MASALIQ
Jurnal Pendidikan dan Sains

e-ISSN : 2808-8115
p-ISSN : 2809-1051

Terindeks : Dimensions, Scilit, Lens, Crossref, Garuda, Google Scholar, Base, etc

https://doi.org/10.58578/masaliq.v3i6.1756

METODE SINTESIS NANOPARTIKEL-Tio2 : A REVIEW

Lilis Karlina[1], Hary Sanjaya[2], Septian Budiman[3]
Universitas Negeri Padang
lilisk891@gmail.com ; hary.s@fmipa.unp.ac.id

Abstract

Titanium dioxide is an important type of material that has been widely researched by experts. TiO2 can be used as a catalyst and in various other applications because it has unique electronic and optical properties. TiO2 compounds have been synthesized using various synthesis methods. The aim of this review is to summarize various types of TiO2 synthesis methods, morphology and crystallization of nanostructured TiO2. The research method used is literature study or literature study. The results of the reviews show that TiO2 can be synthesized by various methods, namely hydrothermal, solvothermal, sol-gel, direct oxidation, chemical vapor deposition, electrodeposition, sonochemistry and microwaves. The crystal structure phase that is often found is the anatase phase.

Keywords *: Nanostructured-TiO2 ; Synthesis Pathway ; Morphology ; Crystallization*

Abstrak :: Titanium dioksida merupakan salah satu jenis material penting yang sudah banyak diteliti oleh para ahli. TiO2 dapat digunakan sebagai katalis dan berbagai aplikasi lainnya karena memiliki sifat elektronik dan optiknya yang unik. Senyawa TiO2 telah banyak disintesis dengan berbagai metode sintesis. Tujuan reviews ini kami merangkum berbagai jenis metode sintesis TiO2, morfologi dan kristalisasi TiO2 berstrukturnano. Metode penelitian yang digunakan yaitu studi literatur atau studi kepustakaan. Hasil reviews menujukkan bahwa TiO2 dapat disintesisi dengan berbagai metode yaitu hirotermal, solvotermal, sol-gel, oksidasi langsung, deposisi uap kimia, elektrodeposisi, sonokimia dan gelombang mikro. Fasa skruktur Kristal yang banyak didapatkan yaitu fasa anatase.

Kata Kunci : Nanostruktir-TiO2 ; Metode Sintesis ; Morfologi ; Kristalisasi

Jurnal Masaliq is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License

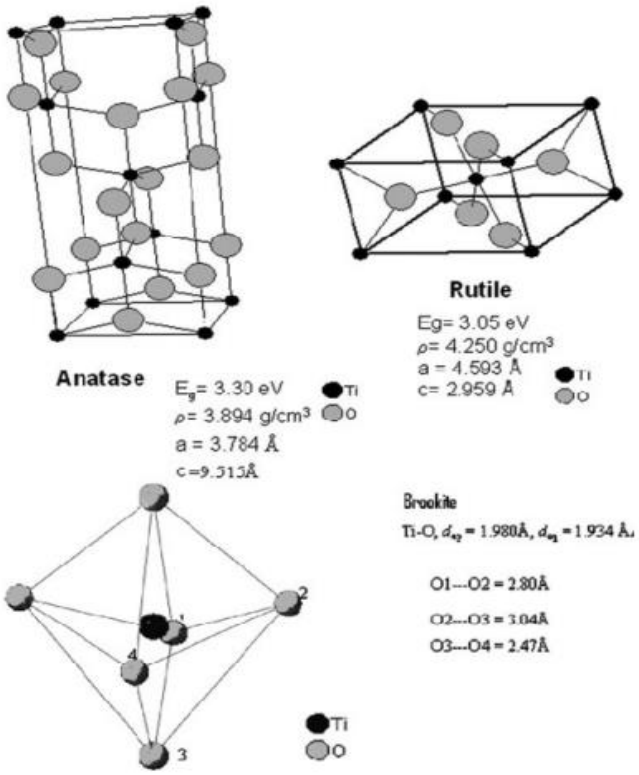
PENDAHULUAN

Beberapa dekade terakhir, material berstruktur nano merupakan material yang dapat digunakan sebagai katalis dan berbagai aplikasi lainnya karena memiliki karakteristik struktur dan tekstur yang unik. Berbagai upaya telah di fokuskan pada oksida logam penting seperti Titanium Dioksida (TiO_2), Timah Dioksida (SnO_2), Vanadium Dioksida (VO_2), dan Seng Oksida (ZnO). Titanium merupakan suatu bahan yang sangat terkenal dan diteliti dengan baik karena stabilitas struktur kimianya, biokompatibilitas, sifat fisik dan optik, dan sifat listriknya (Pavasupree, Jitputti, & Ngamsinlapasathian, 2008)

TiO2 terdapat dalam tiga bentuk struktur, mempunyai tiga fasa Kristal yaitu anatase, Rutile, dan Brookite (Gambar. 1) (Li, Bono, Krishnaiah, & Collin, 2008). Pertama, TiO2 jenis anatase memiliki struktur Kristal yang sesuai dengan sistem tetragonal (dipiramida) dan dapat digunakan sebagai fotokatalis dibawah sinar UV. Kedua, TiO2 tipe Rutile juga memiliki struktur Kristal tetragonal (prismatik). Titanium pada tipe ini lebih banyak digunakan sebagai pigmen putih pada cat. TiO2. Terakhir, TiO2 tipe Brookite memiliki struktur Kristal ortorombik. Fasa anatase dan brookite merupakan masa metastabil yang mudah berubah menjadi fasa rutile ketika dipanaskan. Fasa anatase stabil di bawah suhu 800ºC, di atas suhu tersebut maka akan terbentuk fase rutile. Umumnya, fasa anatase lebih stabil dari pada fasa rutile dengan ukuran di bawah 14 nm (Listanti, Taufiq, Hidayat, & Sunaryono, 2018). Oleh karena itu TiO2 merupakan bahan serbaguna yang dapat digunakan dalam aplikasi berbagai produk seperti pigmen cat, lotion tabir surya, elektroda elektrokimia, kapasitor, dan bahakan juga digunakan sebagai pewarna makanan dan dalam pasta gigi (Meacock, Anthon, & Knowles, 1997). Secara umum, TiO2 lebih banyak diminati dalam bentuk anatase dikarnakan aktivitas fotokatalitiknya yang tinggi, karena memiliki potensi tepi pita yang lebih negatif (energi potensial electron fotogenerasi yang lebih tinggi), area spesifik yang tinggi, tidak beracun, fotokimia stabil dan harganya yang relative murah (Macwan, Dave, & Chaturvedi, 2011).

Morfologi dari TiO2 meliputi struktur nano seperti nanotube (Varghese et al., 2003), nanowires (Wen, Liu, & Liu, 2005), nanorods (J. Wu & Qi, 2007), dan struktur mesopori (Yi, Moon, & Yang, 2001). Dalam beberapa tahun terakhir, berbagai macam metode sintesis seperti metode hidrotermal (Andersson & Lars, 2002), metode solvotermal (Wahi, Liu, Falkner, & Colvin, 2006), metode sol-gel (Byranvand, Kharat, & Bazargan, 2012), metode oksidasi langsung (Ryu, Park, & Kwon, 2008), deposisi uap kimia (CVD) (Shinde & Bhosale,

2008), elektrodeposisi (Tan, Chen, & Zhou, 2009), metode sonokimia (Arami, Mazloumi, Khalifehzadeh, & Sadrnezhaad, 2007), dan metode gelombang mikro (Corradi, Bondioli, & Focher, 2005) telah digunakan untuk preparasi struktur nano TiO2. Ulasan ini akan berfokus pada berbagai metode sintesis yang digunakan dalam menghasilkan nanopartikel TiO2 dan karakterisasi TiO2 yang berstruktur nano.



Gambar 1 Struktur Fasa Kristal TiO_2 (Macwan et al., 2011)

METODE

Pendekatan dalam penelitian ini menggunakan jenis penelitian yang berupa studi literatur atau studi kepustakaan. Menurut Mardalis (1999) dalam R.S.W Hartanto (bahwa studi literatur dapat ditempuh dengan jalan mengumpulkan referensi yang terdiri beberapa penelitian terdahulu yang kemudian dikompilasi untuk menarik kesimpulan (Hartanto & Dani, 2016). Hasil kompilasi dari beberapa penelitian terdahulu digunakan untuk menyimpulkan berbagai macam metode sintesis yang digunakan dan karakterisasi TiO_2 yang berukuran nano.

HASIL

Table di bawah merupakan hasil review yang di peroleh dengan studi literstur atau studi kepustakaan dengan cara mengumpulkan referensi yang terdiri dari beberapa penelitian terdahulu yang selanjutnya dikompilasi untuk di tarik kesimpulannya.

Table 1. Tuliskan deskripsi tabel

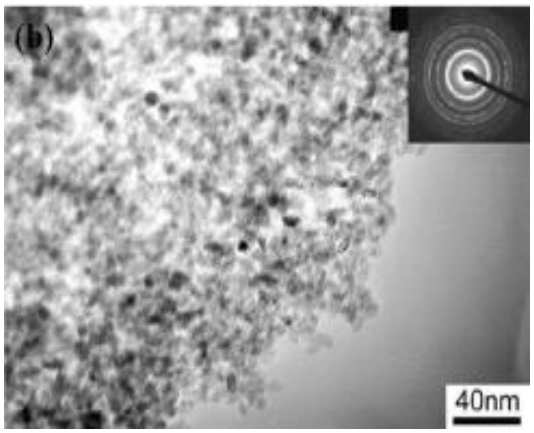
Metode	Material	Hasil
Hidrotermal	Titanium (IV) Butoksida	Fasa Anatase, diameter rata-rata 3-4 nm
Solvotermal	MilliQ 18.2 MΩ	Fasa Anatase, 10-15 nm,
Sol-gel	Titanium (IV) Butoksida	Fasa antase, rentang lebar 30-50 nm
Oksidasi Langsung	Plate Ti	Fasa anatase dan rutile, ukuran 8,4 dan 11,5 nm
Deposisi Uap Kimia	Titanium (IV) Isopropoksida	Fasa antase, tebal film 975 nm
Elektrodeposisi	$TiCl_3$, template Membrane Alumina Anodik (AAM)	Fasa anatase
Sonokimia	$TiOCl_2$	Fasa rutile ukuran rata-rata ~20Diameter rata-rata 20 nm, ukuran rata-rata 15 nm
Gelombang Mikro	Kristal TiO_2	Fasa Anatase, Diameter 8-12 nm

PEMBAHASAN

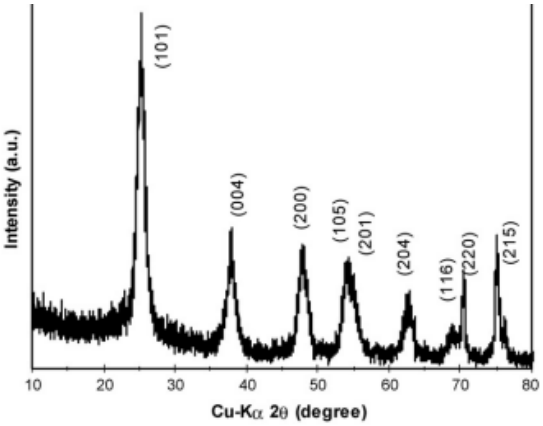
A. Metode Hidrotermal

Sintesis hidrotermal biasanya dilakukan di dalam bejana tekanan baja yang dinamai dengan autoklaf dengan atau tanpa pelapis Teflon di bawah suhu atau tekanan yang terkendali dengan reaksi dalam larutan berair. Temperatur dapat dinaikkan di atas titik didih air, mencapai tekanan saturasi uap. Temperatur dan jumlah larutan yang ditambahkan kedalam autoklaf sangan menentukan tekanan internal yang dihasilkan. Metode hidrotermal telah banyak digunakan untuk produksi partikel kecil di berbagai industri keramik.

Nanopartikel TiO_2 Dapat diperoleh dengan menggunakan metode hidrotermal dengan menggunakan titanium(IV) butoksida kemudian di campur dengan mol yang sama dari asetilaseton untuk memperlambat hidrolisis dan reaksi kondensasi. Selanjutnya, ditambahakan air suling 40 mL ke dalam larutan dan di aduk pada suhu kamar selama 5 menit. Kemudian, laritan di masukkan ke dalam autoklaf stainless steel berlapis teflon dan dipanaskan pada suhu 130ºC selama 12 jam dengan kondisi pengadukan. Selanjutnya autoklaf didinginkan secara alami hingga suhu kamar, produk yang diperoleh dicuci dengan 2-propanal dan air suling, dan dilanjutkan dengan pengeringan pada suhu 100ºC selama 12 jam. Hasil sintesis dari metode hidrotermal ini diperoleh TiO_2 dengan struktur mesopori dengan diameter pori rata-rata 3-4 nm dan memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi. Gambar pola difraksi sinar-X dari sampel yang telah disintesis menujukkan puncak yang agak tajam menunjuukan TiO_2 yang dihasilkan memiliki kristalinitas yang tinggi karena disebabkan oleh fase anatase. Hasil morfologi TEM TiO_2 powder dengan metode hidrotermal dapat dilihat pada gambar 2 (Pavasupree et al., 2008).



Gambar 2 Morfologi TEM partikel nano TiO_2 dengan metode hidrotermal (Pavasupree et al., 2008)



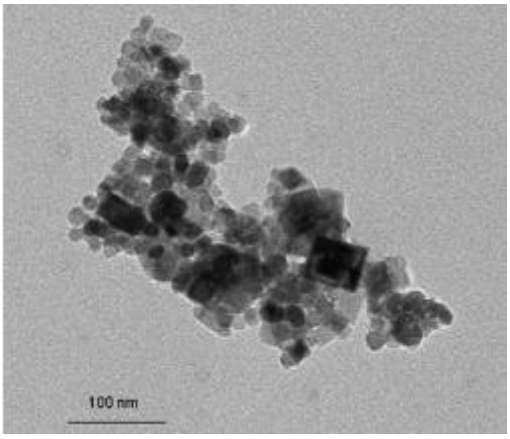
Gambar 3 Pola difraksi sinar-X TiO_2 anatase mesopori (Pavasupree et al., 2008)

B. Metode Solvotermal

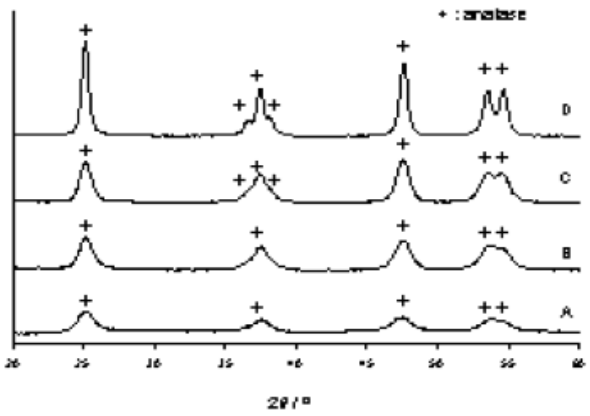
Metode solvotermal hampir sama dengan metode hidrotermal namun pembedanya pada metode ini adalah pelarut yang digunakan tidak mengandung air. Suhu yang digunakan pada metode ini dapat dinaikkan lebih tinggi dibandingkan dengan metode hidrotermal, karena berbagai pelarut organik dengan titik didih tinggi dapat dipilih. Metode solvotermal memiliki kontrol yang lebih baik dibandingkan dengan metode hidrotermal dalam hal distribusi ukuran

dan bentuk serta kristalinitas partikel nano TiO_2. Metode solvotermal merupakan metode yang banyak digunakan untuk sintesis berbagai partikel nano dengan distribusi dan dispersi ukuran sempit (Xue et al., 2011)(Yan, Kang, Gao, Xiong, & Mei, 2013)(Wang, Zhuang, Peng, & Li, 2005).

Hasil sintesis yang diperoleh yaitu TiO2 dengan struktur anatase nanokristalin fase-murni ultrahalus dengan luas permukaan spesifik hingga 5 kali lipat nanotitania yang tersedia secara komersial. Sifat fisik produk hidrotermal dapat disesuaikan dengan menyesuaikan suhu, konsentrasi awal kursor, dan rasio hidrolisis reaksi. Produk kristal berbutir sangat halus dengan stabilitas termal tinggi dan luas permukaan sangat tinggi dapat diperoleh dengan menggunakan suhu reaksi yang relatif rendah 140–150 ◦C. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa ukuran butir dapat dikurangi lebih lanjut dengan mengoptimalkan konsentrasi prekursor alkoksida dan rasio air:alkoksida. Hasil karakterisasi TEM dari sintesis partikel nano TiO2 yang dibuat dengan metode solvotermal dalapt dilihat pada Gambar 6 (Wahi et al., 2006).



Gambar 4 Morfologi TEM partikel nano TiO_2 metode solvotermal (Wahi et al., 2006).



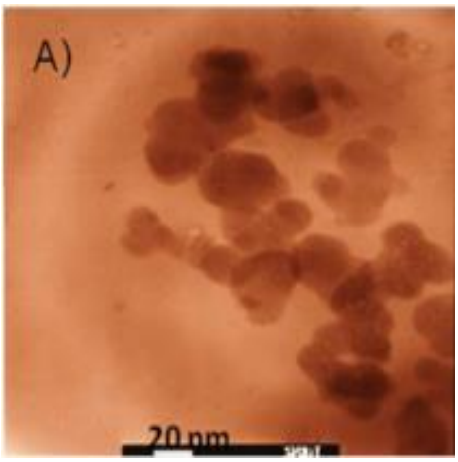
Gambar 5 pektrum difraksi sinar-X anatase solvotermal dihasilkan di (A) 140ºC, (B) 150ºC, (C) 220ºC, dan (D) 300ºC (Wahi et al., 2006).

C. Metode Sol-gel

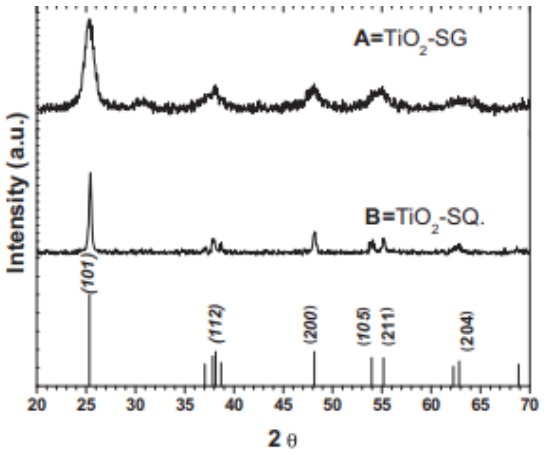
Proses sol-gel adalah proses yang banyak digunakan dalam pembuatan berbagai bahan keramik. Dalam proses sol-gel suspensi koloid, atau sol terbentuk dari reaksi hidrolisis dan proses polimerisasi prekursor, yang biasanya beruba garam logam anorganik atau senaywa logam organik berupa alkoksida logam. Polimerisasi lengkap dan hilangnya pelarut menyebabkan transisi dari cair sol menjadi fase gel padat. Film tipis dapat diproduksi pada

sepotong subsrat dengan pelapisan spin dan pelapisan celup. Gel basah kemudian akan terbentuk saat sol di cetak ke dalam cetakan, dan gel basah diubah mendadi sebuah keramik padat dengan penegringan lebih lanjut dengan perlakuaan panas. Pengeringan yang terjadi pada kondisi superkritis, maka struktur jaringan dapat dipertahankan, dan akan membentuk gel dengan pori-pori yang besar yang disebut *aerogel*. Serat keramik dapat ditarik dari sol ketika viskositas sol diatur kedalm rentang viskositas yang tepat. Serbuk keramik ultrahlus dan seragam dapat dibentuk dengan presipitasi, porolisis semprot, atau teknik emulsi (Ningsih, 2016).

Nanopartikel TiO_2 anatase Kristal dengan berbagai ukuran dan bentuk dapat disintesis dengan menggunakan metode sol-gel dari dari titanium (IV) butoksida, air deionisasi dan asam nitrat pekat (DEQ). Pada gambar 6 menunjukkan hasil mikroskop elektron transmisi TiO_2 yang dibuat dengan metode solegel. Teknik ini mengkonfirmasi kemampuan untuk memperoleh partikel TiO_2 berukuran nano namun rentangnya lebar 50-30 nm. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6. Hasil analisi difraksi sinar-X TiO_2 menggunakan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 400ºC selama 4 jam dan berdasarkan gambar dapat dilihat bahwa yang di diperoleh yaitu Kristal refleksi anatase, dapat dilihat pada gambar 7 (Ángel-sanchez, Vázquez-cuchillo, Aguilar-elguezabal, & Cruz-lópez, 2013)



Gambar 6 Morfologi TEM TiO2 dengan metode sol-gel dan kasinasi pada suhu 400ºC (Ángel-sanchez et al., 2013).

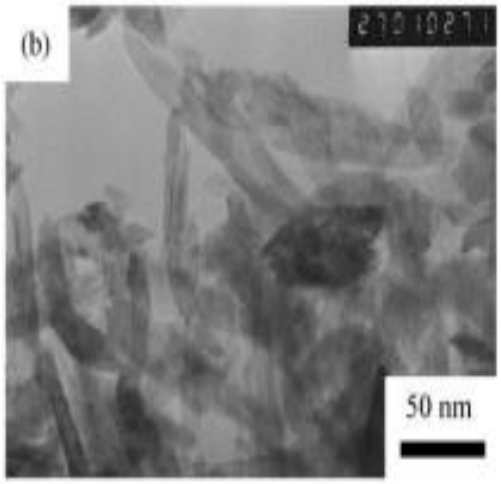


Gambar 7 Pola difraksi sinar-X dengan metode sol-gel (Ángel-sanchez et al., 2013).

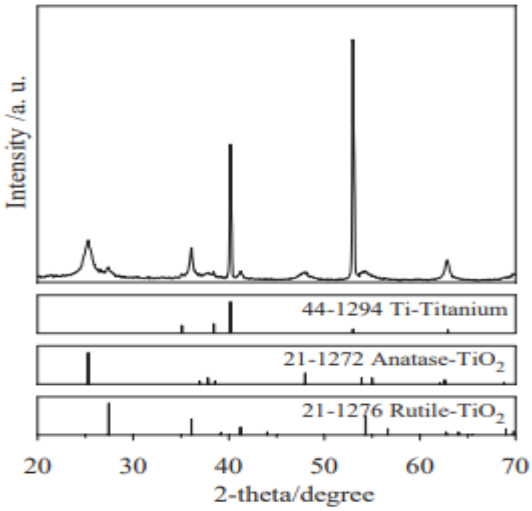
D. Metode Oksidasi Langsung

TiO2 berstruktur nano dapat diperoleh dengan oksidasi logam titanium menggunakan oksidan atau di bawah anodisasi. Nanorod TiO_2 kristal telah diperoleh dengan oksidasi langsung pelat logam titanium menggunakan hidrogen peroksida (J. Wu, 2004)(J. Wu & Zhang, 2005)(J. Wu, Hayakawa, Tsuru, & Osaka, 2002). Biasanya, nanorod TiO2 pada pelat Ti diperoleh ketika pelat Ti yang dibersihkan dimasukkan ke dalam 50 mL H_2O_2 30% pada 353ºK selama 72 jam. Pembentukan kristal TiO_2 terjadi melalui mekanisme presipitasi disolusi, dengan penambahan garam anorganik NaX (X = F, Cl, dan SO_4^{2-}), fase kristal nanorods TiO_2 dapat dikontrol. Penambahan F^- dan SO_4^{2-} membantu proses pembentukan anatase murni, sedangkan penambahan Cl mendukung pembentukan rutil. Hasil morfologi TEM nanorods TiO_2 menggunakan metode oksidasi langsung pada gambar 8 menunjukan bahwa pengendapan dalam larutan adalah nanorod titania dengan ukuran ~30x150 nm (J. Wu, 2004).

Hasil analisis pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa lapisan permukaan ini adalah campuran anatase dan rutile (1 0 1) yang terletak pada 2θ = 36.08º yang sangat kuat, menujukkan pertumbuhan rutile yang berorientasi sepanjang bidang (1 0 1). Ukurang dari ksritalit anatse dan rutile diperkirakan masing-masing 8,4 dan 11,5 nm, menggunakan rumus Scherrer. Hasil analisis pola difraksi dapat dilihat pada gambar 10.



Gambar 8 Morfologi TEM nanorods TiO_2 dengan metode oksidasi langsung pelat Ti dengan larutan H_2O_2 (J. Wu, 2004).



Gambar 9 Pola difraksi sinar-X nanopartikel TiO_2 dengan metode okidasi langsung (J. Wu, 2004).

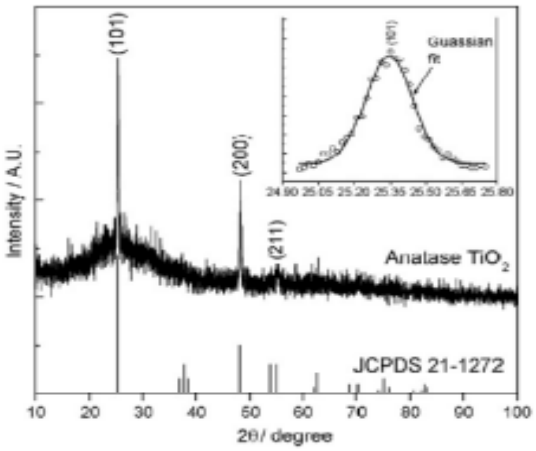
E. Deposisi Uap Kimia

Deposisi uap mengacu pada proses dimana bahan dalam keadaan uap terkondensasi untuk membentuk suatu bahan dengan fase padat. Proses ini biasanya digunakan untuk membentuk lapisan untuk mengubah sifat mekanik, listrik, termal, optik, ketahanan korosi, dan ketahanan dari berbagai substrat. Dalam proses chemical vapor deposition (CVD), energi termal memanaskan gas di ruang pelapis dan mendorong reaksi pengendapan. Dalam CVD, laju alir, komposisi gas, suhu deposisi, tekanan dan geometri ruang deposisi merupakan parameter proses dimana deposisi dapat dikontrol untuk mendapatkan bentuk nano dari material yang diinginkan (Ningsih, 2016).

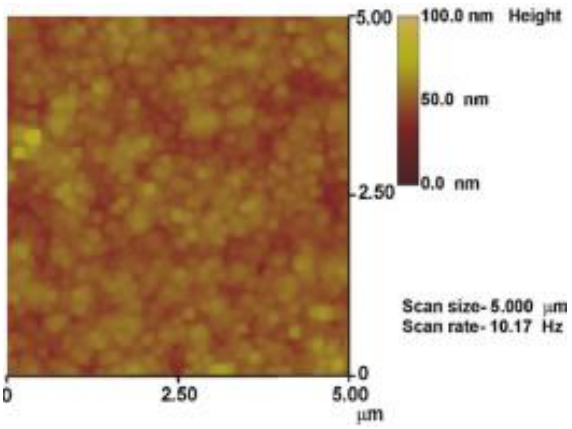
Djerja dkk. (Djardj, Tonejc, Bijelic, Vranesa, & Turkovic, 2005) telah melakukan penelitian nanokristalin TiO_2 films oleh CVD pada substrat yang berbeda dengan suhu relatif rendah 320ºC menggunakan $TiCl_4$ sebagai prekursor dan menemukan bahwa sifat substrat mempengaruhi ukuran dan distribusi nanograin dalam film. Byun dkk. membuat film tipis TiO_2 pada suhu 287–362ºC menggunakan titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP) prekursor dan gas O_2 (White et al., 2013).

Gambar 11 merupakan pola difraksi sinar-X film TiO2 (dibuat pada substrat kaca suhu 400ºC) yang terekam pada kisaran sudut difraksi 10–100ºC. Pencocokan nilai yang diamati dan nilai standar menegaskan bahwa film yang diendapkan adalah TiO2 anatase fasa murni dengan struktur tetragonal (Shinde & Bhosale, 2008). Studi difraksi sinar-X menegaskan sifat polikristalin TiO2 dengan fase anatase yang memiliki struktur kristal tetragonal. Film ini tebalnya 975 nm dan transparan dengan tingkat transmisi lebih dari 80% (Shinde & Bhosale, 2008).

Gambar 12 merupakan hasil gambar Atomic Force Microscopy (AFM) dua dan tiga dimensi dari film tipis TiO2 anatase fasa murni. Gambar direkam pada kecepatan pemindaian 10,17 Hz pada bidang 2 mm 2 mm dalam mode kontak. Terlihat butiran kubik yang tersebar merata dengan ukuran yang hampir sama. Perkiraan ukuran butir adalah 200 nm (Shinde & Bhosale, 2008).



Gambar 10 Pola difraksi sinar-X endapan uap kimia (suhu penguapan 400ºC) lapisan tipis TiO_2 anatase pada kaca soda kapur (Shinde & Bhosale, 2008).

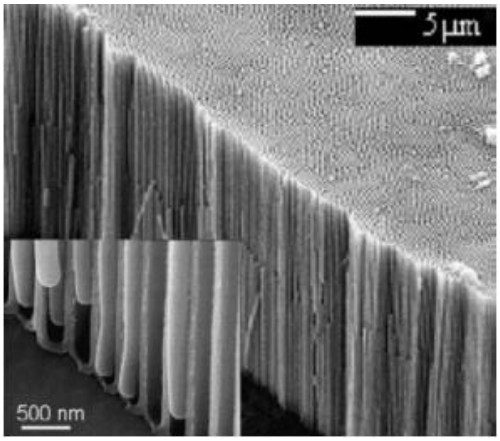


Gambar 11 Analisis *Atomic Force Microscopy* (AFM) lapisan tipis TiO2 dengan metode deposisi uap kimia (suhu 400ºC) (Shinde & Bhosale, 2008).

F. Metode Elektrodeposisi

Elektrodeposisi umumnya digunakan untuk memperoleh lapisan, biasanya metalik, pada permukaan dengan aksi reduksi pada katoda. Substrat yang akan dilapisi digunakan sebagai katoda dan dicelupkan ke dalam larutan yang mengandung garam dari logam yang akan diendapkan. Ion logam akan tertarik ke katoda dan direduksi menjadi bentuk logam.

Penggunaan template membran alumina anodik (AAM), kawat nano TiO2 dapat diperoleh dengan elektrodeposisi (Lee et al., 2009) (Liu et al., 2013). Proses elektrodeposisi dilakukan dalam larutan TiCl3 0,2 M dengan pH 2 dengan pendekatan elektrodeposisi berdenyut, dan titanium atau senyawanya diendapkan ke dalam pori-pori AAM. Pemanaskan templat yang diendapkan pada suhu 500ºC selama 4 jam dan melepaskan templat, kawat nano TiO2 anatase murni dapat diperoleh. Gambar.12 merupakan hasil SEM representatif dari TiO2 kawat nano (Liu et al., 2013).



Gambar 12 Morfologi SEM cross-sectional dari kawat nano TiO_2 elektrodeposisi dalam pori-pori AAM (Liu et al., 2013)

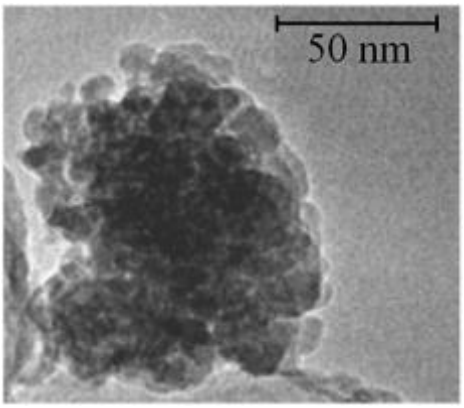
G. Metode Sonokimia

Ultrasound sangat bermanfaat dalam sintesis berbagai material berstruktur nano, termasuk logam transisi area permukaan tinggi, paduan, karbida, oksida, dan koloid. Efek kimia ultrasound tidak berasal dari interaksi langsung dengan spesies molekuler. Namun sebaliknya, sonokimia muncul dari kavitasi akustik pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan ledakan gelembung dalam cairan (Ningsih, 2016).

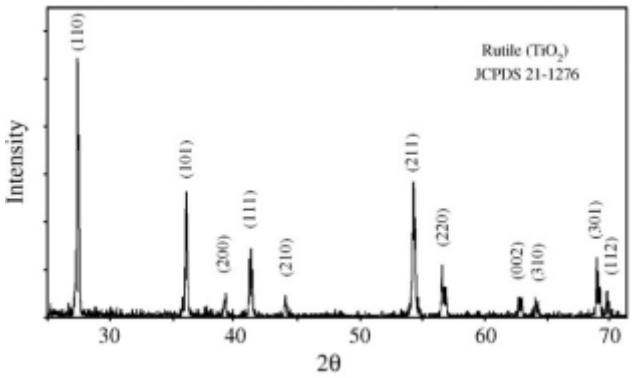
Dalam prosedur khusus untuk pembuatan partikel nano TiO2, 0,5 g pelet TiO2 dilarutkan ke dalam 30 mL larutan NaOH 10 M dengan pengadukan kuat pada suhu kamar selama 2 jam. Kemudian larutan kekuningan disinari dalam penangas ultrasonik (Power Sonic 405, 40 kHz dan 350 W) selama 2 jam pada suhu lingkungan. Endapan yang dihasilkan kemudian disentrifugasi, dicuci dan didekantasi dengan air deionisasi beberapa kali dan dikeringkan pada suhu 60ºC selama 24 jam (Arami et al., 2007).

Nanopartikel TiO2 yang dihasilkan dengan diameter rata-rata sekitar 20 nm, ukuran kristal rata-rata 15 nm dan luas permukaan spesifik BET 78,88 m2/g, dibuat melalui metode sonokimia sederhana dan perlakuan awal dalam larutan berair 10 M NaOH. Hasil morfologi nanopartikel TiO2 yang dianalisis dengan TEM menunjukkan nanopartikel rutile dengan ukuran partikel rata-rata ~ 20 nm. Jelas bahwa ini adalah yang utama nanopartikel membentuk partikel yang lebih besar karena tumbukan yang disebabkan oleh gelombang kejut ultrasonik. Partikel sekunder ini membentuk morfologi yang diamati pada gambar 13. Hasil analisis pola difraksi dapat diindeks sebagai fase rutile murni. Tidak ada puncak karakteristik fase anatase atau brookite atau pengotor lain seperti Na2TiO3 yang terdeteksi,

hali ini menunjukkan kemurnian tinggi dari bubuk yang diperoleh, ini dapat dilihat pada gambar 14 (Arami et al., 2007).



Gambar 13 Morfologi TEM dari nanopartikel TiO_2 dengan metode sonokimia (Arami et al., 2007).



Gambar 14 Pola difraksi sinar-X nanopartikel TiO2 dengan metode sonokimia (Arami et al., 2007).

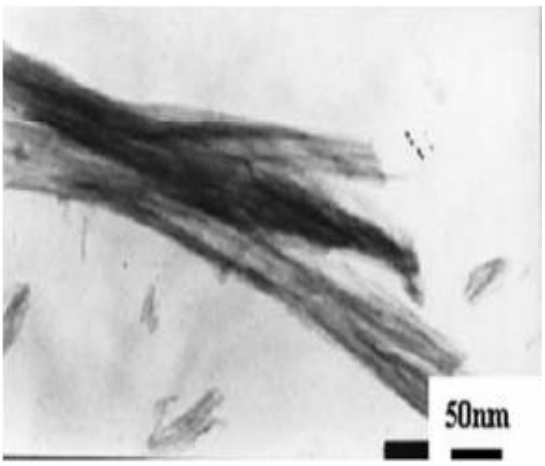
H. Metode Gelombang Mikro

Bahan dielektrik dapat diproses dengan energi berupa gelombang elektromagnetik frekuensi tinggi. Frekuensi utama pemanasan gelombang mikro adalah antara 900 dan 2450 MHz. Pada frekuensi gelombang mikro yang lebih rendah, arus konduktif yang mengalir di dalam material akibat pergerakan konstituen ionik dapat mentransfer energi dari medan gelombang mikro ke material. Pada frekuensi yang lebih tinggi, penyerapan energi disebabkan oleh molekul dengan dipol permanen yang cenderung melakukan reorientasi di bawah pengaruh medan listrik gelombang mikro.

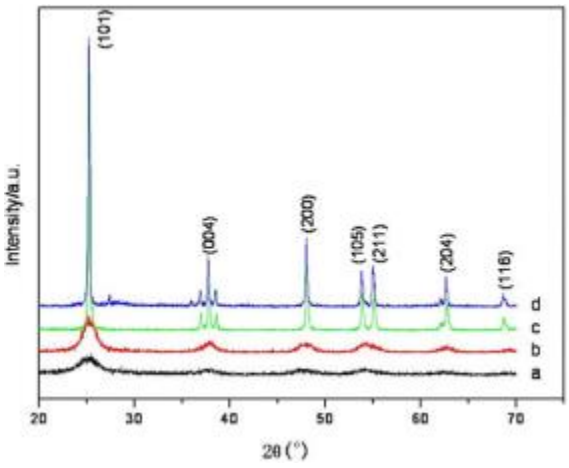
Radiasi gelombang mikro diterapkan untuk menyiapkan berbagai struktur nano TiO2 (Corradi et al., 2005)(Russo et al., 2013)(Barnard & Zapol, 2004)(Kruth, Hansen, Beweries, & Brüser, 2013). Sebagai contoh, sintesis TiO2 telah dilakukan dengan hidrolisis paksa dalam kondisi hidrotermal mulai dari larutan TiOCl2 0,5 M dengan perlakuan panas konvensional dan gelombang mikro. Sintesis dengan bantuan gelombang mikro telah dilakukan dengan menggunakan sistem pencernaan gelombang mikro. Sistem menggunakan gelombang mikro 2,45 GHz dan dikontrol oleh suhu dan tekanan (Pmax=14 atm). Menurut data literatur (Komarneni, Rajha, & Katsuki, 1999), perlakuan hidrotermal gelombang mikro dilakukan pada suhu 195°C untuk waktu yang berbeda mulai dari 5 menit hingga 1 jam. Waktu, tekanan atau suhu, dan daya telah dikendalikan oleh komputer. Sintesis konvensional dilakukan pada

temperatur yang sama dengan rentang waktu 1 sampai 32 jam dalam oven listrik menggunakan bom dengan badan logam dan pelapis PTFE yang dapat dilepas. Setelah kedua reaksi sintesis, suspensi yang diperole yang menunjukkan pH berkisar antara 0,9 sampai 1, berulang kali dicuci dengan H2O distilasi. Proses penghilangan ion klorida dan berturut-turut dengan NaOH 0,1N untuk menetralkan kelebihan keasaman. Suspensi kemudian disentrifugasi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110ºC (Corradi et al., 2005).

Wu dkk. nanotube TiO2 yang disintesis oleh radiasi gelombang mikro melalui reaksi kristal TiO2 anatase, rutil, atau fase campuran dan larutan NaOH di bawah gelombang mikro tertentu (X. Wu, Jiang, & Ma, 2005). Pembuatan nanotube TiO2 melalui iradiasi gelombang mikro, disimpulkan pengaruh kondisi percobaan, seperti waktu reaksi, konsentrasi larutan NaOH dan prekursor bahan baku. Hasilnya menunjukkan bahwa, di bawah daya gelombang mikro tertentu, nanotube TiO2 dicapai dengan perlakuan panas yang lebih pendek dan suhu yang lebih rendah ketika fase anatase atau rutil TiO2 diolah dengan larutan berair 8-12 M NaOH selama lebih dari 60 menit. Nanotube titania memiliki struktur berongga tengah, ujung terbuka dan banyak dinding dengan diameter sekitar 8-12 nm dan panjangnya hingga sekitar 200–1000 nm. Rute sintetik nanotube titania dengan iradiasi gelombang mikro dari nanopartikel TiO2 memiliki potensi untuk menyiapkan banyak bahan tubular untuk diterapkan dalam bahan fotokatalis, penginderaan gas, optik, dan biomedis. Gambar 14 menunjukkan hasil SEM dari nanotube TiO2 yang dibuat dengan metode gelombang mikro (X. Wu et al., 2005).



Gambar 15 Morfologi TEM dari tabung nano TiO_2 dengan metode gelombang mikro (X. Wu et al., 2005).



Gambar 16 Pola difraksi sinar-X nanopartikel TiO_2 dengan metode gelombang mikro (X. Wu et al., 2005).

KESIMPULAN

Dalam ulasan ini, kami merangkum kemajuan dalam sintesis TiO_2 berstrukturnano. Beberapa tahun terakhir, upaya luar biasa telah dilakukan dalam menghasilkan TiO_2 berstruktur nano, dan menghasilkan database yang kaya untuk sintesis, sifat, modifikasi, dan aplikasinya. Metode sintesis nanopartikel TiO_2 yang dapat digunakan dalam menghasilkan nanopartikel TiO_2 yaitu metode hidrotermal menghasilkan fasa antase dengan dimeter rata-rata 3-4 nm, solvotermal menhgasilkan fasa anatase dengan ukuran 10-15 nm, metode sol-gel menhgasilkan fasa anatase dengan rentang lebar 30-50 nm. Metode oksidasi langsung menghasilkan campuran fasa anatase dan rutile, deposisi uap kimia dengan fasa anatase murni, elektrodeposisi juga fasa anatase murni, sonokimia menghasilkan fasa rutile dan terakhir metode gelombang mikro dengan fasa anatase. Pada semua metode sintesis banyak yang menghasilkan struktur Kristal dengan fasa anatase. Umumnya, fasa anatase lebih stabil dari pada fasa rutile dengan ukuran partikel di bawah 14 nm. Dengan demikian, TiO2 membuka peluang besar untuk dikembangkan lebih lanjut, khususnya terkait aplikasi berkaitan dengan sifat optik. Kemajuan berkelanjutan dalam sintesis dan modifikasi TiO_2 berstrukturnano telah membawa sifat baru dan aplikasi baru dengan peningkatan kinerja..

DAFTAR PUSTAKA

Andersson, M., & Lars, O. (2002). *Preparation of Nanosize Anatase and Rutile TiO 2 by Hydrothermal Treatment of Microemulsions and Their Activity for Photocatalytic Wet Oxidation of Phenol*. 10674–10679.

Ángel-sanchez, K. Del, Vázquez-cuchillo, O., Aguilar-elguezabal, A., & Cruz-lópez, A. (2013). Photocatalytic degradation of 2 , 4-dichlorophenoxyacetic acid under visible light : Effect of synthesis route. *Materials Chemistry and Physics*, *139*(2–3), 423–430. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.01.009

Arami, H., Mazloumi, M., Khalifehzadeh, R., & Sadrnezhaad, S. K. (2007). *Sonochemical preparation of TiO 2 nanoparticles*. *61*, 4559–4561. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.02.051

Barnard, A. S., & Zapol, P. (2004). *Effects of particle morphology and surface hydrogenation on the phase stability of TiO 2*. *235403*, 1–13. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.70.235403

Byranvand, M. M., Kharat, A. N., & Bazargan, M. H. (2012). *Titania Nanostructures for Dye-sensitized Solar*. *2*(December), 253–266.

Corradi, A. B., Bondioli, F., & Focher, B. (2005). *Conventional and Microwave-Hydrothermal Synthesis of TiO 2 Nanopowders*. *2641*(20236), 2639–2641. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2005.00474.x

Djardj, Tonejc, A. M., Bijelic, M., Vranesa, V., & Turkovic, A. (2005). *Transmission electron*

microscopy studies of nanostructured TiO 2 films on various substrates. *80*, 371–378. https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2005.06.015

Hartanto, R. S. W., & Dani, H. (2016). Studi Literatur: pengembangan media pembelajaran dengan software autocad. *Jurnal Kajian Pendidikan Teknik Bangunan*, *1*(1), 1–6.

Komarneni, S., Rajha, R. K., & Katsuki, H. (1999). *Microwave-hydrothermal processing of titanium dioxide 1*. *61*, 50–54.

Kruth, A., Hansen, S., Beweries, T., & Brüser, V. (2013). *Plasma Synthesis of Polymer-Capped Dye-Sensitised Anatase Nanopowders for Visible-Light-Driven Hydrogen Evolution*. 152–159. https://doi.org/10.1002/cssc.201200408

Lee, J., Choi, H., Lee, J., Kim, Y., Suh, S., Chi, C., & Oh, H. (2009). *Fabrication of titania nanotubular film with metal nanoparticles*. *311*, 638–641. https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2008.09.065

Li, G., Bono, A., Krishnaiah, D., & Collin, J. G. (2008). *Preparation of titanium dioxide photocatalyst loaded onto activated carbon support using chemical vapor deposition : A review paper*. *157*, 209–219. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.01.040

Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., & Sunaryono, S. (2018). Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO 2 Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *Journal of Physical Science and Engineering*, *3*(1), 8–15. https://doi.org/10.17977/um024v3i12018p008

Liu, J., Xu, J., Che, R., Chen, H., Liu, M., & Liu, Z. (2013). *Jiwei Liu, Junjie Xu, Renchao Che,* Huajun Chen, Mengmei Liu, and Zhengwang Liu*. 6746–6752. https://doi.org/10.1002/chem.201203557

Macwan, D. P., Dave, P. N., & Chaturvedi, S. (2011). *A review on nano-TiO 2 sol–gel type syntheses and its applications*. 3669–3686. https://doi.org/10.1007/s10853-011-5378-y

Meacock, G., Anthon, K. D., & Knowles, M. J. (1997). *The Improved Whitening of Minced Cod Flesh Using Dispersed Titanium Dioxide*. *00*, 221–225.

Ningsih, S. K. W. (2016). Sintesis Anorganik. In *Angewandte Chemie International Edition, 6(11), 951–952.*

Pavasupree, S., Jitputti, J., & Ngamsinlapasathian, S. (2008). *Hydrothermal synthesis , characterization , photocatalytic activity and dye-sensitized solar cell performance of mesoporous anatase TiO 2 nanopowders*. *43*, 149–157. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2007.02.028

Russo, P. A., Lima, S., Rebuttini, V., Pillinger, M., Marc-Willinger, G., Pinna, N., & Valente, A. A. (2013). *RSC Advances Microwave-assisted coating of carbon nanostructures with titanium dioxide for the catalytic dehydration of D -xylose into furfural 3*. 2595–2603. https://doi.org/10.1039/c2ra22874b

Ryu, W. H., Park, C. J., & Kwon, H. S. (2008). *Synthesis of Highly Ordered TiO 2 Nanotube in Malonic Acid Solution by Anodization*. *8*(10), 5467–5470. https://doi.org/10.1166/jnn.2008.1141

Shinde, P. S., & Bhosale, C. H. (2008). *Properties of chemical vapour deposited nanocrystalline TiO 2 thin films and their use in dye-sensitized solar cells*. *82*, 83–88. https://doi.org/10.1016/j.jaap.2008.01.004

Tan, W., Chen, J., & Zhou, X. (2009). *Preparation of nanocrystalline TiO 2 thin film at low temperature and its application in dye-sensitized solar cell*. 651–656. https://doi.org/10.1007/s10008-008-0605-4

Varghese, B. O. K., Gong, D., Paulose, M., Ong, K. G., Dickey, E. C., & Grimes, C. A. (2003). *Extreme Changes in the Electrical Resistance Current (nA) Bias Voltage (V)*. (7), 15–18. https://doi.org/10.1002/adma.200304586

Wahi, R. K., Liu, Y., Falkner, J. C., & Colvin, V. L. (2006). *Solvothermal synthesis and characterization of anatase TiO 2 nanocrystals with ultrahigh surface area*. *302*, 530–536. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2006.07.003

Wang, X., Zhuang, J., Peng, Q., & Li, Y. (2005). *LETTERS A general strategy for nanocrystal synthesis*. *437*(September), 121–124. https://doi.org/10.1038/nature03968

Wen, B., Liu, C., & Liu, Y. (2005). *Depositional Characteristics of Metal Coating on Single-Crystal TiO 2 Nanowires*. 12372–12375.

White, L. M., Kim, H., Zhang, J., Kraemer, S., Yavuz, C. T., Moskovits, M., … Stucky, G. D. (2013). *Journal of Materials Chemistry A*. 6091–6098. https://doi.org/10.1039/c3ta01403g

Wu, J. (2004). *Low-temperature preparation of titania nanorods through direct oxidation of titanium with hydrogen peroxide*. *269*, 347–355. https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2004.05.023

Wu, J., Hayakawa, S., Tsuru, K., & Osaka, A. (2002). *Nanocrystalline Titania Made from Interactions of Ti with Hydrogen Peroxide Solutions Containing Tantalum 2002*. 2–4.

Wu, J., & Qi, B. (2007). *Low-Temperature Growth of a Nitrogen-Doped Titania Nanoflower Film and Its Ability To Assist Photodegradation of Rhodamine B in Water*. *6*, 666–673.

Wu, J., & Zhang, T. (2005). *Large-Scale Preparation of Ordered Titania Nanorods with Enhanced Photocatalytic Activity*. (16), 6995–7002.

Wu, X., Jiang, Q., & Ma, Z. (2005). *Synthesis of titania nanotubes by microwave irradiation*. *136*, 513–517. https://doi.org/10.1016/j.ssc.2005.09.023

Xue, B., Sun, T., Mao, F., Sun, L., Yang, W., Xu, Z., & Zhang, X. (2011). *Facile synthesis of mesoporous core-shell TiO 2 nanostructures from TiCl 3*. *46*, 1524–1529. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2011.05.019

Yan, X., Kang, J., Gao, L., Xiong, L., & Mei, P. (2013). Applied Surface Science Solvothermal synthesis of carbon coated N-doped TiO 2 nanostructures with enhanced visible light catalytic activity. *Applied Surface Science*, *265*, 778–783. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.11.111

Yi, G., Moon, J. H., & Yang, S. (2001). *Ordered Macroporous Particles by Colloidal Templating*. (20), 2613–2618.