

PENGARUH PENAMBAHAN ASAM BORAT (H_3BO_3) TERHADAP HASIL KARAKTERISASI NANOKRISTAL TiO_2

Iin Lidia Putama Mursal

Prodi Farmasi Fakultas Teknologi dan Ilmu Komputer Universitas Buana Perjuangan Karawang
(iin.lidia@ubpkarawang.ac.id)

ABSTRAK

Telah dilakukan elektrodeposisi lapisan tipis nanokristal TiO_2 dengan menggunakan larutan $TiCl_4$ 1,5 M. Karakterisasi SEM dan XRD yang digunakan mengindikasikan terbentuknya nanokristal TiO_2 . Struktur Kristal TiO_2 optimal didapat pada lapisan tipis TiO_2 yang dielektrodeposisi dengan penambahan asam borat (H_3BO_3). Hasil SEM menunjukkan bahwa penggunaan CTAB menghasilkan morfologi permukaan yang merata, ukuran butir yang seragam dan terdistribusi hampir merata.

Kata kunci: Elektrodeposisi, asam borat (H_3BO_3), lapisan Tipis TiO_2

ABSTRACT

TiO_2 thin film nanocrystal was successfully prepared by electrodeposition method from $TiCl_4$ solution 1,5 M. SEM and XRD characterization of electrodeposited films indicates the formation of TiO_2 nanocrystal. The result showed that the optimal structure of TiO_2 nanocrystal has been achieved by TiO_2 thin film with borac acid (H_3BO_3). The optimal morphology was obtained by H_3BO_3 addition. It caused by the grain morphology showed homogenous morphology, grain size, and evenly distributed.

Keywords: Electrodeposition, borac acid (H_3BO_3), TiO_2 nanocrystal

1. PENDAHULUAN

Penelitian mengenai nanokristal berkembang sangat pesat. Hal ini disebabkan karena pemanfaatannya yang sangat luas dan mencakup berbagai bidang. Salah satu material nano yang banyak dikembangkan adalah TiO_2 . Material TiO_2 sangat potensial untuk diteliti dan telah banyak dikembangkan dalam beberapa waktu belakangan ini. TiO_2 memiliki sifat yang tidak beracun,

biocompatible, tersedia secara luas, serta biaya sintesisnya yang relatif rendah (Gratzel, 2003). Material TiO₂ menarik untuk dikembangkan lebih lanjut, karena memiliki banyak aplikasi antara lain sebagai material sistem penghantaran obat yang aman (Misra, 2015), (produk kesehatan hingga fotokatalis (Jitputti dkk, 2008), sel surya (Pandey dan Samaddar, 2006; Gratzel, 2003), pigmentasi cat (Kong dkk, 2007), sensor biologis dan kimia (Kolmakov dan Moskovits, 2004).

Salah satu cara mensintesis nanokristal TiO₂ adalah dengan menggunakan metode elektrodeposisi. Pada penelitian ini dibuat nanopartikel TiO₂ dalam bentuk lapisan tipis. Larutan elektrolit yang digunakan adalah TiCl₄.H₂O Pada sampel TiO₂ yang disintesis dilihat bagaimana pengaruh penambahan larutan penyangga asam borat (H₃BO₃) terhadap struktur kristal dan morfologi sampel. Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan XRD dan SEM.

2. METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi TiCl₄ (Merck) kemurnian 99,99 %, H₂O dan kaca konduktif jenis *Indium Tin Oxide* (ITO). Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Gelas kimia, Gelas ukur, Spatula, Pinset, *Disposable syringe*, Masker, sarung tangan, Crucible Neraca digital OHAUS GALAX^Y™160, *Stirer magnetik*, *hot plate*, *ultrasonic cleaner*, Set peralatan elektrodeposisi, dan *Electric Furnace*.

Persiapan substrat ITO

Alkohol 96 % dituangkan ke dalam gelas kimia sebanyak ± 200 ml. Kemudian kaca ITO berukuran 2,5 x 0,5 cm dimasukkan ke dalam gelas kimia tersebut. Pada *ultrasonic cleaner* diisi aquades sampai batas yang diinginkan. Gelas kimia berisi alkohol 96% dan ITO tadi dimasukkan ke ultrasonic cleaner selama 15 menit. Kemudian dikeringkan menggunakan *hair dryer*

Pembuatan larutan elektrolit

1,5 M TiCl₄ yang telah diencerkan dengan aquades diberikan penambahan H₃BO₃ 0,241 M selanjutnya dihomogenkan dengan menggunakan *magnetic stirer*.

Deposisi lapisan tipis TiO₂

Kaca ITO dipasang pada katoda (kutub negatif) dan plat platinum dipasang pada anoda (kutub positif). Kedua elektoda tersebut dipasang dan dimasukkan secara bersamaan ke dalam set

peralatan elektrodeposisi yang berbentuk bejana yang berisi larutan elektrolit. Elektrodeposisi larutan dilakukan pada tegangan 5 V dan waktu deposisi 1 jam. Elektrodeposisi dilakukan pada suhu ruang 27 °C.

Proses sintering lapisan tipis

Setelah proses elektrodeposisi selesai, ITO yang terpasang pada katoda dilepas dan dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan. Selanjutnya disintering pada suhu 500 °C selama 5 jam. Suhu sintering digunakan 500 °C didasarkan bahwa fasa anatase stabil di bawah suhu 600 °C. Sampel yang telah terbentuk selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan UV-Vis dan SEM.

3. PEMBAHASAN

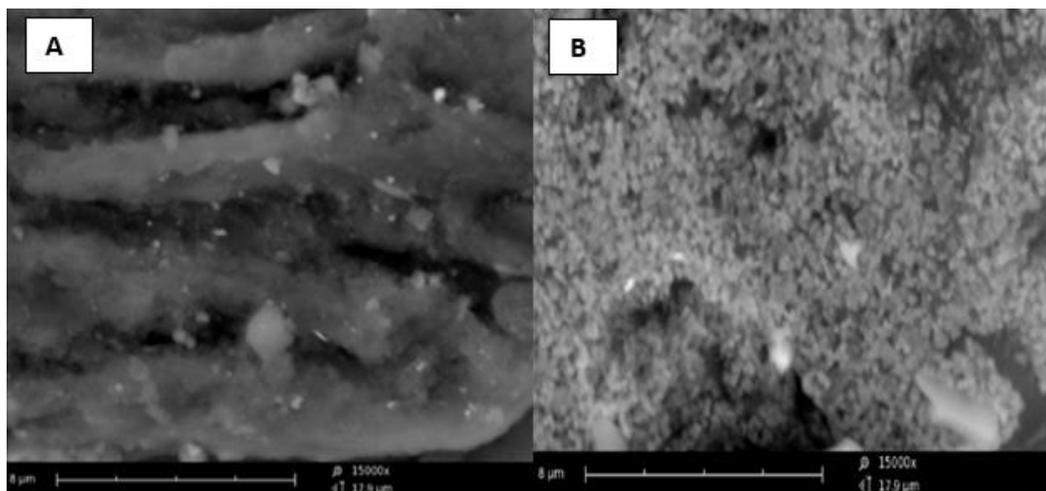
Pada pembahasan ini dianalisa 2 sampel (sampel A dan B). Variasi data tiap sampel dapat dilihat pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Data sampel

Sampel	TiCl ₄ (1,5 M)	H ₃ BO ₃ 0,2451 M	Suhu Ruang (± 27 °C)	Tegangan 5 V	Waktu Elektrodeposisi (1 Jam)
A	√		√	√	√
B	√	√	√	√	√

Pengujian SEM

Gambar 1 merupakan gambar morfologi permukaan sampel A dan B pada pembesaran 15000 kali. Berdasarkan perbandingan morfologi antara sampel A dan B diketahui bahwa pada kondisi temperatur dan arus elektrodeposisi yang sama kondisi morfologi sampel berbeda. Sampel B dengan penambahan asam borat (H₃BO₃) memiliki bentuk butiran bulat, morfologi permukaan butiran yang seragam dengan distribusi hampir merata dan halus. Sedangkan sampel A memiliki morfologi yang tidak seragam dan terlihat bongkahan-bongkahan besar yang kemungkinan merupakan hasil penggumpalan.

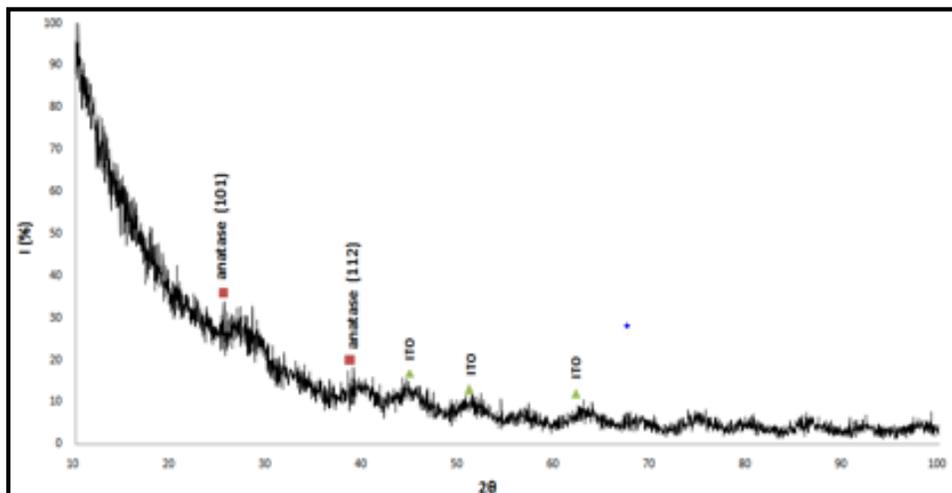


Gambar 1. Morfologi permukaan sampel A dan B

Dari hasil perbandingan morfologi kedua sampel tersebut, dapat dianalisa bahwa perbedaan morfologi dari kedua sampel merupakan efek penambahan H_3BO_3 . Pada elektrodposisi dengan penambahan asam borat pembentukan gas H_2 dapat dikurangi sehingga penyerapan katoda terhadap ion Ti menjadi meningkat sehingga proses elektrodposisi bisa lebih optimal.

Pengujian XRD

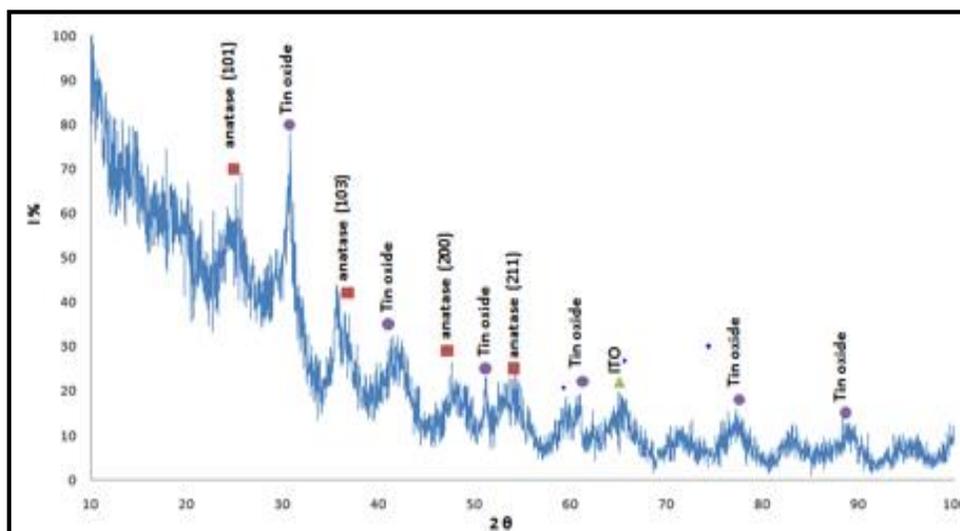
Pengujian XRD pada penelitian ini menggunakan XRD (*X-ray Diffractometer*) merk PANalytical X'PERT PRO XRD POWDER. Hasil pengujian XRD ini digunakan untuk mempelajari struktur kristal yang terbentuk pada lapisan tipis. Pengukuran difraksi sinar-X dilakukan pada rentang sudut $10^\circ - 100^\circ$ dan panjang gelombang $CuK\alpha$ sebesar $1,5405 \text{ \AA}$. Hasil uji XRD menunjukkan bahwa TiO_2 terbentuk pada kedua sampel A dan B dengan struktur kristal tetragonal. Pola difraksi yang terbentuk dari ketiga sampel tersebut kemudian dibandingkan dengan data standar JCPDS untuk melihat puncak-puncak fase anatase yang terbentuk. Hasil karakterisasi nya dapat dilihat pada gambar dan tabel berikut.



Gambar 2. Pola difraksi sampel A

Tabel 1. Nilai 2θ fasa anatase pola difraksi XRD sampel A

uncak	2θ	intensitas	d (Å)	enyawa (hkl)
1	25,4831	33,5610	3,4940	anatase (101)
2	38,431	17,3136	2,3384	anatase (112)



Gambar 3. Pola difraksi sampel B

Tabel 2. Nilai 2θ fasa anatase pola difraksi XRD sampel B

Puncak	2θ	intensitas	d (Å)	Senyawa (hkl)
1	5,0671	6,4116	3,5511	Anatase (101)
2	5,6491	3,5167	2,5175	Anatase (103)
3	7,6351	6,3559	1,9083	Anatase (200)
4	4,2131	3,1039	1,6912	Anatase (211)

Ketiga sampel tersebut dibandingkan dengan data JCPDF yang sesuai sampel A dengan data JCPDF 01-073-1764 dan sampel B dengan data JCPDF 01-075-2551. Berdasarkan hasil uji XRD pada kedua sampel diketahui bahwa ketiga sampel telah terbentuk nanokristal TiO_2 dengan struktur kristal tetragonal. Fasa anatase juga telah terbentuk pada setiap sampel. Selain fasa anatase, terdapat juga puncak lain yang muncul pada hasil XRD lapisan Titanium dioksida (TiO_2) di mana puncak tersebut merupakan substrat dari kaca konduktif *Indium Tin Oxide*.

Sampel dengan penambahan asam borat (H_3BO_3) (B) menghasilkan fasa-fasa anatase yang lebih baik dan puncak-puncak pola difraksi yang lebih tajam dibandingkan dengan sampel A yang dielektrodeposisi tanpa penambahan asam borat. Hal ini dapat dianalisa bahwa adanya pengaruh penambahan asam borat pada larutan elektrolit TiCl_4 Berdasarkan literatur Nadeak (2012) menyatakan bahwa puncak-puncak difraksi yang lebih tajam akan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dari Titanium Dioksida (TiO_2). Ukuran partikel yang lebih kecil akan menghasilkan luas permukaan yang lebih besar sehingga sifat fotokatalis dari bahan tersebut menjadi lebih baik.

4. PENUTUP

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa penambahan H_3BO_3 pada larutan elektrolit dapat mengoptimalkan deposisi lapisan tipis TiO_2 . Hasil karakterisasi menunjukkan terbentuknya nanokristal TiO_2 yang lebih optimal pada sampel dengan penambahan asam borat. Untuk penelitian selanjutnya disarankan melakukan variasi jumlah penambahan asam borat agar didapatkan informasi mengenai jumlah penambahan asam borat yang optimal untuk sintesis nanokristal TiO_2 .

DAFTAR PUSTAKA

- Gratzel, 2003, "Review": *Dye Sensitized Solar Cells*", *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Review*, Vol 4, hal. 145-153
- Jitputti dkk, 2008, *Synthesis of TiO₂ Nanotube and its Photocatalytic Activity for H₂ Evolution*. *Japanese Journal of Applied Physics* ; 47 (1) : 751-756.
- Kolmakov A, Moskovits M, 2004, *Chemical Sensing and catalysis by one-dimensional metal-oxide nanostructure*. *Annu Rev Mater Res* ; 34:151-80
- Kong FT dkk, 2007, *Review of Recent Progress in Dye-Sensitized Solar Cells*. *Hindawi Publishing Corporation*. *Advance in Optoelectronics* ; 2007 (Article ID 75384).
- Misra S, 2015, *Titania Nanocrystals as Active Host for Safe Drug Delivery*, *Applied Science and Advanced Materials International* Vol. 1 (6), July 2015, pp. 169–170).
- Nadeak dkk, 2012, *Variasi Temperatur dan Waktu Tahan Kalsinasi terhadap Unjuk Kerja Semikonduktor TiO₂ sebagai Dye Sensitized Solar Cell (DSSC) dengan Dye dari Ekstrak Buah Naga Merah*. *Jurnal Teknik ITS* Vol 1, (Sept, 2012) ISSN: 2301-9271
- Pandey A, Samaddar AB, 2006, *Dye sensitized photo voltaic devices : an answer to the daunting challenge of future energy crisis*. *Advance in Energy Research* : 497-502