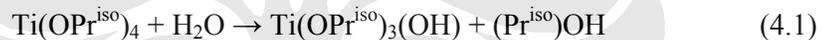


BAB 4

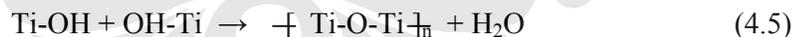
DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengujian XRD Hasil Pengeringan

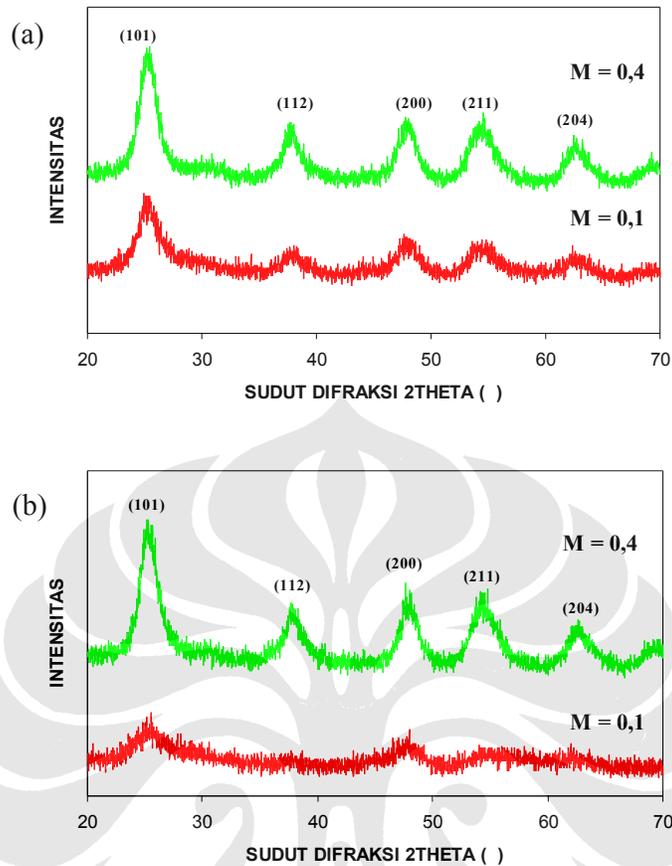
Pada pengujian XRD material TiO₂ hasil proses sol-gel hanya sampai proses pengeringan ini, akan dibandingkan pengaruh perbedaan molaritas precursor (Ti-iP) dimana dalam penelitian kali ini antara molaritas 0,1 dan 0,4. Dari grafik terlihat bahwa hasil XRD dengan molaritas 0,4 memiliki bidang kristal lebih tinggi yang tergambar melalui adanya peningkatan puncak pada tiap-tiap sudut (2 θ). Hal ini terjadi karena pada proses sol-gel dimana dalam tahapan hidrolisis terjadi reaksi antara prekursor (titanium iso-propoksida) dengan air yang menghasilkan senyawa dengan gugus hidroksil (Ti-OH)₄. Secara keseluruhan reaksi yang terjadi yaitu sebagai berikut:



Setelah terbentuk senyawa hidroksil proses selanjutnya yaitu proses kondensasi dimana pada proses ini terjadinya proses polimerisasi yang menyebabkan adanya ikatan yang saling berhubungan antara Ti dan O membentuk suatu luas wilayah tertentu. Reaksi yang terjadi bisa ditulis seperti berikut:



Dimana dengan semakin besarnya molaritas prekursor maka tentu saja menyebabkan semakin besar pula reaksi yang terjadi sehingga pembentukan jaringan-jaringan yang ada juga semakin banyak. Seiring dengan pemanasan yang terjadi dalam proses pengeringan, maka terbentuklah jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan sehingga akhirnya terbentuklah partikel TiO₂ yang amorfus.

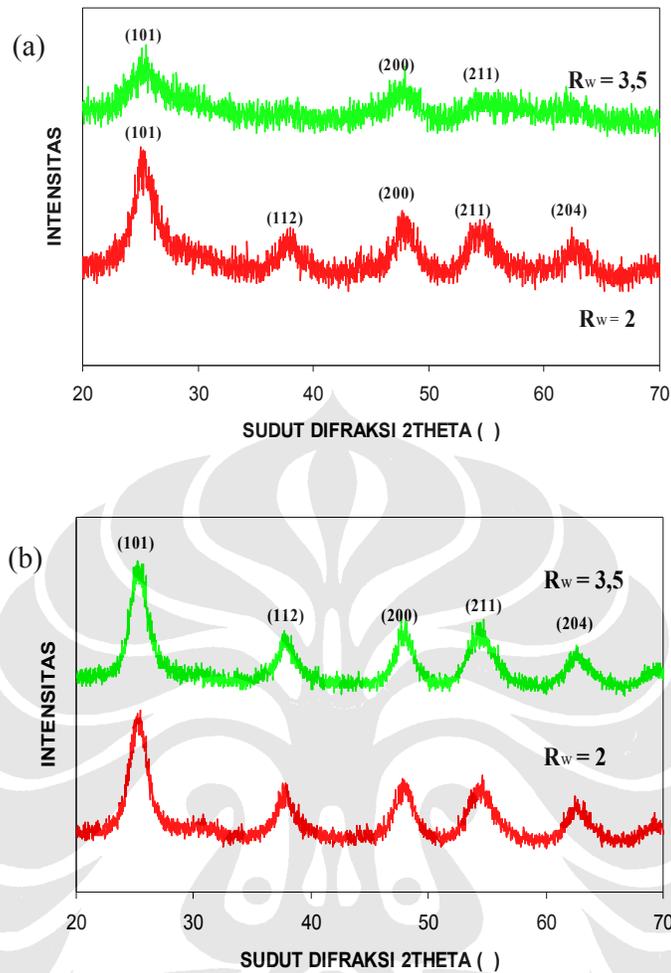


Gambar 4.1 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO₂ hasil proses sol-gel pada kondisi pengeringan dengan hidrolisis rasio: (a) $R_w = 2$ (b) $R_w = 3,5$ dengan konsentrasi 0,1 dan 0,4 M

Berdasarkan hasil XRD pada gambar 4.1 terlihat bahwa telah terbentuknya bidang kristal dalam arah (101), (112), (200), (211), dan (204) dimana pada arah tersebut merupakan arah bidang kristal *anatase*. Pembentukan kristalinit pada proses sol-gel yang hanya melalui proses pengeringan tentu saja menimbulkan tanda tanya karena seharusnya untuk hasil proses sol-gel ini menghasilkan material yang amorfus. Akan tetapi bila ditelusuri dari proses pengerjaan maka kemunculan bidang kristal yang ada tidaklah mustahil. Pada proses pengerjaan penelitian ini dilakukan proses pematangan tidak seperti yang telah dilakukan untuk penelitian ini sebelumnya. Proses pematangan dilakukan menggunakan

magnetic stirrer seperti yang telah dijelaskan pada bab sebelumnya. Pada proses ini kemungkinan suhu yang diatur tidak sesuai dengan yang seharusnya karena memang tidak ada kalibrasi terlebih dahulu terhadap alat yang digunakan dan perkiraan suhu didapatkan berdasarkan data suhu penggunaan alat tersebut hasil pengujian sebelumnya. Jadi mungkin saja suhu pemanasan yang terjadi jauh lebih tinggi dari seharusnya. Pada proses ini juga dilakukan pengadukan dengan tujuan agar mempercepat proses pengeringan karena memang ternyata waktu yang dibutuhkan untuk mengeringkan larutan hasil proses ini menghabiskan waktu yang cukup lama yaitu delapan hari sehingga kemungkinan inti-inti dari bidang kristal terbentuk pada jeda waktu dan perlakuan tersebut. Dari gambar hasil pengujian XRD partikel TiO_2 hasil pengeringan saja juga bisa dilihat bahwa tinggi puncak untuk material dengan molaritas prekursor lebih besar ($M = 0,4$) lebih tinggi dibandingkan dengan molaritas yang lebih kecil dalam rasio air/prekursor yang sama. Hal ini dikarenakan hasil proses sol-gel dengan molaritas lebih tinggi menghasilkan jaringan yang lebih banyak, sehingga inti kristalit yang mungkin terbentukpun juga semakin banyak.

Rasio air/prekursor atau yang lebih dikenal dengan hidrotermal rasio juga dikatakan mempengaruhi pembentukan partikel hasil proses sol-gel. Adanya peningkatan hidrotermal rasio meningkatkan reaksi pembentukan inti antara air dan alkoksida, sehingga akan lebih banyak gugus $-\text{OR}$ yang terikat dengan logam digantikan dengan jaringan gugus $-\text{OH}$. Seperti yang diketahui pada proses sol-gel, akibat makin banyaknya Ti-OH yang terbentuk, makin besar pula kemungkinan kristalit untuk tumbuh akibat inti-inti yang terbentuk pada proses selanjutnya. Pada proses kali ini, karena khusus untuk proses pengeringan telah mengalami prosedur yang berbeda dengan literatur yang telah ada, sehingga pengaruh perubahan rasio tidak terlalu tampak untuk tiap perbedaan hidrolisis rasio.



Gambar 4.2 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO₂ hasil proses sol-gel pada kondisi anil dengan konsentrasi: (a) M = 0,1 (b) M = 0,4 dengan hidrolisis rasio 2 dan 3,5

Hasil pengolahan data menggunakan software peakfit untuk mendapatkan FWHM dimana kemudian dengan data tersebut didapatkan besar kristal melalui perhitungan Scherrer:

$$t = \frac{0,89\lambda}{B \cos \theta} \quad (4.6)$$

Didapatlah besar kristal partikel TiO_2 hasil proses sol-gel pengeringan untuk molaritas 0,1 dan 0,4 dan hidrolisis rasio 2 dan 3,5

Tabel 4.1 Hasil pengukuran besar kristal proses sol-gel pengeringan

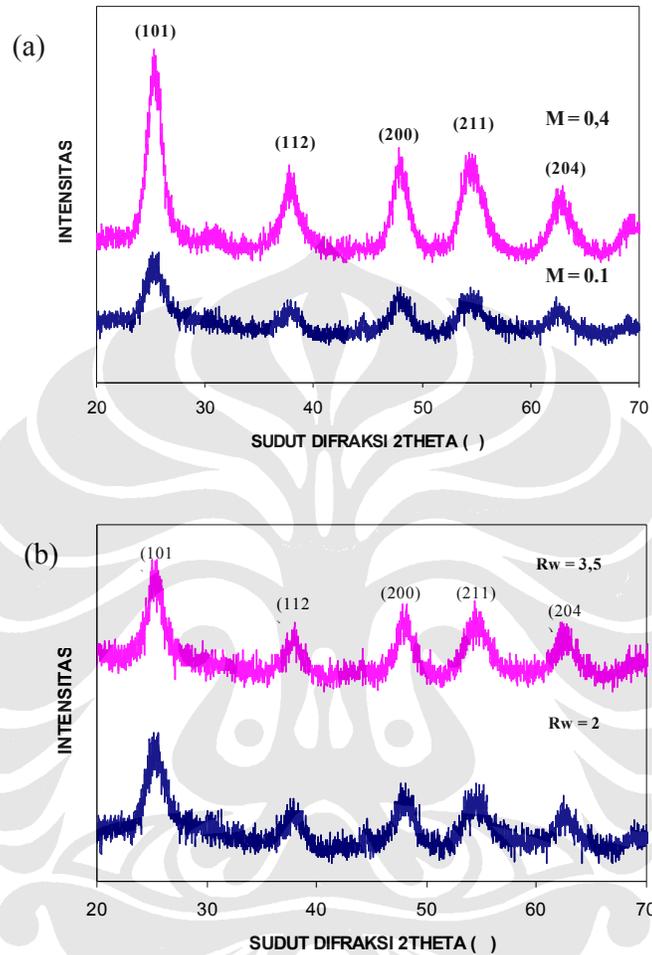
	M = 0,1	M = 0,4
Rw = 2	2,87	3,39
Rw = 3,5	4,42	4,28

Dari tabel terlihat bahwa peningkatan molaritas meningkatkan kristalinitas partikel TiO_2 yang dihasilkan untuk $Rw = 2$ dimana ukuran kristal partikel meningkat dari 2,87 nm menjadi 3,39 nm. Namun untuk $Rw = 3,5$ terjadi penurunan ukuran kristalinitas dari 4,42 nm menjadi 4,28 nm.

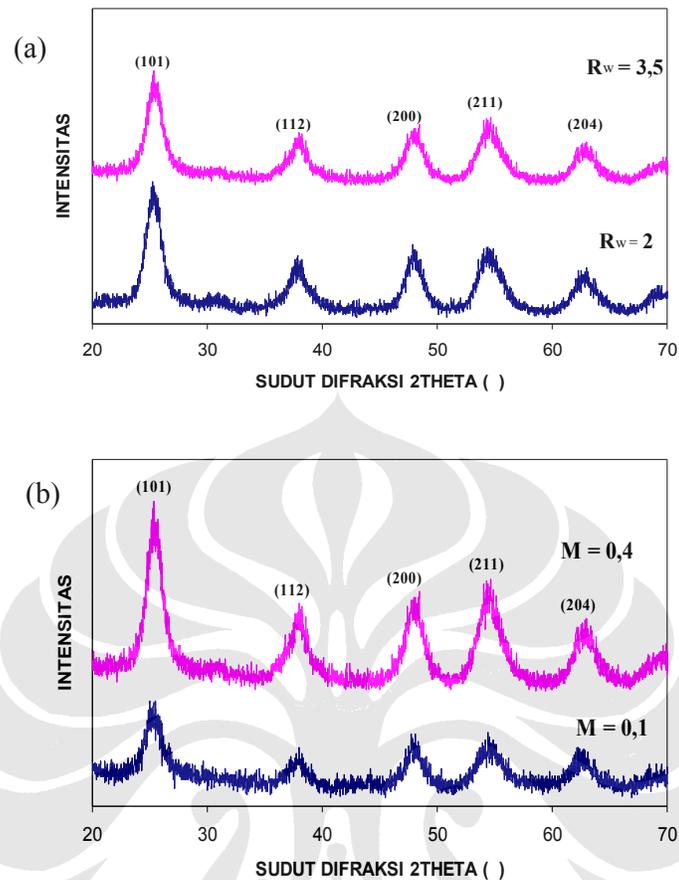
4.2 Pengujian XRD Hasil Anil

Tidak jauh berbeda dengan proses pengeringan, pada pengujian XRD material TiO_2 hasil proses sol-gel hasil anil ini akan dibandingkan juga pengaruh perbedaan molaritas prekursor (Ti-IP) dimana dalam penelitian kali ini antara molaritas 0,1 dan 0, 4. Material apabila ditahan pada temperatur anil dalam rentang waktu tertentu maka akan terjadinya proses pembesaran ukuran kristal. Pada kasus kali ini pembesaran kristal terjadi sesuai dengan proses anil pada umumnya yaitu dengan peningkatan suhu yang ada material seperti mendapatkan energi baru untuk dapat menyusun arahnya sendiri dimana dari sekian banyak bidang-bidang yang berbeda arahnya akibat suhu atau tingkat energi dan selang waktu tertentu kemudian bersatu membentuk satu bidang yang sama. Akibat proses inilah terjadinya perbesaran ukuran kristal.

Gambar 4.3 dan 4.4 hasil XRD partikel TiO_2 yang mengalami proses anil terlihat bahwa terbentuk puncak-puncak pada sudut $2\theta \sim 25,38^\circ$; $38,63^\circ$; $48,12^\circ$; $54,87^\circ$; dan $63,4^\circ$ dimana pada sudut tersebut merupakan bidang *anatase* yaitu bidang (101), (112), (200), (211), dan (204). Pada proses ini tidak terbentuk bidang kristal *rutile* yang memang berdasarkan literatur pada kondisi temperatur tersebut kristal *rutile* dan *brookite* tidak akan terbentuk.



Gambar 4.3 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO_2 hasil proses sol-gel pada kondisi anil dengan hidrolisis rasio: (a) $Rw = 2$ (b) $Rw = 3,5$ dengan konsentrasi 0,1 dan 0,4 M



Gambar 4.4 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO_2 hasil proses sol-gel pada kondisi anil dengan konsentrasi: (a) $M = 0,1$ (b) $M = 0,4$ dengan hidrolisis rasio 2 dan 3,5

Gambar 4.3 dan 4.4 juga menunjukkan bahwa peningkatan molaritas meningkatkan intensitas. Hal ini bisa saja menunjukkan terjadinya peningkatan ukuran kristal. Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan formula Scherrer didapat bahwa besar ukuran kristal yang ditunjukkan pada tabel berikut:

Tabel 4.2 Hasil pengukuran besar kristal proses sol-gel perlakuan anil

Anil	$M = 0,1$	$M = 0,4$
$R_w = 2$	2,89	3,57
$R_w = 3,5$	4,79	6,32

Ukuran kristal pada hidrolisis rasio 2 meningkat dari 2,89 menjadi 3,57 dengan dilakukannya perubahan molaritas prekursor. Pada hidrolisis rasio 3,5 pun juga meningkat dengan dilakukannya perubahan molaritas prekursor. Kejadian ini terjadi sama seperti penjelasan pada proses sol-gel proses pengeringan, yaitu karena bertambahnya jumlah reaksi yang terjadi dan akibatnya Ti-O-Ti yang terbentukpun semakin banyak, sehingga semakin besar kemungkinan terbentuknya inti-inti kristal yang pada akhirnya membentuk bidang kristal

4.3 Pengujian XRD Hasil *post*-Hidrotermal

Berdasarkan hasil penelitian terdahulu, dikatakan bahwa peningkatan kristalinitas pada material TiO₂ hasil proses sol-gel bisa dipengaruhi oleh banyaknya pemutusan rantai-rantai polimerisasi Ti-O-Ti yang amorfus, menghasilkan semakin banyaknya Ti-OH yang lebih flexible dan memicu terjadinya proses penyusunan ikatan Ti-O-Ti kembali yang lebih teratur sehingga memfasilitasi terbentuknya kristalit [14]. Pada akhirnya pertumbuhan kristalpun terjadi. Atas dasar tersebut maka besar ukuran kristal proses *post*-Hidrotermal seharusnya merupakan yang terbesar dibandingkan proses pengeringan saja ataupun anil.

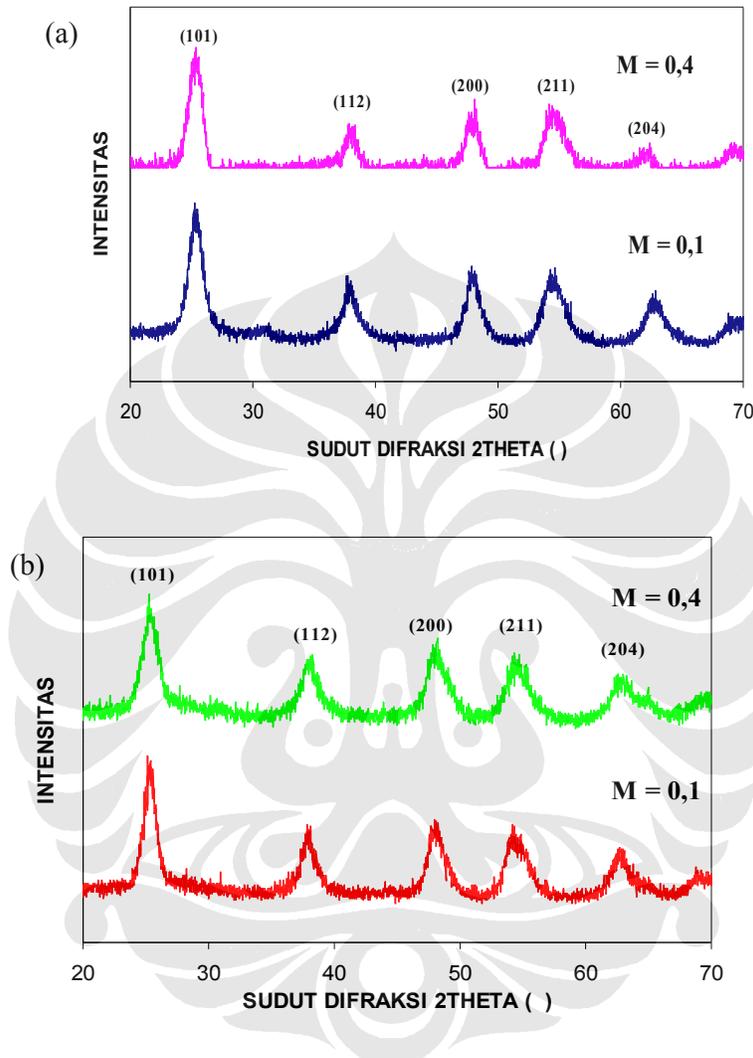
Dari hasil penelitian yang dilakukan dan setelah dilakukan perhitungan untuk mendapatkan ukuran besar kristalnya dengan menggunakan formula Scherrer, didapatkan ternyata ukuran partikel TiO₂ hasil perlakuan *post*-hidrotermal memiliki ukuran terbesar. Ukuran tiap-tiap partikel hasil proses sol-gel kemudian diteruskan perlakuan hidrotermal bisa dilihat pada tabel berikut:

Tabel 4.3 Hasil pengukuran besar kristal proses sol-gel perlakuan hidrotermal

Hidrotermal	M = 0,1	M = 0.4
Rw = 2	5,35	5,96
Rw = 3,5	5,96	6,85

Dari data tersebut terlihatlah bahwa perlakuan hidrotermal yang berfungsi sebagai pemecah sifat amorf berlangsung. Proses dimana senyawa Ti-OH yang lebih fleksibel terurai dan tersusun menjadi Ti-O-Ti yang lebih teratur sehingga dapat

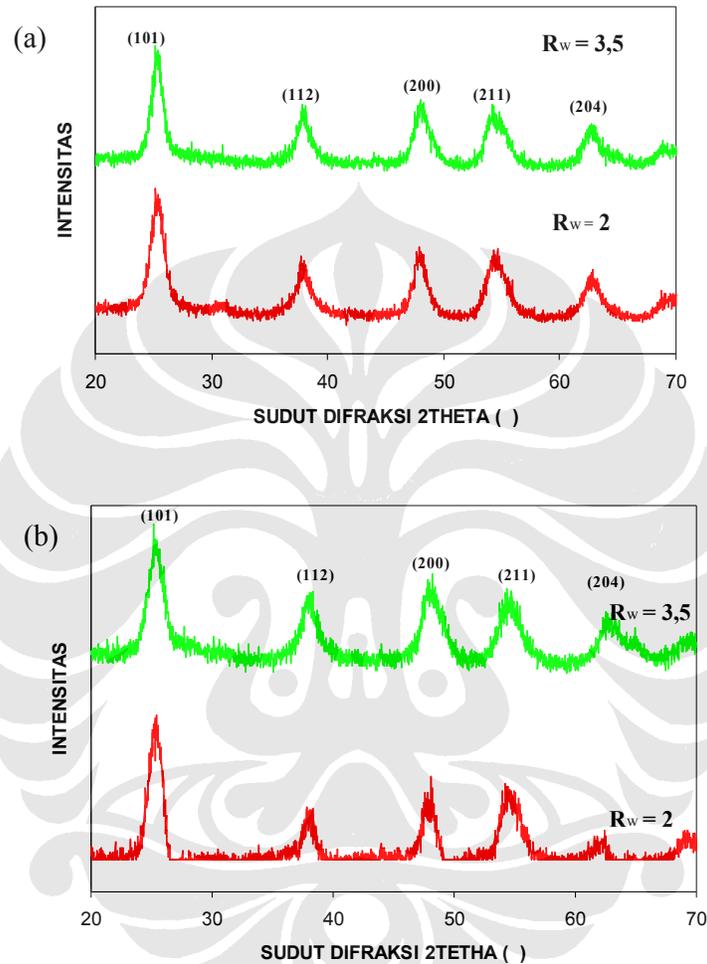
meningkatkan ukuran kristal pada material nanokristalin tersebut, dibuktikan dengan hasil ukuran besar kristal terbesar dibandingkan proses lainnya



Gambar 4.5 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO_2 hasil proses sol-gel pada kondisi hidrotermal dengan hidrolisis rasio: (a) $R_w = 2$ (b) $R_w = 3,5$ dengan konsentrasi 0,1 dan 0,4 M

Gambar 4.5 dan 4.6 hasil XRD partikel TiO_2 yang mengalami proses hidrotermal juga terlihat bahwa terbentuk puncak-puncak yang sama seperti proses yang dibahas sebelumnya yaitu pada sudut $2\theta \sim 25,38^\circ$; $38,63^\circ$; $48,12^\circ$; $54,87^\circ$; dan $63,4^\circ$ yang merupakan bidang *anatase* yaitu bidang (101), (112),

(200), (211), dan (204). Ternyata pada proses ini tidak juga memicu terbentuk bidang kristal *rutile* atau *brookite* yang memang seperti penjelasan sebelumnya berdasarkan literatur pada kondisi temperatur tersebut kristal *rutile* dan *brookite* tidak akan terbentuk.



Gambar 4.6 Tampilan hasil pengujian XRD partikel TiO_2 hasil proses sol-gel pada kondisi hidrotermal dengan konsentrasi: (a) $M = 0,1$ (b) $M = 0,4$ dengan hidrolisis rasio 2 dan 3,5

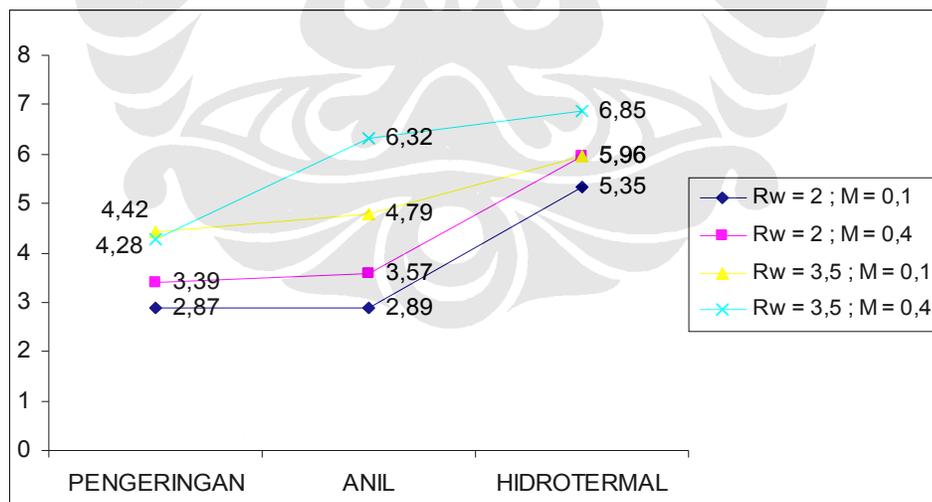
4.4 Perbandingan Proses Pengeringan, Anil, dan *post*-Hidrotermal

Dari keseluruhan pembahasan diatas yang berdasarkan tiap-tiap proses perlakuannya pada tingkat hidrotermal rasio dan molaritas tertentu, didapat bahwa perlakuan proses setelah proses pengeringan (anil dan hidrotermal) meningkatkan ukuran dari kristal. Besar data tiap proses bisa dilihat pada tabel berikut

Tabel 4.4 Hasil pengukuran keseluruhan proses

	PENGERINGAN		ANIL		HIDROTERMAL	
	M = 0,1	M = 0,4	M = 0,1	M = 0,4	M = 0,1	M = 0,4
Rw = 2	2,87	3,39	2,89	3,57	5,35	5,96
Rw = 3,5	4,42	4,28	4,79	6,32	5,96	6,85

Terlihat bahwa perlakuan proses setelah pengeringan merubah partikel TiO₂ hasil proses sol-gel dengan Rw 2 dan M 0,1 meningkat dari 2,87 nm menjadi 2,89 nm setelah proses anil, dan menjadi 5,35 setelah proses hidrotermal. Untuk lebih jelasnya ditampilkan melalui grafik tiap prosesnya sebagai berikut:



Gambar 4.7 Perbandingan Ukuran Kristal Tiap Perlakuan Proses

Dari Gambar 4.7 terlihat jelas bahwa keseluruhan hasil yang ada menunjukkan bahwa perlakuan anil dan *post*-hidrotermal meningkatkan ukuran

dari kristalit yang ditunjukkan dengan hasil ukuran pada hasil proses sol-gel untuk setiap molaritas dan rasio hidrolisis yang sama yang meningkat. Dari tampilan Gambar 4.7 ditunjukkan pula bahwa peningkatan hidrolisis rasio dan molaritas juga meningkatkan ukuran kristalit yang terbentuk. Adanya peningkatan hidrotermal rasio meningkatkan reaksi pembentukan inti antara air dan alkoksida, sehingga akan lebih banyak gugus $-OR$ yang terikat dengan logam digantikan dengan jaringan gugus $-OH$. Seperti yang diketahui pada proses sol-gel, akibat makin banyaknya $Ti-OH$ yang terbentuk, makin besar pula kemungkinan kristalit untuk tumbuh akibat inti-inti yang terbentuk pada proses selanjutnya. Molaritas yang lebih tinggi meningkatkan ukuran kristalit dikarenakan hasil proses sol-gel dengan molaritas lebih tinggi menghasilkan jaringan yang lebih banyak, sehingga inti kristalit yang mungkin terbentukpun juga semakin banyak. Anomali terjadi pada partikel TiO_2 hasil proses sol-gel dengan $Rw = 2$ untuk $M = 0,1$ dan $0,4$. Hal ini seperti yang telah dijelaskan sebelumnya dikarenakan perbedaan-perbedaan kondisi proses dan cara pembuatannya dibandingkan dengan pengujian yang terlebih dahulu dilakukan yang menjadi literatur pembuatan sehingga partikel TiO_2 hasil proses sol-gel dengan $Rw = 3,5$ dan $M = 0,1$ memiliki ukuran kristalit lebih besar dibandingkan TiO_2 hasil proses sol-gel dengan $Rw = 2$ dan $M = 0,1$.