

Pengaruh Titania yang Didoping Sulfur terhadap Ukuran Partikel

Siti Fadilah, Posman Manurung & Ediman Ginting

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung

Jl.Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1 Gedung Meneng Bandar Lampung 35145

E-mail: posman65@unila.ac.id

Diterima (24 Agustus 2015), direvisi (10 September 2015)

Abstract. This research was aimed to study the influence of sulfur to particle size of titania. Titania (TiO_2) was prepared by sol-gel method. Sulfur doped titania (S-TiO_2) was prepared with composition of tween-80, isopropanol and titanium isopropoxide of 4 gr; 40.15 mL; 3.4 mL respectively. Titania powder was calcined at temperature of 400 °C. The powder was characterized by transmission electron microscopy (TEM). The particle size of titania without and with sulfur is $(13,14 \pm 0,67)$ nm and $(10,14 \pm 0,52)$ nm for S-TiO_2 respectively.

Key Words: titania, sulphur doped, sol gel and nanostructure.

Abstrak. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh titania (TiO_2) yang didoping sulfur terhadap ukuran butiran partikel. Titania disintesis dengan metode sol gel dan kemudian dikalsinasi pada 400 °C. Titania yang didoping sulfur (S-TiO_2) dibuat dengan komposisi tween-80 4 gr; isopropanol 40,15 mL; titanium isopropoksida 3,4 ml dengan variasi H_2SO_4 0 ml untuk TiO_2 dan 5 ml untuk S-TiO_2 . Hasil analisis TEM menunjukkan ukuran butiran partikel titania tanpa dan doping sulfur masing-masing adalah sekitar $(13,14 \pm 0,67)$ nm dan $(10,14 \pm 0,52)$ nm.

Kata Kunci: titania, doping sulfur, sol gel dan nanostruktur.

PENDAHULUAN

Titanium dioksida atau titania (TiO_2) merupakan material semikonduktor yang termasuk ke dalam oksida logam dengan lebar celah pita energi masing-masing 3,0 eV untuk rutil dan 3,2 eV untuk anatase (Ohno *et al.*, 2004).

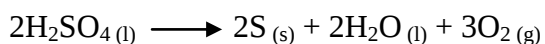
TiO_2 terdiri atas tiga struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brookite (Nolan *et al.*, 2009). Anatase dan rutil memiliki struktur yang sama yaitu tetragonal, sedangkan brookite berstruktur ortorombik (Stengl dan Kralova, 2011).

TiO_2 banyak diaplikasikan dalam berbagai industri seperti fotoelektroda (Siefert dan Griffin, 1990), sensor gas (Varghese dan Grimes, 2003), pelapisan

kaca (Honda *et al.*, 1994) dan yang paling menarik sebagai fotokatalis (Herrera dan Pulgarin, 2010).

Dalam berbagai aplikasi tersebut, ukuran partikel TiO_2 yang digunakan dalam proses fabrikasi menjadi hal penting yang mempengaruhi sifat dan kinerja produk. Beberapa penelitian dilakukan untuk memperoleh ukuran butiran partikel dalam skala nano. Metode sol-gel banyak digunakan untuk mensintesis nano TiO_2 karena proses pembuatannya yang mudah serta produk yang dihasilkan lebih homogen dan memiliki kemurnian yang tinggi (Qiu, 2006). Dengan memanfaatkan metode sol-gel tersebut modifikasi dapat dilakukan untuk memperoleh nano TiO_2 .

Salah satu langkah yang mungkin dapat dilakukan dalam proses modifikasi TiO₂ adalah dengan menambahkan sulfur. Pada dasarnya penambahan atau doping sulfur (S) ke dalam TiO₂ jauh lebih sulit dibandingkan dengan nitrogen (N). Hal ini dikarenakan sulfur memiliki jari-jari ionik yang lebih besar. Namun, Periyat *et al.* (2008) berhasil mengembangkan doping sulfur pada TiO₂ melalui modifikasi titanium isopropoksida dan asam sulfat. Adapun reaksi untuk memperoleh sulfur dapat ditunjukkan dengan reaksi berikut.



Berdasarkan reaksi di atas, penelitian ini ditunjukkan untuk memanfaatkan sulfur yang diperoleh melalui proses pemisahan H₂SO₄ sebagai doping. Dengan menggunakan metode sol-gel, penelitian Rockafellow *et al.* (2009) menunjukkan adanya penurunan ukuran TiO₂ yang didoping sulfur dibandingkan dengan TiO₂ murni yaitu 13 nm. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh titania yang didoping sulfur terhadap ukuran partikel.

METODE PENELITIAN

Sintesis dilakukan melalui pencampuran titanium isopropoksida (97%) merek Aldrich, 2-propanol pro analisis (isopropanol) merek Merck, H₂SO₄ (96%) merek Aldrich dan tween-80 merek Merck. Dalam hal ini isopropanol berfungsi sebagai pelarut dan H₂SO₄ sebagai sumber doping sulfur. Proses sintesis tersebut dilakukan dengan

terlebih dahulu menimbang tween-80 menggunakan neraca digital. Komposisi tiap sampel dalam penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 1**.

Selanjutnya, tween-80 diaduk selama 3 menit dan diberi isopropanol. Pengadukan dilanjutkan selama 10 menit. Kemudian titanium isopropoksida ditambahkan ke dalam larutan dengan pengadukan selama 20 menit. Untuk mencapai homogenitas, maka ketika penambahan H₂SO₄ dilakukan pengadukan selama 12 jam. Larutan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 70 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kadar uap air dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 400 °C selama 10 jam sehingga tidak terdapat zat-zat lain yang tidak diperlukan. Bubuk yang terbentuk kemudian digerus dan dikarakterisasi dengan TEM untuk melihat ukuran butiran partikel.

Karakterisasi TEM dilakukan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada, Yogyakarta, dengan menggunakan alat TEM yang dilengkapi SAED merek JEOL/EO JEM-1400 versi 1.0 (Jepang). Karakterisasi diawali dengan mencampurkan sampel dengan dispersan seperti aquabides, etanol dan aseton; sesuai dengan identitas sampel. Selanjutnya sampel diletakkan pada *grid* atau substrat yang diketahui memiliki lubang-lubang tak kasat mata. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya. Pengaturan tegangan dilakukan agar elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada *grid*. Kemampuan elektron tersebut yang digunakan untuk menunjukkan daerah

Tabel 1. Komposisi S-TiO₂

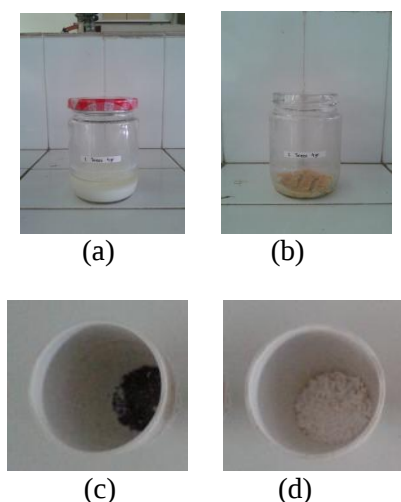
Sampel	Tween-80 (gr)	Isopropanol (ml)	Titanium Isopropoksida (ml)	H ₂ SO ₄ (ml)
A	0	40,15	3,4	0
B	4	40,15	3,4	5

sampel yang menjadi fokus pengujian sehingga diperoleh hasil foto karakterisasi TEM dengan skala pengukuran tertentu

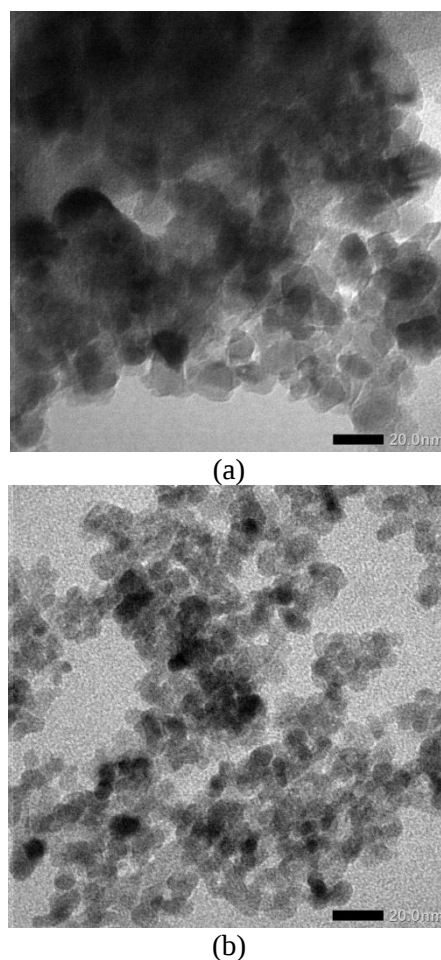
Hasil foto karakterisasi TEM dianalisis dengan ImageJ, perangkat lunak yang mulai dikembangkan oleh Wayne Rasband di NIH pada tahun 1997, untuk mengetahui ukuran butiran partikel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambar 1 merupakan hasil sintesis TiO_2 tanpa dan doping sulfur. Sementara hasil karakterisasi TEM TiO_2 tanpa dan doping sulfur ditunjukkan pada **Gambar 2**. Nanostruktur titania tanpa doping sulfur (TiO_2) hasil karakterisasi TEM pada **Gambar 2.a** menunjukkan adanya bagian gelap dan terang yang bukan disebabkan oleh adanya aglomerasi pada sampel. Butiran partikel yang dihasilkan lebih homogen. Hal tersebut ditunjukkan dengan jumlah pori yang rendah. Semakin rendah jumlah pori atau porositas maka ukuran butiran partikel yang dihasilkan semakin besar, sehingga kristalinitasnya meningkat.



Gambar 1. (a) Larutan S- TiO_2 (b) larutan setelah pengeringan pada suhu 70°C dan hasil kalsinasi pada suhu 400°C untuk (c) TiO_2 serta (d) S- TiO_2 .



Gambar 2. Hasil TEM (a) TiO_2 dan (b) S- TiO_2 .

Setelah dilakukan perhitungan dengan perangkat lunak ImageJ diperoleh ukuran butiran partikel sekitar $(13,14 \pm 0,67) \text{ nm}$.

Selanjutnya, hasil karakterisasi TEM titania yang didoping sulfur (S- TiO_2) ditunjukkan pada **Gambar 2.b**. Pada sampel ini sudah tidak terdapat bagian gelap. Nanostruktur butiran partikel yang dihasilkan lebih kecil dan relatif bulat tetapi tidak terlalu tajam, sehingga batas antar butir dan distribusi ukuran butiran partikelnya tidak dapat terlihat dengan jelas. Selain itu, terlihat adanya proses aglomerasi sampel yang disertai dengan pori-pori yang tampak di antara butiran partikel titania yang didoping sulfur. Dengan perhitungan menggunakan perangkat lunak ImageJ diperoleh ukuran butiran partikel sekitar $(10,14 \pm 0,52) \text{ nm}$.

Ukuran butiran partikel TiO_2 dan S- TiO_2 yang dihasilkan sesuai dengan penelitian yang dilakukan Qiu (2006) yang mensintesis bubuk nanokristal TiO_2 dengan menggunakan prekursor titanium isopropoksida atau $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$, isopropanol dan air dengan kalsinasi pada suhu 400°C diperoleh nanostruktur sebesar 10-20 nm.

Dari **Gambar 2.a** dan **2.b** dapat dilihat dengan jelas bahwa penambahan atau doping S dan tween-80 terhadap titania dapat menurunkan ukuran butiran partikel TiO_2 hampir 4 nm. Hal ini dapat berguna apabila S- TiO_2 digunakan sebagai fotokatalis (Matsuda *et al.*, 2006).

Secara umum, bentuk butiran partikel TiO_2 dan S- TiO_2 relatif sama. Bentuk butiran partikel yang dihasilkan dalam penelitian ini hampir sama dengan penelitian Rockafellow *et al.* (2009) dan Thamaphat *et al.* (2008). Selain ukuran butiran partikel yang lebih kecil ketika didoping S, TiO_2 pada **Gambar 2.b** menunjukkan seperti ada rongga. Rongga ini diduga dipengaruhi oleh kehadiran tween-80 pada preparasi S- TiO_2 (Mhaisagar dan Mahajan, 2012).

KESIMPULAN

Secara umum doping sulfur pada titania akan menurunkan ukuran butiran partikel. Berdasarkan hasil analisis TEM diketahui terdapat bagian gelap dan terang pada nanostruktur TiO_2 dengan ukuran butiran partikel sekitar $(13,14 \pm 0,67)$ nm. Sementara bagian gelap tidak terdapat pada nanostruktur S- TiO_2 yang memiliki ukuran butiran partikel sekitar $(10,14 \pm 0,52)$ nm. Dengan demikian, diketahui bahwa doping sulfur berhasil mempengaruhi penurunan ukuran butiran partikel titania.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Kepala Laboratorium Optik Jurusan Fisika serta Kepala Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah memfasilitasi laboratorium.

DAFTAR PUSTAKA

- Herrera, J. A. R. dan Pulgarin, C. 2010. Photocatalytic Activity of N, S co-Doped and N-Doped Commercial Anatase TiO_2 Powders towards Phenol Oxidation and E-coli Inactivation under Simulated Solar Light Irradiation. *Solar Energy*. Vol. 84. Hal. 37-43.
- Honda, T., Yanashima, K., Yoshino, J., Kukimoto, H., Koyama, F. dan Iga, K. 1994. Fabrication of a ZnSe-Based Vertical Fabry-Perot Cavity Using $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ Multilayer Reflector and Resonant Emission Characteristic. *Journal of Applied Physics*. Vol. 33. Hal. 3960-3961.
- Matsuda, A., Higashi, Y., Tadanaga, K. dan Tasumisago, M. 2006. Hot-Water Treatment of Sol-Gel Derived $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ Microparticles and Application to Electrophoretic Deposition for Thick Films. *Journal Material Science*. Vol. 41. Hal. 8101-8107.
- Nishikiori, H., Hayashibe, M. dan Fujii, T. 2013. Visible Light Photocatalytic Activity of Sulfate-Doped Titanium Dioxide Prepared by the Sol-Gel Method. *Catalysts*. Vol. 3. Hal. 363-377.
- Nishizawa, K., Okada, M. dan Watanabe, E. 2014. New Preparation Method of Visible Light Responsive Titanium Dioxide Photocatalytic Films. *Materials Sciences and Applications*. Vol. 5. Hal. 112-123.

- Nolan, N., Pillai, S. dan Seery, M. K. 2009. Spectroscopic Investigation of the Anatase to Rutile Transformation of Sol Gel Synthesised TiO_2 Photocatalysts. *Journal of Physical Chemistry C*. Vol. 113. Hal. 16151-16157.
- Ohno, T., Akiyoshi, M., Umebayashi, T., Asai, K., Mitsui, T. dan Matsumura, M. 2004. Preparation of S-Doped Titania Photocatalysts and Their Photocatalytic Activities under Visible Light. *Applied Catalysis A: General*. Vol. 265. Hal. 115-121.
- Periyat, P., Pillai, S. C., McComack, D. E., Colreavy, J. dan Hinder, S. J. 2008. Improved High Temperature Stability of Photoactive Sulphur Doped Anatase TiO_2 . *Journal of Physical Chemistry C*. Vol. 112. Hal. 7648-7675.
- Qiu, S. 2006. *A Synthesis, Processing and Characterization of Nanocrystalline Titanium Dioxide*. Thesis the University of Central Florida Orlando. Hal. 42.
- Rockafellow, E. M., Stewart, L. K. dan Jenks, W. S. 2009. Is Sulfur Doped TiO_2 an Effective Visible Light Photocatalyst for Remediation. *Applied Catalysis B: Environmental*. Vol. 91. Hal. 554-562.
- Siefering, K. L. dan Griffin, G. L. 1990. Growth Kinetics of CVD TiO_2 : Influence of Carrier Gas. *Journal of the Electrochemistry Society*. Vol. 137. No. 4. Hal. 1206-1208.
- Stengl, V. dan Kralova, D. 2011. Photoactivity of Brookite-Rutile TiO_2 Nanocrystalline Mixtures Obtained by Heat Treatment of Hydrothermally Prepared Brookite. *Journal Material Chemistry and Physics*. Vol. 129. Hal. 794-801.
- Thamaphat, K., Limsuwan, P. dan Ngotawornchai, B. 2008. Phase Characterization of TiO_2 Powder by XRD and TEM. *Kasetsart Journal (Natural Science)*. Vol. 42. Hal. 357-362.
- Varghese, O. K. dan Grimes, C. A. 2003. Metal Oxide Nanoarchitectures for Environmental Sensing. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. Vol. 3. No.4. Hal. 277-293.

