

METODE SINTESIS NANOPARTIKEL-TiO₂ : A REVIEW

Lilis Karlina¹, Hary Sanjaya², Septian Budiman³
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 berstruktur nano. Metode penelitian yang digunakan yaitu studi literatur atau studi kepustakaan. Hasil reviews menunjukkan bahwa TiO₂ dapat disintesis dengan berbagai metode yaitu hidrotermal, solvothermal, sol-gel, oksidasi langsung, deposisi uap kimia, elektrodeposisi, sonokimia dan gelombang mikro. Fasa struktur Kristal yang banyak didapatkan yaitu fasa anatase.

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

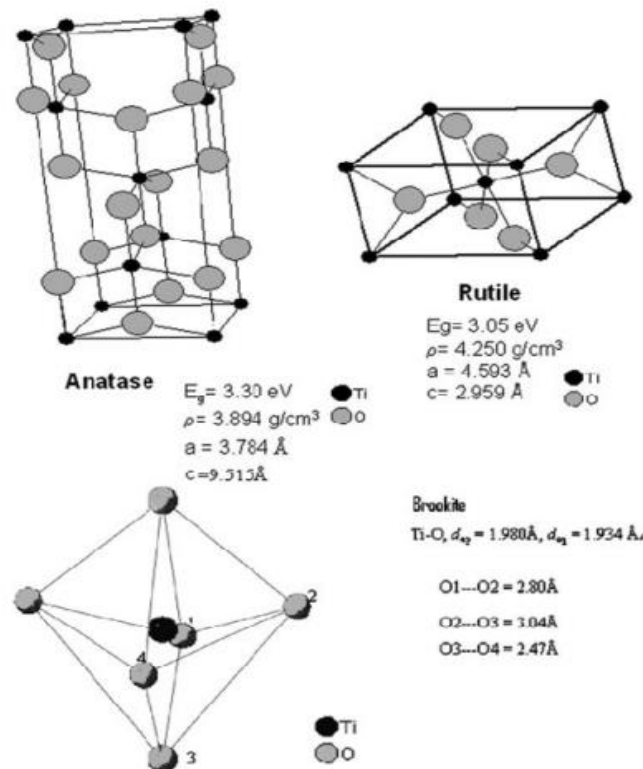
PENDAHULUAN

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)

TiO_2 terdapat dalam tiga bentuk struktur, mempunyai tiga fasa Kristal yaitu anatase, Rutile, dan Brookite (Gambar. 1) (Li, Bono, Krishnaiah, & Collin, 2008). Pertama, TiO_2 jenis anatase memiliki struktur Kristal yang sesuai dengan sistem tetragonal (dipiramida) dan dapat digunakan sebagai fotokatalis dibawah sinar UV. Kedua, TiO_2 tipe Rutile juga memiliki struktur Kristal tetragonal (prismatik). Titanium pada tipe ini lebih banyak digunakan sebagai pigmen putih pada cat. TiO_2 . Terakhir, TiO_2 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 800°C , 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 TiO_2 merupakan bahan serbaguna yang dapat digunakan dalam aplikasi berbagai produk seperti pigmen cat, lotion tabir surya, elektroda elektrokimia, kapasitor, dan bahkan juga digunakan sebagai pewarna makanan dan dalam pasta gigi (Meacock, Anthon, & Knowles, 1997). Secara umum, TiO_2 lebih banyak diminati dalam bentuk anatase dikarenakan 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 TiO_2 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 solvothermal (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 TiO_2 . Ulasan ini akan berfokus pada berbagai metode sintesis yang digunakan dalam menghasilkan nanopartikel TiO_2 dan karakterisasi TiO_2 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 literatur 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

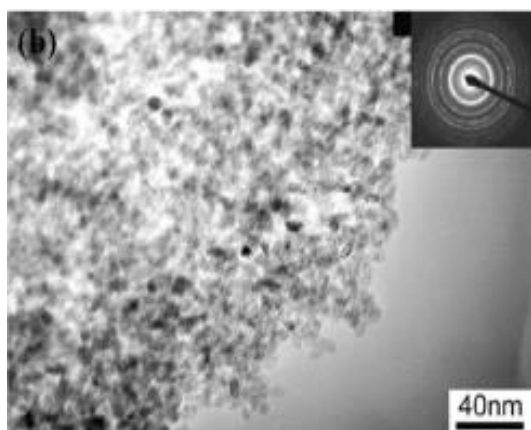
Metode	Material	Hasil
Hidrotermal	Titanium (IV) Butoksida	Fasa Anatase, diameter rata-rata 3-4 nm
Solvothermal	MilliQ 18.2 M Ω	Fasa Anatase, 10-15 nm,
Sol-gel	Titanium (IV) Butoksida	Fasa anatase, rentang lebar 30-50 nm
Oksidasi Langsung	Plate Ti	Fasa anatase dan rutil, ukuran 8,4 dan 11,5 nm
Deposisi Uap Kimia	Titanium (IV) Isopropoksida	Fasa anatase, tebal film 975 nm
Elektrodeposisi	TiCl ₃ , template Membrane Alumina Anodik (AAM)	Fasa anatase
Sonokimia	TiOCl ₂	Fasa rutil 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

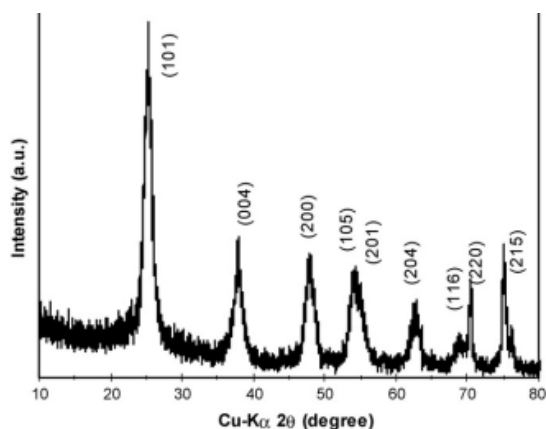
A. Metode Hidrotermal

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 sangat 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, ditambahkan air suling 40 mL ke dalam larutan dan di aduk pada suhu kamar selama 5 menit. Kemudian, larutan di masukkan ke dalam autoklaf stainless steel berlapis teflon dan dipanaskan pada suhu 130°C 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 100°C 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 menunjukkan puncak yang agak tajam menunjukkan 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)



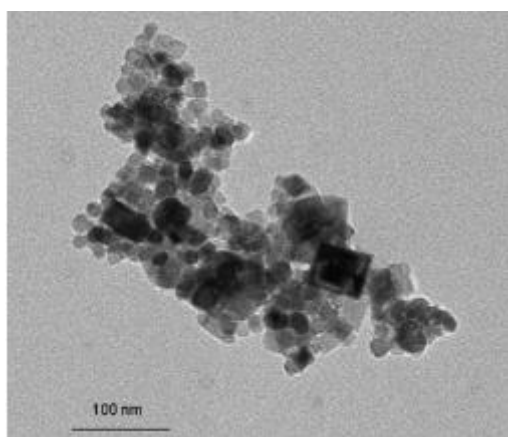
Gambar 3 Pola difraksi sinar-X TiO_2 anatase mesopori (Pavasupree et al., 2008)

B. Metode Solvothermal

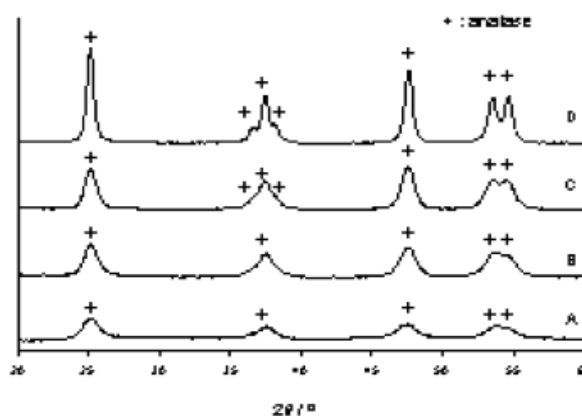
Metode solvothermal hampir sama dengan metode hidrotermal namun pembedanya pada metode ini adalah pelarut yang digunakan tidak mengandung air. Suhu yang digunakan pada metode ini dapat dinaikkan lebih tinggi dibandingkan dengan metode hidrotermal, karena berbagai pelarut organik dengan titik didih tinggi dapat dipilih. Metode solvothermal 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 TiO_2 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 TiO_2 yang dibuat dengan metode solvotermal dapat dilihat pada Gambar 6 (Wahi et al., 2006).



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



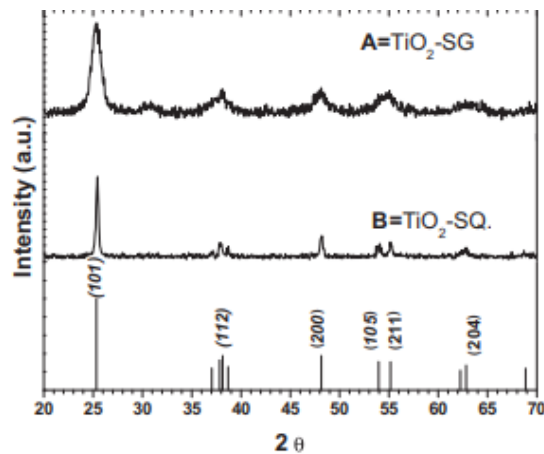
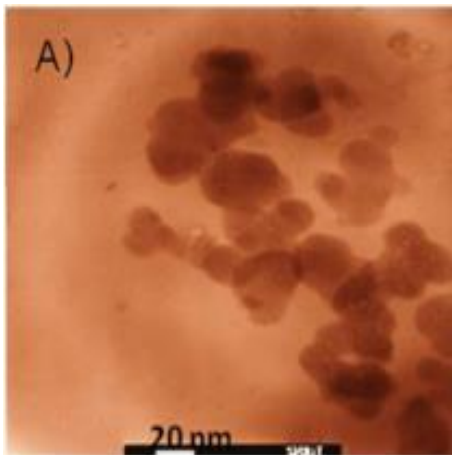
Gambar 5 spektrum difraksi sinar-X anatase solvotermal dihasilkan di (A) 140°C, (B) 150°C, (C) 220°C, dan (D) 300°C (Wahi et al., 2006).

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 berupa garam logam anorganik atau senyawa 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 substrat dengan pelapisan spin dan pelapisan celup. Gel basah kemudian akan terbentuk saat sol di cetak ke dalam cetakan, dan gel basah diubah menjadi sebuah keramik padat dengan penengrangan lebih lanjut dengan perlakuan 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 ke dalam rentang viskositas yang tepat. Serbuk keramik ultrahalus 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 titanium (IV) butoksida, air deionisasi dan asam nitrat pekat (DEQ). Pada gambar 6 menunjukkan hasil mikroskop elektron transmisi TiO_2 yang dibuat dengan metode sol-gel. Teknik ini mengkonfirmasi kemampuan untuk memperoleh partikel TiO_2 berukuran nano namun rentangnya lebar 50-30 nm. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6. Hasil analisis difraksi sinar-X TiO_2 menggunakan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 400°C selama 4 jam dan berdasarkan gambar dapat dilihat bahwa yang diperoleh yaitu Kristal refleksi anatase, dapat dilihat pada gambar 7 (Ángel-sanchez, Vázquez-cuchillo, Aguilar-elguezabal, & Cruz-lópez, 2013)



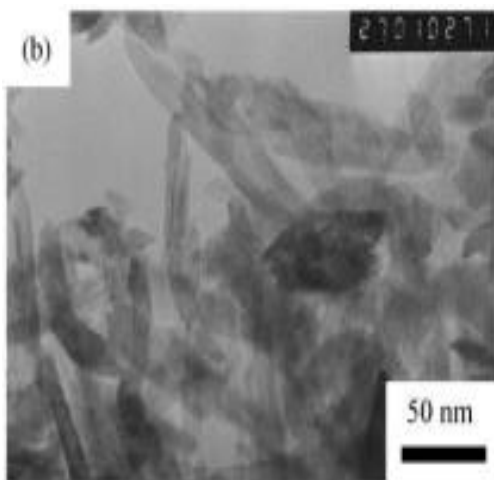
Gambar 6 Morfologi TEM TiO_2 dengan metode sol-gel dan kalsinasi pada suhu 400°C (Ángel-sanchez et al., 2013).

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

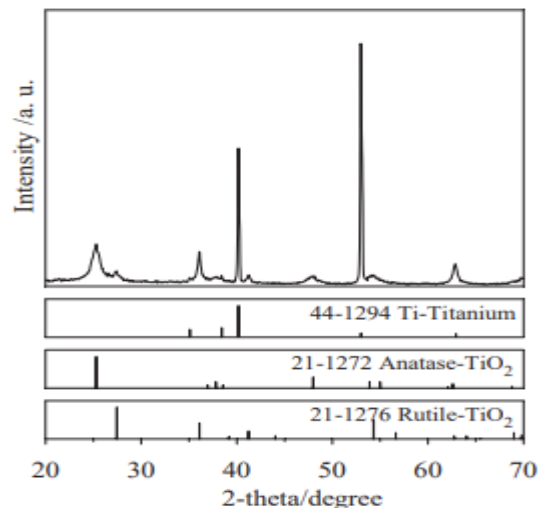
D. Metode Oksidasi Langsung

TiO₂ berstruktur nano dapat diperoleh dengan oksidasi logam titanium menggunakan oksidan atau di bawah anodisasi. Nanorod TiO₂ 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 H₂O₂ 30% pada 353°K selama 72 jam. Pembentukan kristal TiO₂ terjadi melalui mekanisme presipitasi disolusi, dengan penambahan garam anorganik NaX (X = F, Cl, dan SO₄²⁻), fase kristal nanorods TiO₂ dapat dikontrol. Penambahan F⁻ dan SO₄²⁻ membantu proses pembentukan anatase murni, sedangkan penambahan Cl mendukung pembentukan rutil. Hasil morfologi TEM nanorods TiO₂ menggunakan metode oksidasi langsung pada gambar 8 menunjukkan 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 rutil (1 0 1) yang terletak pada $2\theta = 36.08^\circ$ yang sangat kuat, menunjukkan pertumbuhan rutil yang berorientasi sepanjang bidang (1 0 1). Ukur dari ksritalit anatse dan rutil 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 TiO₂ dengan metode oksidasi langsung pelat Ti dengan larutan H₂O₂ (J. Wu, 2004).



Gambar 9 Pola difraksi sinar-X nanopartikel TiO₂ dengan metode oksidasi langsung (J. Wu, 2004).

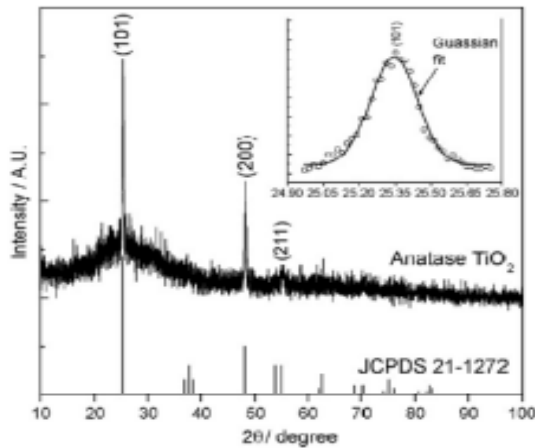
E. Deposisi Uap Kimia

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).

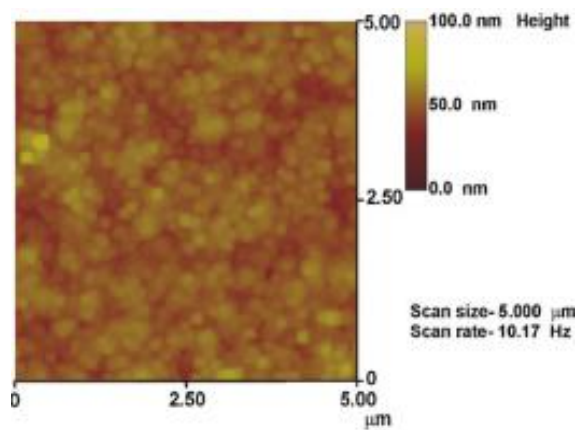
Djerja dkk. (Djardj, Tonejc, Bijelic, Vranesa, & Turkovic, 2005) telah melakukan penelitian nanokristalin TiO_2 films oleh CVD pada substrat yang berbeda dengan suhu relatif rendah 320°C menggunakan TiCl_4 sebagai prekursor dan menemukan bahwa sifat substrat mempengaruhi ukuran dan distribusi nanograin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

Gambar 11 merupakan pola difraksi sinar-X film TiO_2 (dibuat pada substrat kaca suhu 400°C) yang terekam pada kisaran sudut difraksi $10\text{--}100^\circ$. Pencocokan nilai yang diamati dan nilai standar menegaskan bahwa film yang diendapkan adalah TiO_2 anatase fasa murni dengan struktur tetragonal (Shinde & Bhosale, 2008). Studi difraksi sinar-X menegaskan sifat polikristalin TiO_2 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 TiO_2 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 400°C) lapisan tipis TiO₂ anatase pada kaca soda kapur (Shinde & Bhosale, 2008).

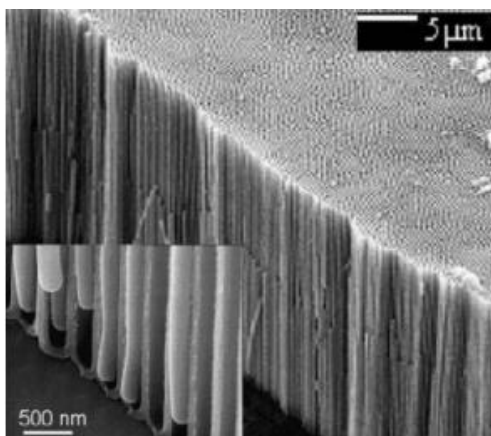


Gambar 11 Analisis *Atomic Force Microscopy* (AFM) lapisan tipis TiO₂ dengan metode deposisi uap kimia (suhu 400°C) (Shinde & Bhosale, 2008).

F. Metode Elektrodposisi

Elektrodposisi 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 elektrodposisi (Lee et al., 2009) (Liu et al., 2013). Proses elektrodposisi dilakukan dalam larutan TiCl₃ 0,2 M dengan pH 2 dengan pendekatan elektrodposisi berdenyut, dan titanium atau senyawanya diendapkan ke dalam pori-pori AAM. Pemanaskan templat yang diendapkan pada suhu 500°C 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)

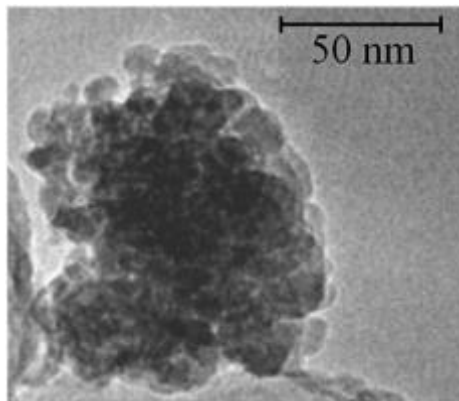
G. Metode Sonokimia

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 kavitas akustik pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan ledakan gelembung dalam cairan (Ningsih, 2016).

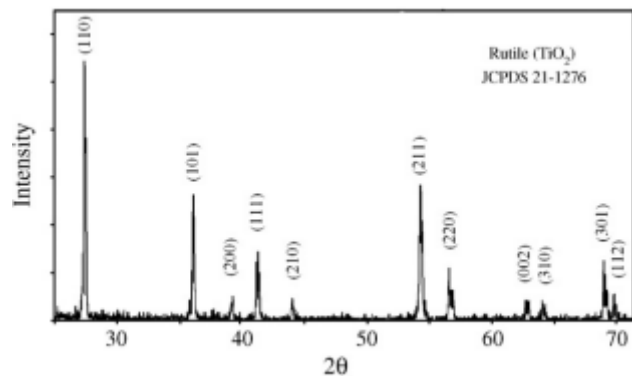
Dalam prosedur khusus untuk pembuatan partikel nano TiO_2 , 0,5 g pelet TiO_2 dilarutkan ke dalam 30 mL larutan NaOH 10 M dengan pengadukan kuat pada suhu kamar selama 2 jam. Kemudian larutan kekuningan disinari dalam penangas ultrasonik (Power Sonic 405, 40 kHz dan 350 W) selama 2 jam pada suhu lingkungan. Endapan yang dihasilkan kemudian disentrifugasi, dicuci dan didekantasi dengan air deionisasi beberapa kali dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam (Arami et al., 2007).

Nanopartikel TiO_2 yang dihasilkan dengan diameter rata-rata sekitar 20 nm, ukuran kristal rata-rata 15 nm dan luas permukaan spesifik BET 78,88 m^2/g , dibuat melalui metode sonokimia sederhana dan perlakuan awal dalam larutan berair 10 M NaOH. Hasil morfologi nanopartikel TiO_2 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 Na_2TiO_3 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 TiO_2 dengan metode sonokimia (Arami et al., 2007).

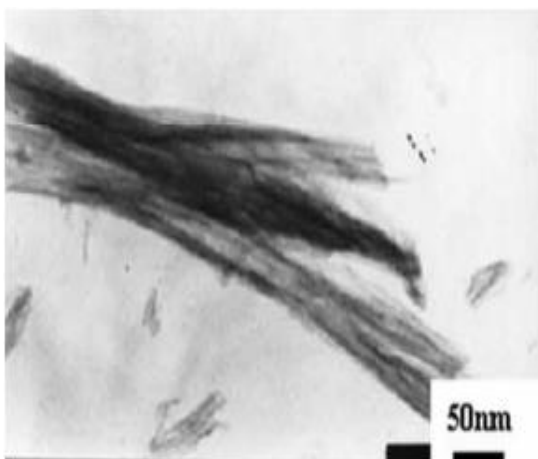
H. Metode Gelombang Mikro

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.

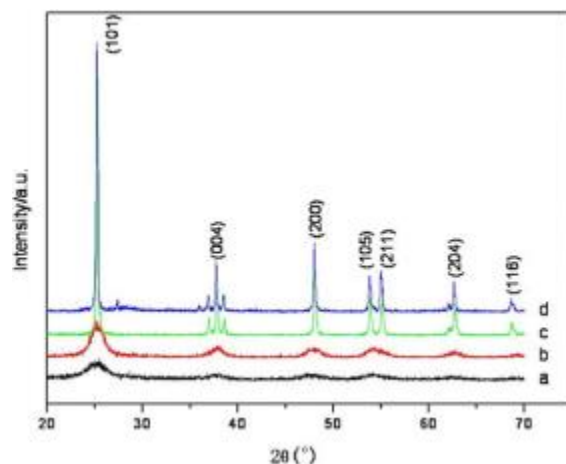
Radiasi gelombang mikro diterapkan untuk menyiapkan berbagai struktur nano TiO_2 (Corradi et al., 2005)(Russo et al., 2013)(Barnard & Zapol, 2004)(Kruth, Hansen, Beweries, & Brüser, 2013). Sebagai contoh, sintesis TiO_2 telah dilakukan dengan hidrolisis paksa dalam kondisi hidrotermal mulai dari larutan TiOCl_2 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 ($P_{\text{max}}=14$ 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 diperoleh 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 110°C (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 TiO₂ dengan metode gelombang mikro (X. Wu et al., 2005).



Gambar 16 Pola difraksi sinar-X nanopartikel TiO₂ dengan metode gelombang mikro (X. Wu et al., 2005).

KESIMPULAN

Dalam ulasan ini, kami merangkum kemajuan dalam sintesis TiO_2 berstruktur nano. 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 anatase dengan diameter rata-rata 3-4 nm, solvothermal menghasilkan fasa anatase dengan ukuran 10-15 nm, metode sol-gel menghasilkan fasa anatase dengan rentang lebar 30-50 nm. Metode oksidasi langsung menghasilkan campuran fasa anatase dan rutil, deposisi uap kimia dengan fasa anatase murni, elektrodeposisi juga fasa anatase murni, sonokimia menghasilkan fasa rutil 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 rutil dengan ukuran partikel di bawah 14 nm. Dengan demikian, TiO_2 membuka peluang besar untuk dikembangkan lebih lanjut, khususnya terkait aplikasi berkaitan dengan sifat optik. Kemajuan berkelanjutan dalam sintesis dan modifikasi TiO_2 berstruktur nano 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-sánchez, 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., & Sadrnezhad, 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). *Titanium 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 TiO₂ 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-Sensitized 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 TiO₂ 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-TiO₂ 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 TiO₂ nanopowders*. 43, 149–157. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2007.02.028>
- Russo, P. A., Lima, S., Rebutini, 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 TiO₂ 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 TiO₂ 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 TiO₂ 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 TiO₂ 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 TiO₂ 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 TiO₂ nanostructures from TiCl₃*. 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 TiO₂ 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.