ANALISIS PENYERAPAN OPTIK DAN MORFOLOGI TiO₂ YANG DISINTESIS MENGGUNAKAN METODE DEPOSISI FASA CAIR BERBANTUAN GELOMBANG MIKRO

Mahagi Putra Deraf¹, Ari Sulistyo Rini^{2,*}, Yanuar Hamzah², Usman Malik², Akrjas Ali Umar³

¹ Mahasiswa Program Studi S1 Fisika FMIPA, Universitas Riau, Indonesia ²Dosen Jurusan Fisika FMIPA, Universitas Riau, Indonesia ³Institute of Microengineering and Nanoelectronics, Universiti Kebangsaan Malaysia, Selangor, Malaysia

*E-mail korespondensi: ari.sulistyo.rini@gmail.com

ABSTRACT

The titanium dioxide (TiO_2) thin film in various layer has been successfully synthesized using the microwave-assisted liquid phase deposition method. In this research, ammonium hexafluorititanate and hexamethylenetetramine were used as precursore and surfactants, respectively. The Optical absorption showed that thicker sample layer has greater absorbance value. The absorption peak occurs in the wavelength range of 350-380 nm and the highest absorption value of samples was obtained in samples with 5 layers which are equal to 5.2 a.u with a large energy gap value (Eg > 3.3 eV). FESEM images showed the single layer sample has porous surface with particle size of 80-100 nm. More sample layers have less pore on surface due to particles growing on the FTO substrate.

Keywords: Titanium dioxide (TiO₂), Liquid phase deposition, Microwave, Absorption

ABSTRAK

Lapisan tipis titanium dioksida (TiO_2) dengan variasi lapisan telah berhasil disintesis menggunakan metode deposisi fasa cair berbantuan gelombang mikro. Dalam penelitian ini, ammonium hexafluorititanate dan hexamethylenetetramine digunakan sebagai prekursor dan surfaktan. Penyerapan optik menunjukkan bahwa semakin tebal lapisan sampel, maka semakin besar nilai absorbansi. Puncak penyerapan terjadi dalam kisaran panjang gelombang 350-380 nm dan nilai penyerapan tertinggi didapat dengan sampel 5 lapisan yaitu 5,2 a.u dengan nilai celah energi besar 3 (Eg > 3). Gambar FESEM menunjukkan sampel dengan satu lapisan memiliki permukaan berpori dan memiliki ukuran partikel 80-100 nm. Semakin banyak lapisan akan lebih sedikit pori pada permukaan karena partikel akan banyak tumbuh pada substrat FTO.

Kata kunci: Titanium dioksida (TiO₂), Deposisi fasa cair, Gelombang mikro, Absorbansi

PENDAHULUAN

TiO₂ termasuk salah satu material yang banyak diteliti karena sifat kimia, fisika, optik dan kelistrikan yang menarik. Sejauh ini terdapat banyak aplikasi yang melibatkan TiO₂ seperti penjernih air [1], komponen elektronik, fotokatalis dan solar cell [2]. TiO₂ juga sering digunakan sebagai lapisan aktif pada dyesensiteized solar cell [3,4]. Sintesis titanium dioksia (TiO₂) telah mengalami banyak modifikasi metode sejak dulu hingga saat ini. Terdapat banyak metode untuk pembuatan lapisan TiO₂ diantaranya spray pyrolisis, spincoating, sputtering dan deposisi elektrokimia [5]. Sintesis TiO₂ juga sudah pernah dilakukan dengan metode hidrotermal dan sol-gel menggunakan bermacam-macam prekursor seperti titanium diisopropoxide bis (acetylacetonate) (TTDB), titanium isopropoxide (TTIP), dan tetrabutyl titanate (TBOT) [5]. Namun, diperlukan waktu yang cukup lama untuk mendapatkan kristalinitas TiO_2 yang diinginkan (umumnya fasa anatase dan rutil).

Metoda hidrotermal dapat dilakukan dengan bantuan gelombang mikro. Metoda gelombang mikro ini menawarkan suatu metode yang cepat, hemat energi dan efisien untuk menyediakan berbagai ienis nanomaterial yang berguna [6]. Metode gelombang mikro juga dapat digabungkan dengan metode sintesis sol-gel [6] dan swasusun (self-assembly) dengan menambahkan penyusun nanopartikel untuk agen mendapatkan morfologi yang diinginkan [4,7].

Metoda deposissi fasa cair berbantuan *mikrowave* merupakan metoda sintesis yang cepat, hemat energi dan efisien. Selain dapat menurunkan waktu reaksi, metode iradiasi mikrowave memiliki keunggulan dimana mikrostruktur nanomaterial yang terbentuk dapat diatur dan memiliki sifat-sifat yang unik. Sintesis material berbantuan mikrowave juga terbukti dapat meningkatkan sifat katalisis suatu bahan dibandingkan dengan metode konvensional [8].

Metoda penyediaan nanopartikel dengan bantuan iradiasi gelombang mikro pada dasarnya mirip dengan metoda pemanasan konvensional. Perbedaannya adalah gelombang pemanasan dielektrik mikro menggunakan kemampuan dari cairan dan padatan untuk mengubah radiasi elektromagnetik menjadi panas untuk dapat menggerakkan reaksi kimia. Pelarut polar seperti air, dapat dipanaskan dengan cepat ketika diiradiasi dengan gelombang mikro dimana air memiliki nilai dielektrik konstant 80.4 dan faktor kehilangan 0.123.

Teknik *mikrowave* dapat digunakan untuk mensintesis hampir semua bentuk logam dan oksida logam. Mekanisme reduksi yang bersamaan dengan deposisi nanopartikel ke atas serbuk oksida logam Al₂O₃ telah dilakukan melalui analisa hamburan sinar-x sudut kecil (SAXS) [9]. Pemanasan gelombang mikro menunjukkan pengurangan waktu reaksi secara drastis, ukuran partikel lebih seragam dan pengujiannya sebagai katalis menunjukkan bahwa material yang dihasilkan memiliki aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan metode konvensional [10].

Sejauh ini, teknik pelapisan TiO₂ menggunakan teknik iradiasi gelombang mikro masih jarang dilakukan. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis dan deposisi material TiO₂ secara in-situ di atas substrat konduktif (*fluorine-doped tin oxide*, FTO) menggunakan metode iradiasi gelombang mikro serta pengaruhnya terhadap sifat optik dan morfologi permukaan nya.

METODE PENELITIAN

Bahan

Ammoniumhexafluortitanate $((NH_4)_2TiF_6)$ (AHT) dan *Hexamethylenetetramine* $(C_6H_{12}N_4)$ (HMT) didapat dari Sigma-Aldrich. AHT berfungsi sebagai prekursor dalam sintesis TiO₂ dan HMT sebagai surfaktan atau agen pembentuk struktur TiO₂ dalam metode iradiasi gelombang mikro. Substrat FTO yang digunakan berasal dari Sigma-Aldrich dengan resistivitas ~13 Ω /persegi. Air Murni (DI water) dengan resistivitas kurang lebih 18,2 M Ω didapatkan dari sistem *Millipore water purification.*

Sintesis dan Deposisi TiO₂ diatas substrat FTO

Proses sintesis TiO₂ dalam penelitian ini menggunakan metode deposisi fasa cair berbantuan gelombang mikro. FTO yang telah dicuci dengan air suling dan disonikasi menggunakan aseton, etanol, dan terakhir distilled water masing-masing selama 15 menit pada suhu dibawah 40°C dimasukan dalam botol sintesis yang telah diisi larutan penumbuh TiO₂ dengan formulasi 8,0 mL larutan Ammonium fluoridetitanate ((NH₄)₂TiF₆) (AHT) dengan konsentrasi 0,05 M dan 2,0 mL Hexamethylenetetramine $(C_6H_{16}N_2)$ (HMT) dengan konsentrasi 0,08 M.

Botol sintesis kemudian dimasukkan ke dalam tabung Teflon lalu dipindahkan ke dalam oven *microwave*. Daya *microwave* yang digunakan adalah sebesar 270 W dengan waktu reaksi 5 menit. Ketebalan lapisan TiO_2 diatur dengan cara melakukan deposisi TiO_2 sebanyak 1 hingga 5 kali. FTO yang telah dilapisi TiO_2 kemudian di *annealing* menggunakan *furnace* pada suhu 400°C selama 1 jam.

Karakterisasi Lapisan TiO₂

Sifat optik dari lapisan tipis di karakterisasi menggunakan spektroskopi UV-Vis Hitachi U-3900H (Lambda 900 Perkin-Elmer) dan morfologi permukaan dikarakterisasi dengan Mikroskop Pindaian Elektron Efek Medan (FESEM) (ZEiSS SUPRA 55VP).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penyerapan Optik



Gambar 1. Spektrum absorbsi UV-Vis dari sampel TiO_2 dengan variasi lapisan.

Spektrum penyerapan UV-Vis dari sampel TiO₂ yang ditumbuhkan menggunakan deposisi metode fasa cair berbantuan gelombang mikro dengan penumbuhan lapisan yang berbeda ditunjukan pada Gambar 1. Spektrum serapan UV-Vis memperlihatkan puncak absorbsi terjadi pada rentang panjang gelombang 300-400 nm yang merupakan karakteristik spektrum absorbsi UV-Vis untuk TiO₂ [11]. Di daerah cahaya tampak ($\lambda > 400$ nm), absorbsi sampel TiO₂ mengalami penurunan dan menjadi datar. Sampel TiO2 dengan satu lapisan memiliki nilai penyerapan paling rendah yaitu sebesar 3,26 a.u. dibandingkan dengan sampel variasi lapisan TiO₂ yang lainnya yaitu sebesar 3,6 a.u. untuk lapisan 2; 3,9 a.u. untuk lapisan 3; 4,3 a.u. untuk lapisan 4; dan 5,2 a.u untuk lapisan 5.

Nilai absorbsi sampel TiO₂ meningkat seiring dengan meningkatnya jumlah lapisan. Hal ini memberi implikasi terjadi penambahan ketebalan, dikarenakan banyaknya atom-atom bahan yang terlibat dalam proses penyerapan berkas cahaya [11]. Puncak penyerapan UV-Vis lapisan TiO₂ yang ditumbuhkan lebih dari 1 lapisan diamati bergeser ke arah panjang gelombang yang lebih besar dan berada pada panjang gelombang sekitar 350-380 nm Dari (mendekati cahava tampak). data absorbansi, dapat ditentukan besarnya nilai celah pita energi TiO₂. Spektrum serapan UVdihasilkan oleh Vis yang sampel semikonduktor memberikan korelasi antara sisi penyerapan fundamental dan energi foton yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektronelektron dari pita valensi ke level energi yang lebih tinggi yaitu pita konduksi.

Energi celah pita optis (Eg) diperoleh dengan mengekstrapolasi kurva hv vs $(\alpha hv)^2$. Perpotongan garis lurus hv pada sumbu-x adalah nilai Eg. Nilai Eg sampel lapisan TiO₂ ditampilkan pada Tabel 1.

Sampel	Energi Celah, eV
Lapisan 1	3.3
Lapisan 2	3.3
Lapisan 3	3.3
Lapisan 4	3.28
Lapisan 5	3.28

Hasil *Eg* yang diperoleh menunjukan bahwa fasa dari TiO_2 adalah anatase karna energi celah pita bernilai besar dari 3 (*Eg* > 3) [12].

Morfologi Permukaan

Gambar 3. merupakan gambar FESEM sampel TiO_2 dengan penumbuhan 1 lapisan dan 3 lapisan diatas FTO. Dari gambar tersebut terlihat bahwa bentuk morfologi sampel berubah setelah dilapisi. Foto FESEM sampel dengan 1 lapisan menunjukan terdapat lebih banyak rongga dibandingkan dengan sampel 3 dengan lapisan yang lebih padat oleh TiO₂. Ukuran partikel TiO₂ bersekitar 80-100 nm diukur menggunakan aplikasi *SmarTiffV2* dan terlihat bahwa bentuk dari partikel nano menyerupai *spherical*. Struktur mesopori terbentuk dari partikel TiO₂ yang teragregasi. Ketika sampel dibuat menjadi 3 lapis, poripori sudah tertutup dan partikel TiO₂ menyebar secara rata diatas permukaan FTO.



Gambar 3. Foto FESEM sampel dengan 1 lapisan (A) dan 3 lapisan (B) dengan perbesaran 30.000 X. Skala : 200 nm

KESIMPULAN

TiO₂ dengan struktur menyerupai spherical telah berhasil ditumbuhkan diatas substrat FTO dengan metode deposisi fasa cair berbantuan iradiasi gelombang mikro. Lapisan dikarakterisasi TiO₂ menggunakan spektroskopi UV-Vis untuk melihat absorpsi sampel dan menentukan nilai energy gap dari sampel TiO₂. Diketahui bahwa absorbsi sampel terjadi pada rentang panjang gelombang 350-380 nm dan nilai absorbsi sampel optimum didapat pada sampel dengan 5 lapisan yaitu sebesar 5,2 a.u. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin banyak lapisan yang terbentuk maka akan sebakin

besar pula nilai absorbsi sampel. *Energy gap* keseluruhan sampel rata-rata menunjukan nilai besar dari 3 yang artinya TiO₂ yang terbentuk berfasa anatase. Karakterisasi FESEM memperlihatkan bahwa sampel TiO₂ memiliki ukuran partikel sebesar 80-100 nm dan struktur yang terbentuk adalah menyerupai *spherical*. Semakin banyak lapisan yang terbentuk maka pori-pori juga semakin tertutup seiring dengan bartambah tebalnya lapisan yang tumbuh pada substrat FTO.

REFERENSI

- G. Lusvardi, C. Barani, F. Giubertoni, and G. Paganelli, "Synthesis and characterization of TiO2nanoparticles for the reduction of water pollutants," *Materials (Basel).*, vol. 10, no. 10, pp. 1– 11, 2017.
- A. Kojima, K. Teshima, Y. Shirai, and T. Miyasaka, "Organometal Halide Perovskites as Visible-Light Sensitizers for Photovoltaic," pp. 6050–6051, 2009.
- A. S. Sulaiman, M. Y. A. Rahman, A. A. Umar, and M. M. Salleh, "Dye-Sensitized Solar Cell Utilizing TiO2 Nanostructure Films: Effect of Synthesis Temperature," *Russ. J. Electrochem.*, vol. 54, no. 1, 2018.
- M. I. Dar, A. K. Chandiran, M. Grätzel, M. K. Nazeeruddin, and S. A. Shivashankar, "Controlled synthesis of TiO2 nanoparticles and nanospheres using a microwave assisted approach for their application in dye-sensitized solar cells," *J. Mater. Chem. A*, vol. 2, no. 6, pp. 1662–1667, 2014.
- J. Qin, Z. Zhang, W. Shi, Y. Liu, H. Gao, and Y. Mao, "The optimum titanium precursor of fabricating TiO2compact layer for perovskite solar cells," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 12, no. 1, 2017.
- G. S. Falk, M. Borlaf, M. J. López-Muñoz, J. C. Fariñas, J. B. Rodrigues Neto, and R. Moreno, "Microwaveassisted synthesis of TiO2 nanoparticles: photocatalytic activity of powders and thin films," *J. Nanoparticle Res.*, vol. 20, no. 2, 2018.
- 7. M. Y. A. Rahman, A. A. Umar, L. Roza, and M. M. Salleh, "Effect of Hexamethylenetetramines (HMT)

Surfactant Concentration on the Performance of TiO2 Nanostructure Photoelectrochemical Cells," *Russ. J. Electrochem.*, vol. 50, no. 10, pp. 1084–1090, 2014.

- 8. G. S. Falk and M. Borlaf, "Microwaveassisted synthesis of TiO 2 nanoparticles : photocatalytic activity of powders and thin films," 2018.
- A. S. Rini, S. Radiman, and M. A. Yarmo, "SAXS and XPS Characterization of Ru/Alumina Catalyst Synthesized by Microwave Irradiation Technique," *Adv. Mater. Res.*, vol. 364, pp. 283–287, Oct. 2011.
- A. S. Rini, S. Radiman, and M. A. Yarmo, "Catalytic activity of Ru-Sn/Al 2 O 3 in reduction reaction of pollutant 4-Nitrophenol," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 983, no. 1, p. 12040, 2018.
- W. Amanati and H. Sutanto, "Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis Bilayer ZnO / TiO₂ Yang Dideposisikan Menggunakan Metode Sol-Gel Spray CoatinG," *Youngster Physic J.*, vol. 3, no. 3, pp. 41– 44, 2014.
- [12] A. Bajili, D. Dahlan, and A. A. Umar, "Sintesis Nanopartikel Titanium Dioksida," *J. Ilmu Fis.*, vol. 8, no. 2, pp. 54–59, 2016.



Artikel ini menggunakan lisensi <u>Creative Commons Attribution</u> 4.0 International License