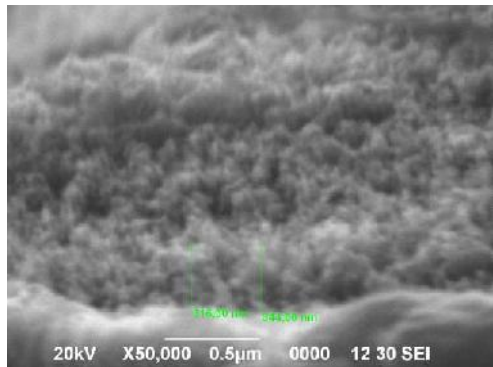


Gambar 4. Foto SEM yang memperlihatkan diameter tube titania



Gambar 5. Foto SEM yang memperlihatkan ketebalan tube titania

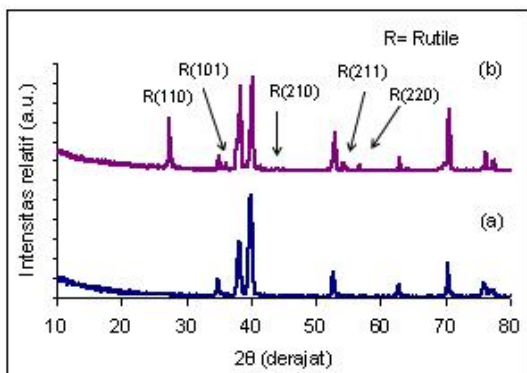
Gambar 6 adalah foto SEM untuk potongan melintang titanium foil yang telah ditumbuhi nano kristal Titania. Dari gambar tersebut dapat dihitung panjang dari tube titania yang antara 316 nm hingga 344 nm.



Gambar 6. Foto SEM yang memperlihatkan panjang tube titania

**B. X-Ray Diffraction**

Untuk konfirmasi struktur kristal yang dihasilkan digunakan XRD. Pada gambar 7 menunjukkan hasil pengamatan menggunakan XRD dimana struktur kristal yang dihasilkan adalah Rutile dengan Miller indeks (110), (101), (210), (211) dan (220).

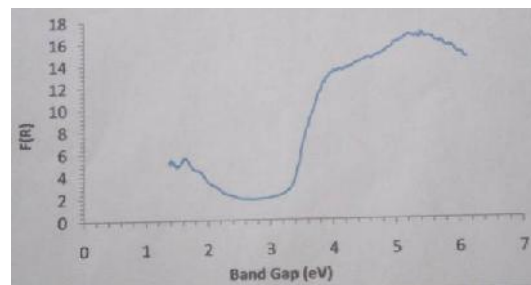


Gambar 7. Hasil pengamatan menggunakan XRD

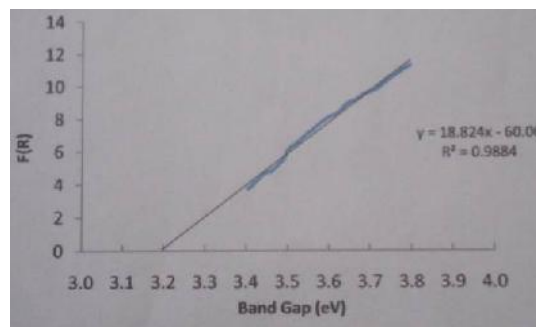
**C. Diffuse Reflection Spectroscopy (DRS)**

Dengan menggunakan analisa DRS dapat dikonfirmasi band gap energi ( $E_g$ ) dari Titania yang dihasilkan dengan teknik anodisasi. Dalam penelitian ini didapatkan  $E_g$  sebesar 3,2 eV.

Gambar 8 (a) adalah hasil analisa menggunakan DRS, sedangkan 8 (b) adalah hasil perbesaran pada energi band gap 3 eV hingga 3,8 eV. Setelah itu dilakukan ekstrapolasi sehingga menghasilkan energi band gap  $E_g = 3,2$  eV. Hasil ini bersesuaian dengan penelitian yang dilakukan oleh peneliti sebelumnya yang mengatakan  $E_g$  Titania berkisar antara 3,05 eV hingga 3,3 eV [8].



(a)

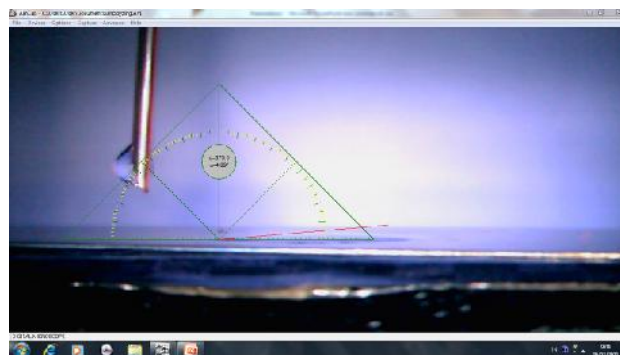


(b)

Gambar 8. (a) Hasil analisa menggunakan DRS  
 (b) Perbesaran dan ekstrapolasi data

**D. Sudut Kontak**

Salah satu sifat fisika dari titania adalah hidrofilik, sehingga karena sifat itulah maka titania juga digunakan untuk lapisan swa-bersih pada kaca-kaca maupun keramik, yang diaplikasikan pada gedung-gedung pencakar langit. Dalam penelitian ini juga telah dikonfirmasi sifat hidrofilik dari titania yang dibuat menggunakan teknik anodisasi. Gambar 9 adalah hasil pengamatan dengan menggunakan USB digital microscope. Dalam gambar tersebut terlihat bahwa sudut kontak dari air lebih kecil daripada  $10^\circ$ , sehingga bisa disimpulkan bahwa titania bersifat hidrofilik. Jika titania diaplikasikan pada pelapisan suatu bahan, maka akan dihaluskan efek swa-bersih sehingga benda yang dilapisi dengan titania bebas perawatan



Gambar 9. Pengamatan sudut kontak

#### IV. KESIMPULAN

Penumbuhan lapisan nano-kristal Titania dengan teknik anodisasi pada tegangan 25V selama 2 jam menghasilkan

- Titania nano tube dengan diameter rata-rata sekitar 50 nm dan panjang 300 nm
- Data XRD tampak struktur kristal TiO<sub>2</sub> berbentuk Rutile
- Dari data DRS tampak bahwa lapisan tipis TiO<sub>2</sub> sudah bersifat semikonduktor dengan band gap 3,2 ev.
- Sudut kontak lebih kecil dari 10°, hal ini menunjukkan sifat hidrofilik.

#### Ucapan Terimakasih

Penelitian ini didanai oleh DIKTI dengan skema Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi untuk tahun anggaran 2013. Dimana salah satu bidang unggulan perguruan tinggi Politeknik Elektronika Negeri Surabaya (PENS) adalah Smart Devices and Sensors.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fujishima, A. (1972). Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. *nature*, 238, 37-38.
- [2] Diebold, U. (2003). The surface science of titanium dioxide. *Surface science reports*, 48(5), 53-229.
- [3] Fazio, S., Guzman, J., Colomer, M. T., Salomoni, A., & Moreno, R. (2008). Colloidal stability of nanosized titania aqueous suspensions. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(11), 2171-2176.
- [4] Grimes, C. A., & Mor, G. K. (2009). Fabrication of TiO<sub>2</sub> Nanotube Arrays by Electrochemical Anodization: Four Synthesis Generations. In *TiO<sub>2</sub> Nanotube Arrays* (pp. 1-66). Springer US.
- [5] Ji, Y., Lin, K. C., Zheng, H., Zhu, J. J., & Samia, A. C. S. (2011). Fabrication of doublewalled TiO<sub>2</sub> nanotubes with bamboo morphology via one-step alternating voltage anodization. *Electrochemistry Communications*, 13(9), 1013-1015.
- [6] Nurdin, M., Wibowo, W., Supriyono, M. B., Surahman, H., Krisnandi, Y. K., & Gunlazuardi, J. (2004). Pengembangan Metode Baru Penentuan Chemical Oxygen Demand (Cod) Berbasis Sel Fotoelektrokimia: Karakterisasi Elektroda Kerja Lapis Tipis TiO<sub>2</sub>/Ito. *Makara Sains*, 13, 1-8.
- [7] Seeley Z, Choi YJ, Bose S (2009) *Sens Actuators B* 140:98
- [8] D. P. Macwan, Pragnesh N. Dave, *J Mater Sci* (2011) 46:3669–3686.