

## Identifikasi Struktur Kristal Serbuk Titanium Dioksida Berbahan Dasar Serbuk TI Yang Disintesis Menggunakan Metode Terlarut Asam

**Vicran Zharvan<sup>1</sup>, Nurhayati<sup>2</sup>, Husain<sup>3</sup>, Hasnidar<sup>4</sup>, Nurfajriani Muin<sup>5</sup>**

Universitas Negeri Makassar  
Email: vicran.zharvan@unm.ac.id

**Abstrak.** Sintesis material serbuk TiO<sub>2</sub> telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode logam terlarut asam. Serbuk TiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan logam Ti dan larutan HCl pada temperatur kerja 700°C. Hasil analisis menunjukkan bahwa serbuk TiO<sub>2</sub> merupakan material *polimorf* dengan fasa *rutile* dan *anatase*. Identifikasi mengenai struktur kristal dilakukan dengan menggunakan metode penghalusan *rietveld* dan diperoleh nilai parameter kisi untuk fasa *rutile* adalah  $a = (4.596252 \pm 0.000308) \text{ \AA}$ ,  $b = (4.596252 \pm 0.000308) \text{ \AA}$  dan  $c = (2.961413 \pm 0.000222) \text{ \AA}$  dan untuk fasa *anatase* adalah  $a = (3.815013 \pm 0.003667) \text{ \AA}$ ,  $b = (3.815013 \pm 0.003667) \text{ \AA}$  dan  $c = (9.444517 \pm 0.015758) \text{ \AA}$  dengan nilai *GoF* sebesar 2.01.

**Kata Kunci:** TiO<sub>2</sub>, Anatase, Rutile, Rietveld, Struktur Kristal.

### PENDAHULUAN

Material titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan bahan semikonduktor yang sering digunakan dalam beberapa aplikasi seperti sel surya, cat, farmasi dan aplikasi fotokatalis (Ayllon, et al., 1999). Jika dilihat dari struktur kristal yang dimiliki, material TiO<sub>2</sub> merupakan material *polimorf* yang terdiri atas tiga fasa yakni : *brookite*, *rutile* dan *anatase*. Di antara fasa-fasa tersebut, fasa *rutile* merupakan fasa yang stabil (Reyes-Coronado, et al., 2008). Dalam melakukan sintesis serbuk TiO<sub>2</sub> dapat dilakukan dengan beberapa cara seperti : metode kopresipitasi, sol-gel, pembakaran dan logam terlarut asam (Zharvan, Daniyati, Ichzan AS, Yudoyono, & Darminto, 2014) (Kiswanti & Pratapa, 2013).

Dalam penentuan identifikasi struktur kristal dari suatu bahan dapat digunakan metode difraksi sinar-X. Hasil identifikasi menggunakan prinsip ini akan memberikan informasi mengenai struktur kristal dari bahan yang diidentifikasi. Analisis lanjutan terkait komposisi fasa dapat dilakukan dengan dua buah cara yakni secara kualitatif dan kuantitatif (Rietveld, 1969) (Toby, 2006). Identifikasi secara kualitatif dilakukan dengan mencocokkan pola difraksi yang diperoleh dengan pola difraksi dari *database* yang telah diarsipkan sedangkan penentuan struktur kristal lebih lanjut terkait parameter – parameter kristal dapat diidentifikasi menggunakan metode penghalusan *Rietveld*.

Berdasarkan hasil kajian literatur, masih sedikit informasi yang dapat diperoleh terkait sintesis serbuk  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode logam terlarut asam. Olehnya, pada penelitian ini akan dilakukan identifikasi awal mengenai sintesis serbuk  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan metode logam terlarut asam pada suhu proses  $750^\circ\text{C}$ . Serbuk  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh selanjutnya akan diidentifikasi terkait informasi fasa dan parameter kisi.

## METODE PENELITIAN

### 1. Sintesis serbuk $\text{TiO}_2$

Serbuk titanium (Ti) sebanyak 4 gram dilarutkan ke dalam 50 ml HCl 37% (*Mallinckrodt*) kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 2 jam pada temperatur tetap  $70^\circ\text{C}$ . Larutan kemudian ditetaskan dengan  $\text{NH}_4\text{OH}$  25% (*Merck*) hingga diperoleh pH 9 kemudian diaduk selama 24 jam. Larutan hasil pendiaman selama 24 jam kemudian dicuci menggunakan akuades hingga diperoleh pH 7. Larutan selanjutnya dikeringkan hingga didapatkan endapan berwarna putih. Endapan putih yang diperoleh kemudian digerus hingga halus lalu dipanaskan pada temperatur  $700^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Serbuk hasil pemanasan selanjutnya digerus hingga halus dan dikarakterisasi menggunakan metode difraksi sinar-x.

### 2. Karakterisasi difraksi sinar-x

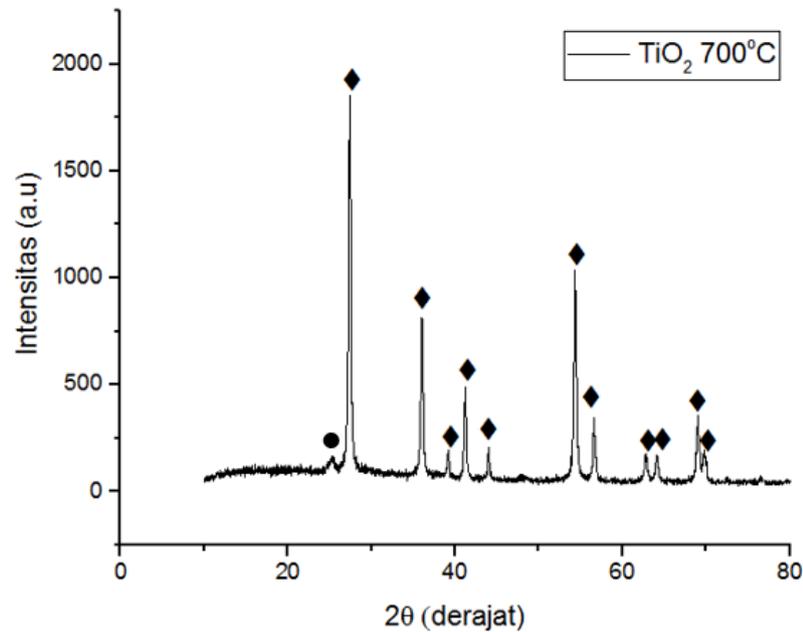
Serbuk  $\text{TiO}_2$  yang telah disintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan metode difraksi sinar-x untuk mengetahui fasa dan struktur kristal (parameter-parameter kisi) yang terbentuk. Karakterisasi difraksi sinar-x dilakukan dengan menggunakan alat *Rigaku Miniflex II* dengan panjang gelombang  $\text{CuK}\alpha = 1.540598\text{\AA}$  dan sudut pendifraksi mulai dari  $2\theta=10^\circ$  hingga  $2\theta=80^\circ$

### 3. Analisis data difraksi sinar-x

Data hasil karakterisasi difraksi sinar-x yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan perangkat lunak *Match!* untuk mengidentifikasi fasa yang terkandung. Lebih lanjut, penentuan parameter – parameter kisi diperoleh menggunakan metode *Rietveld refinement* yang terintegrasi melalui perangkat lunak *rietica*.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil karakterisasi difraksi sinar-x dari serbuk  $\text{TiO}_2$  dapat dilihat pada gambar 1. Data difraksi sinar-x dari serbuk  $\text{TiO}_2$  menunjukkan nilai intensitas yang tinggi pada puncak-puncak pendifraksi yang menunjukkan bahwa sampel yang diperoleh memiliki tingkat kekristalan yang baik (Didik Prasetyoko, 2012).

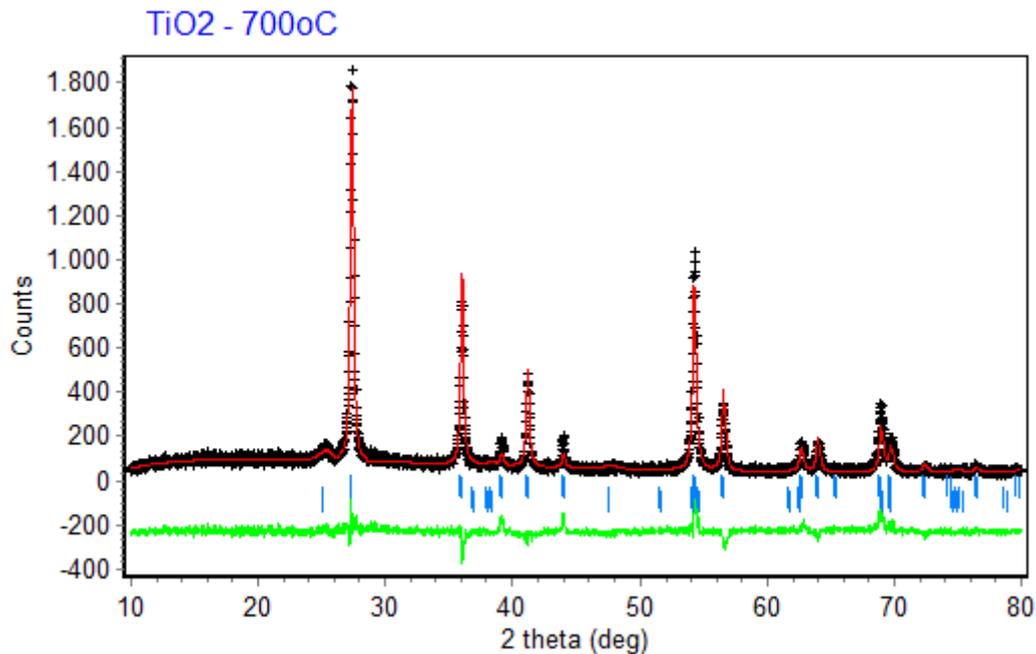


Gambar 1. Pola difraksi material  $\text{TiO}_2$  (● = *anatase*, ◆ = *rutile*)

Analisis lebih lanjut mengenai identifikasi fasa menggunakan perangkat lunak *Match!* menunjukkan bahwa serbuk  $\text{TiO}_2$  yang disintesis merupakan material berfasa banyak (*polimorf*) dengan fasa yang berkesesuaian dengan puncak-puncak pendifraksi adalah fasa *rutile* (nomor *database* 96-900-9084) dengan puncak karakteristik  $2\theta = 36.03^\circ$  (Joni, Nulhakim, & Panatarani, 2018) dan fasa *anatase* (nomor *database* 96-100-0943) dengan komposisi fasa *rutile* sebesar 96.6% dan *anatase* sebesar 3.4%. Terlihat bahwa pada pemberian temperatur kalsinasi  $700^\circ\text{C}$  fasa *rutile* telah dominan terbentuk (Aristanti, Supriyatna, Masduki, & Soepriyanto, 2019). Identifikasi terkait informasi parameter kisi dapat diketahui dengan menggunakan metode penghalusan *Rietveld* (*Rietveld refinement method*). Hasil analisis *refinement* dapat dilihat pada tabel 1 berikut :

Tabel 1. Hasil penghalusan serbuk  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode *rietveld*

Fasa	Parameter Kisi			Rp	Rwp	Go F
	a(Å)	b(Å)	c(Å)			
<i>Rutile</i>	$4.596252 \pm 0.00030$	$4.596252 \pm 0.00030$	$2.961413 \pm 0.00022$	11.0	14.3	2.0
	8	8	2			
<i>Anatas e</i>	$3.815013 \pm 0.003$	$3.815013 \pm 0.003$	$9.444517 \pm 0.015$	6	7	1
	667	667	758			



Gambar 2. Grafik hasil penghalusan serbuk TiO<sub>2</sub>

(-- = data terukur, - - = data terhitung, -- =selisih antara data terukur dan data terhitung)

Proses penghalusan bertujuan untuk mendapatkan hasil yang lebih spesifik mengenai karakteristik dari suatu bahan. Adapun karakteristik yang dimaksud merupakan nilai parameter kisi dari bahan yakni panjang kisi pada sumbu *a*, *b* dan *c*. Pada tabel 1 memberikan nilai parameter kisi untuk fasa *rutile* dan *anatase*. Nilai penerimaan hasil penghalusan menggunakan metode *Rietveld* dapat diperoleh dengan mempertimbangkan dua aspek. Aspek nilai kuantitatif dan kualitatif. Berdasarkan hasil kuantitatif diperoleh nilai *R<sub>p</sub>*, *R<sub>wp</sub>* dan *Goodnes of Fit (GoF)* berturut-turut adalah 11.06, 14.37 dan 2.01 yang sesuai dengan kriteria yang ditetapkan yakni nilai *R<sub>p</sub>* dan *R<sub>wp</sub>* di bawah 20 dan nilai *GoF* di bawah 4.00 (Rietveld, 1969) dan hasil kualitatif dapat diperoleh dengan memperhatikan secara visual grafik hasil penghalusan pada gambar 2 (Toby, 2006). Pada gambar 2 terlihat kecocokan antara data terukur dan data terhitung.

## KESIMPULAN

Serbuk TiO<sub>2</sub> telah berhasil disintesis menggunakan metode logam terlarut asam pada temperatur kalsinasi 700°C. Hasil analisis fasa menunjukkan bahwa serbuk TiO<sub>2</sub> yang diperoleh memiliki dua fasa yakni fasa *rutile* sebanyak 96.6% dan fasa *anatase* sebanyak 3.4% dengan nilai parameter kisi *a*, *b* dan *c* untuk fasa *rutile* adalah *a* = (4.596252±0.000308)Å, *b* = (4.596252±0.000308) Å dan *c* = (2.961413±0.000222) Å dan untuk fasa *anatase* adalah *a* = (3.815013±0.003667) Å, *b* = (3.815013±0.003667)Å dan *c* = (9.444517±0.015758) Å dengan nilai *GoF* sebesar 2.01. Penelitian selanjutnya

akan mengidentifikasi temperatur optimum dalam menentukan fasa TiO<sub>2</sub> terbaik dalam aplikasi fotokatalis.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih untuk Universitas Negeri Makassar yang telah memberikan bantuan dana penelitian melalui skema PNBP Fakultas dengan nomor kontrak 830/UN36.11/LP2M/2022.

### REFERENSI

- Aristanti, Y., Supriyatna, Y. I., Masduki, N. P., & Soepriyanto, S. (2019). Effect of Calcination Temperature on the Characteristics of TiO<sub>2</sub> Synthesized from Ilmenite and Its Applications for Photocatalysis. *The 2nd Mineral Processing and Technology International Conference* (hal. 1-8). IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.
- Ayllon, J., Figueras, A., Gerelik, S., Spirkova, L., Durand, J., & Cot, L. (1999). Preparation of TiO<sub>2</sub> Powder Using Titanium Tetraisopropoxide Decomposition in a Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD) Reactor. *Journal of Materials Science Letters*, 1319-1321.
- Didik Prasetyoko, N. A. (2012). Phase Transformation of Rice Husk Ash in the Synthesis of ZSM-5 without Organic Template. *ITB Journal of Science*, 250-262.
- Joni, I. M., Nulhakim, L., & Panatarani, C. (2018). Characteristics of TiO<sub>2</sub> particle Prepared by Simple Solution Method Using TiCl<sub>3</sub> Precursor. *3rd Padjajaran International Physics Symposium* (hal. 1-5). IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series.
- Kiswanti, E. A., & Pratapa, S. (2013). Sintesis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Menggunakan Metode Logam-Terlarut Asam. *Jurnal Sains dan Seni POMITS*, 2337-3520.
- Reyes-Coronado, D., Rodriguez-Gattorno, G., Espinosa-Pesqueira, M. E., Cab, C., de Coss, R., & Oskam, G. (2008). phase-pure TiO<sub>2</sub> Nanoparticles : Anatase, Brookite and Rutile. *Nanotechnology* , 1-10.
- Rietveld, H. M. (1969). A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 65-71.
- Toby, B. H. (2006). R factors in rietveld analysis: How good is good enough ? *Powder Diffraction*, 67-70.
- Zharvan, V., Daniyati, R., Ichzan AS, N., Yudoyono, G., & Darminto, D. (2014). Study on Fabrication of TiO<sub>2</sub> Thin Films by Spin Coating Method and Their Optical Properties. *ICTAP* (hal. 1-4). Bali: AIP Publishing.