

FABRIKASI FIBER PVA YANG MEMUAT PARTIKEL TiO₂ ANATASE DENGAN METODE ELEKTROSPINING DAN KARAKTERISTIKNYA

Susiani^{1*} dan Harsojo²

¹ Jurusan Teknik Grafika, Politeknik Negeri Media Kreatif, Jakarta, Indonesia

² Jurusan Fisika, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia

Email : puponsusiani45@gmail.com

ABSTRAK

Fiber PVA yang memuat partikel nano TiO₂ anatase telah berhasil dibuat dengan metode elektrospinning. Fiber tersebut dibuat dari larutan yang merupakan campuran serbuk nano TiO₂ anatase dalam 10% larutan PVA dengan rasio TiO₂/PVA terbesar mencapai 60%. Proses elektrospinning dilakukan pada tegangan 15 kV dengan jarak ujung anoda ke kolektor (TCD) sejauh 15 cm. Hasil analisis SEM diameter fiber dari tiap-tiap variasi rasio massa menunjukkan perubahan rasio TiO₂/PVA berpengaruh terhadap diameter fiber. Perlakuan pemanasan pada suhu 300°C pada fiber tidak mengubah fase kristalin TiO₂ dan juga tidak memperlihatkan pengaruh yang signifikan terhadap diameter fiber. Namun demikian perlakuan panas tersebut dapat mereduksi ukuran partikel TiO₂. Fiber yang dihasilkan mempunyai rentang diameter dari 100 -700 nm dan partikel TiO₂ yang termuat pada fiber PVA memiliki rentang ukuran partikel 50 -180 nm. Hasil analisis serapan sinar UV menunjukkan terjadinya serapan sinar UV pada daerah UVB, dengan demikian fiber hasil elektrospinning potensial untuk digunakan sebagai fotokatalis.

Kata kunci : Fiber, Polivinil Alkohol, Titanium Oksida, Elektrospinning

ABSTRACT

PVA fiber loaded with anatase TiO₂ nanoparticle was successfully fabricated using electrospinning method. The fibers made from a mixture of anatase TiO₂ nanoparticle powder in 10% aqueous PVA solution with TiO₂/PVA ratio up to 60%. The electrospinning process was done at 15 kV with 15 cm tip to collector distance. The size of fiber determined using Scanning Electron Microscopy (SEM) was affected by changing of the ratio of TiO₂/PVA, the larger the ratio the smaller the fiber diameters. Heat treatment at 300 °C into the fiber did not change the anatase crystalline phase of TiO₂ nanoparticles and didn't significantly reduce fiber diameter but it could reduce TiO₂ particles size in the fibers. The diameter of PVA-TiO₂ fiber varied from 100-700 nm and TiO₂ particle size inside that fiber varied from 50- 180 nm. The as spun fiber absorbed UV ray on the UVB region. So that the fibers are potential to use as photocatalytic materials.

Keywords: *Fibers, Polyvinyl Alcohol, Titanium Oxide, Electrospinning*

1. PENDAHULUAN

Titanium oksida (TiO₂) merupakan material katalis semikonduktor dengan energi oksidasi yang tinggi ketika disinari sinar Ultra Violet (Akrem dkk., 2011). Material berwarna putih dan ramah lingkungan tersebut memiliki efisiensi dan efektifitas

fotokatalitik yang lebih tinggi dibanding senyawa semikonduktor lain seperti CdS dan CdSe (Akrem dkk., 2011)(Hashimoto dkk., 2005). TiO₂ dalam bentuk fiber lebih aplikatif dibanding dalam bentuk serbuk karena fiber memiliki beberapa kelebihan yakni rasio luas permukaan per volume yang lebih besar, dengan demikian sinar UV yang terserap lebih banyak (Akrem dkk., 2011) (Ba-Abbad dkk., 2012) (Hashimoto dkk., 2005).

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk membuat fiber, diantaranya adalah *meltspinning*, *wet spinning* dan elektrospinning. Metode elektrospinning merupakan metode yang paling efektif untuk menghasilkan fiber dalam ukuran nano dibanding yang lain (Akrem dkk., 2011)(Nakane dkk., 2010). Disamping itu dengan metode elektrospinning, diameter fiber dapat dikendalikan dengan mengatur beberapa parameter elektrospinning, seperti tegangan, jarak tabung siring dengan kolektor fiber dan viskositas larutan (Nakane dkk., 2010) (Vaisniene dkk., 2009).

Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk memuatkan partikel nano TiO₂ dengan fase kristalin anatase pada fiber PVA dengan metode elektrospinning. Fiber PVA sering diaplikasikan di bidang Biomedis sebagai filter media karena ramah lingkungan (Linh dkk., 2011)(Nien dkk., 2009). Dengan memuatkan serbuk partikel nano TiO₂ pada fiber PVA diharapkan akan meningkatkan sifat dan fungsi dari fiber PVA. Selain itu juga menjadikan material TiO₂ lebih fleksibel untuk digunakan pada banyak aplikasi.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) Universitas Gadjah Mada Yogyakarta. Bahan yang digunakan adalah sebagai berikut: Polivinil alkohol (PVA) dengan berat molekul 72000 g/mol, dan serbuk TiO₂ (Mw = 79,9 g/mol) dari MERCK. Penelitian diawali dengan membuat larutan PVA/TiO₂, dengan mencampurkan sejumlah massa partikel TiO₂ dan 10% larutan PVA. Larutan PVA-TiO₂ dibuat dalam 4 variasi rasio PVA/TiO₂, yakni T0 (0% TiO₂), T2 (20% TiO₂), T4 (40% TiO₂) dan T6 (60% TiO₂). Masing-masing larutan kemudian di elektrospinning pada tegangan 15 kV dengan jarak ujung anoda ke kolektor 15 cm. Untuk menghilangkan kadar air tanpa merusak morfologinya maka fiber dipanaskan pada suhu 300 °C selama 1 jam.

Fiber hasil elektrospinning kemudian di analisis sebelum dan sesudah dipanaskan, untuk mengetahui karakteristik dan potensi aplikasinya. Beberapa analisis yang dilakukan diantaranya, distribusi diameter fiber dianalisis dengan SEM, ukuran partikel TiO₂ dianalisis dengan TEM dan kristalinitas fiber dianalisis dengan XRD. Potensi aplikasi fiber ditentukan berdasarkan rentang serapan sinar UV. Rentang serapan UV dianalisis dengan menggunakan Spektrometer UV-Vis.

3. HASIL DAN DISKUSI

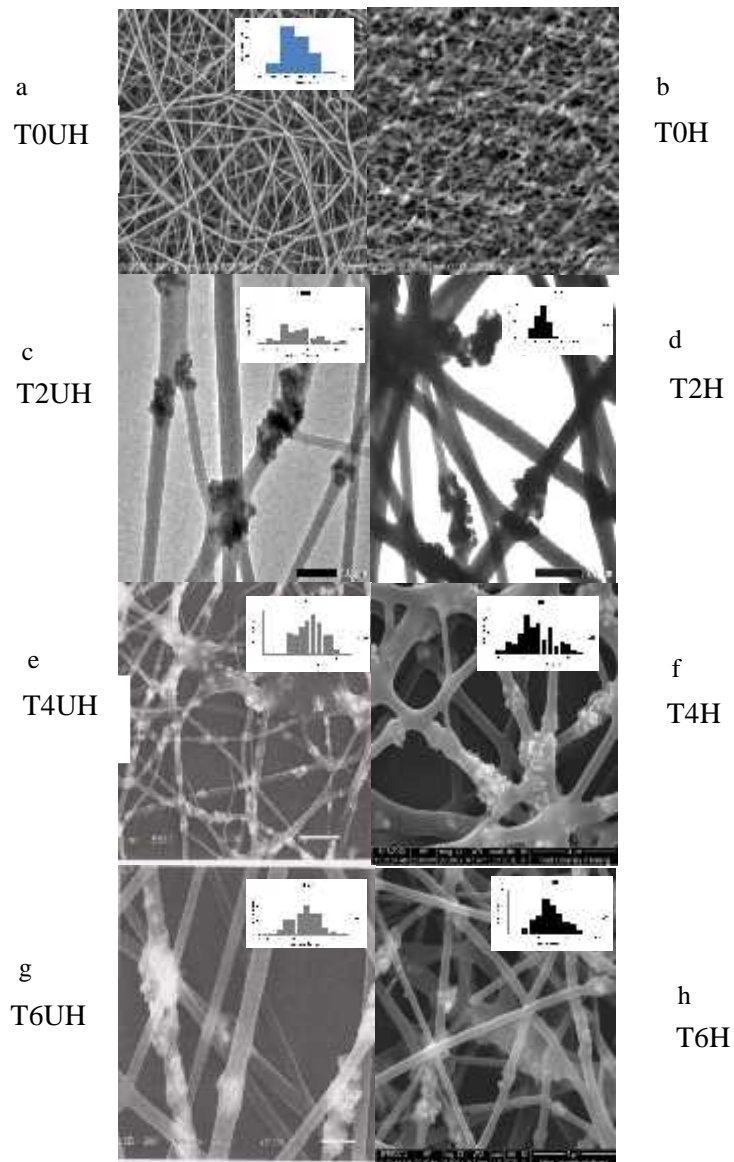
Gambar 1 merupakan gambar SEM fiber PVA-TiO₂ dengan 4 macam rasio TiO₂/PVA. Fiber PVA-TiO₂ tanpa dipanaskan ditunjukkan pada gambar ruas kiri sedangkan untuk

fiber yang dipanaskan pada suhu 300°C selama 1 jam, ditunjukkan pada gambar yang ruas kanan. Terjadi penurunan diameter fiber T0 dari (200 ± 40) nm untuk T0UH (Gambar 1.a) dan diperkirakan menjadi setengahnya setelah proses pemanasan T2H (Gambar 1.b). Hal tersebut dikarenakan molekul air pada fiber menguap oleh proses pemanasan.

Gambar 1.c dan 1.d merupakan gambar SEM dari fiber T2 yang tidak dipanaskan (T2UH) dan yang dipanaskan (T2H), terlihat ada kumpulan-kumpulan nano partikel TiO_2 di bagian-bagian tertentu pada fiber. Titik-titik kumpulan tersebut tidak tersebar merata di seluruh permukaan fiber melainkan melompat-lompat. Pengaruh gaya tolak-menolak antar partikel TiO_2 yang diinduksi oleh medan listrik membuat partikel tersebut saling memisahkan diri. Adanya polimer PVA yang mengikat partikel TiO_2 mengakibatkan partikel tersebut tidak benar-benar terpisah, melainkan membentuk kumpulan partikel TiO_2 pada titik-titik tertentu di sepanjang fiber. Sama halnya dengan fiber T0, pada fiber T2 juga mengalami sedikit penurunan rata-rata diameter fiber setelah fiber diberi perlakuan panas pada suhu 300 °C yang disebabkan oleh penguapan molekul air dalam fiber.

Pada fiber T4 (Gambar 1.e dan 1.f) terdapat banyak *crosslink* antar fiber yang muncul dan diameternya juga lebih lebar dibanding fiber T2. Pelebaran diameter tersebut diindikasikan akibat peningkatan kekentalan larutan. Semakin tebal fiber semakin lama fiber tersebut mengering. Tumpang tindih antar fiber yang belum kering sempurna akan membentuk *crosslink* (Nakane dkk., 2010).

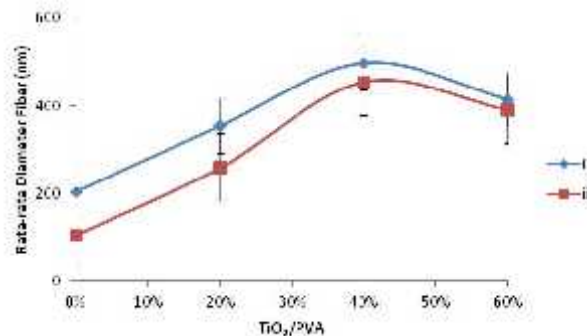
Analisa SEM sampel fiber T6 dapat dilihat pada Gambar 1.g (T6UH) dan 1.h (T6H). Hasil perhitungan rata-rata diameter fiber T6, baik yang tidak dipanaskan maupun yang dipanaskan, lebih kecil dibandingkan rata-rata diameter fiber T4. Hal tersebut erat hubungannya dengan peningkatan konsentrasi TiO_2 dalam larutan. Peningkatan konsentrasi TiO_2 menyumbang penambahan gaya berat dan rapat muatan pada aliran jet. Peningkatan nilai parameter tersebut berimplikasi pada meningkatnya gaya tarikan aliran jet sehingga elongasi fiber meningkat. Semakin tinggi elongasi mengakibatkan penipisan diameter fiber, sehingga diperoleh rata-rata diameter fiber T6 lebih kecil dibanding rata-rata diameter fiber T4.



Gambar 1. Morfologi Fiber (a)T0UH, (c)T2UH, (e)T4UH, (g)T6UH merupakan fiber tanpa perlakuan panas, sementara (b)T0H, (d) T2H, (f) T4H, (h) T6H merupakan fiber yang sama dengan sebelah kirinya setelah mendapat perlakuan panas pada 300 °C selama 1 jam.

Hasil perhitungan distribusi diameter masing-masing sampel fiber diperoleh hasil seperti yang nampak pada Gambar 2. Kurva (i) merupakan kurva rata-rata diameter fiber untuk fiber tanpa perlakuan panas, sedangkan kurva (ii) merupakan rata-rata diameter fiber yang dipanaskan. Dari kurva di atas dapat dikatakan bahwa perubahan rasio massa TiO_2 mempengaruhi ukuran fiber (Liu dkk., 2012). Diameter fiber semakin meningkat seiring dengan pertambahan rasio massa TiO_2 . Diameter fiber bernilai maksimum pada rasio 40%, kemudian menurun ketika rasionya dinaikkan hingga 60%. Hal tersebut terjadi pada fiber yang mengalami perlakuan panas maupun yang tidak mengalami perlakuan panas. Keduanya memiliki *trendline* $T_0 < T_2 < T_6 < T_4$. Pemberian perlakuan panas sebesar 300 °C

pada fiber tidak dapat dilihat pengaruhnya terhadap diameter fiber secara signifikan. Seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2, penurunan rata-rata diameter fiber dengan perlakuan panas, masih dalam rentang standar deviasi rata-rata diameter fiber tanpa perlakuan panas, khususnya untuk fiber dengan rasio PVA/TiO₂ di atas 30%. Semakin tinggi rasio PVA/TiO₂, larutan menjadi semakin kental dan molekul air dalam fiber semakin berkurang. Dengan demikian hilangnya molekul air akibat pemanasan tidak banyak mengurangi diameter fiber.



Gambar 2. Kurva hubungan rasio TiO₂/PVA terhadap diameter fiber T0, T2, T4, dan T6, (i) tanpa perlakuan panas dan (ii) dengan perlakuan panas pada suhu 300 °C.

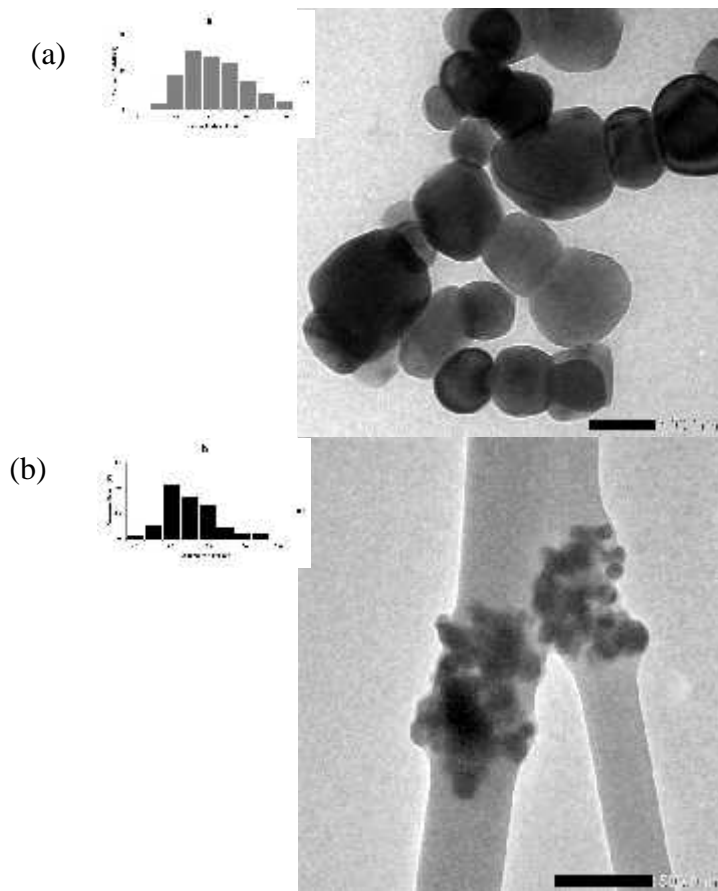
Gambar 3 (a) merupakan hasil TEM partikel TiO₂. Hasil perhitungan rata-rata ukuran partikelnya, diperoleh nilai sebesar (110 ± 30) nm. Setelah dielektrospinning morfologi partikel TiO₂ yang termuat pada fiber PVA dapat dilihat pada Gambar 3 (b), dengan rata-rata ukuran partikel TiO₂-nya berkisar (90 ± 40) nm. Terjadi sedikit penurunan ukuran partikel yang diindikasikan akibat dari proses elektrospinning. Pengaruh gaya elektrostatis yang muncul oleh adanya medan listrik, mengakibatkan molekul-molekul TiO₂ saling menjauh dan memisahkan diri ketika proses elektrospinning. Hal tersebut berimplikasi pada pereduksian ukuran partikel. Setelah mengalami perlakuan panas ukuran partikel mengalami penurunan lagi. Hasil pengukuran dari data TEM fiber T2H pada Gambar 3 (c) diperoleh ukuran partikel TiO₂ berkisar (80 ± 30) nm.

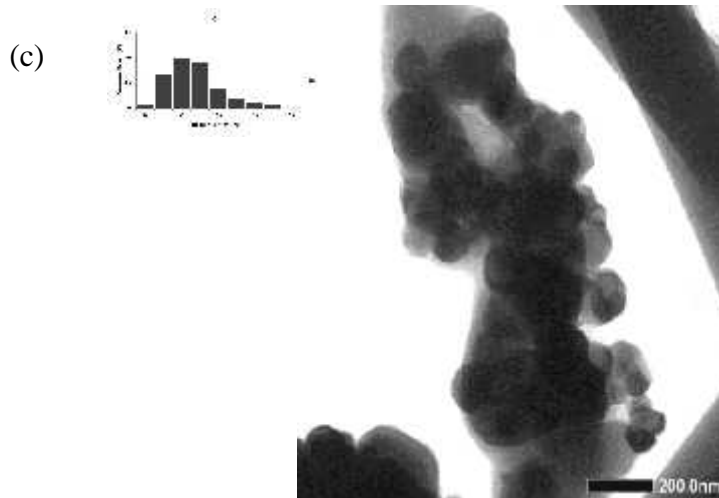
Gambar 4 (a) merupakan grafik spektrum XRD serbuk TiO₂. Serbuk TiO₂ yang digunakan memiliki fase kristalin anatase. Setelah partikel TiO₂ berada pada fiber PVA, tidak terjadi perubahan fase kristalin. Grafik 4 (b) dan (c) merupakan spektrum XRD fiber T2UH dan T2H. Spektrum XRD dari partikel TiO₂ pada fiber T6 dapat dilihat pada Gambar 4(d) dan (e). Semakin tinggi persentase TiO₂ yang digunakan, semakin terlihat jelas puncak-puncak kristalin TiO₂ anatase. Hal tersebut mengindikasikan semakin banyak ditemukan atom-atom TiO₂ pada fiber PVA. Perhitungan ukuran kristalin berdasarkan data FWHM dengan persamaan Scherrer diperoleh nilai 42,2 nm ketika masih berbentuk serbuk. Persamaan Scherrer yang digunakan adalah sebagai berikut,

$$\dagger = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

Dengan, δ merupakan ukuran Kristal, λ adalah panjang gelombang X-ray yang digunakan yakni sebesar 0.154 nm, B merupakan lebar setengah maksimum (*Full Width Half Maximum* = FWHM) dalam radian dari puncak spektrum yang paling tinggi dan k merupakan konstanta Scherrer yang bernilai 0.9.

Setelah menjadi fiber ukuran kristalinitasnya berturut turut menjadi 27 nm untuk partikel TiO_2 pada fiber T6UH dan 18 nm untuk partikel TiO_2 pada fiber T6H. Penurunan ukuran kristalin tersebut sejalan dengan penurunan ukuran partikel hasil analisis data TEM. Hal tersebut diuraikan pada penelitian Othman dkk., (2010) bahwa perlakuan panas dibawah suhu 400 °C dapat menghilangkan *impurities* pada nano partikel TiO_2 , dengan demikian setelah mengalami perlakuan panas ukuran partikel dan kristalinitasnya menjadi menurun.



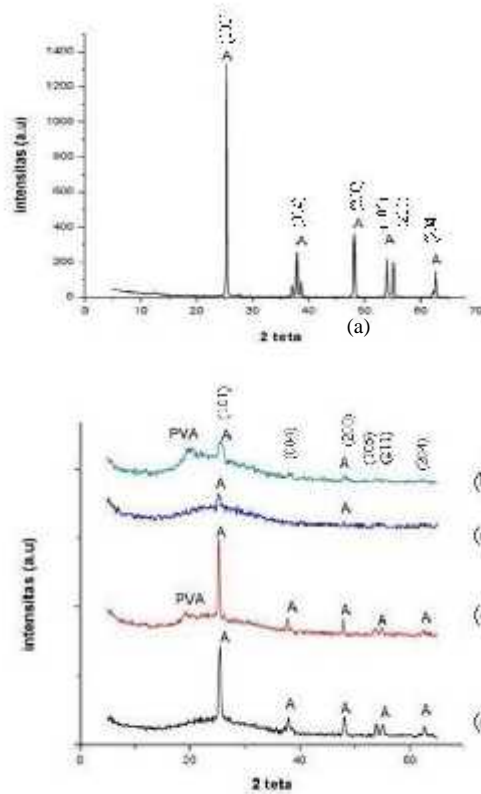


Gambar 3. Morfologi (a) serbuk TiO₂, (b) partikel TiO₂ pada fiber T2UH, (c) partikel TiO₂ pada fiber T2H

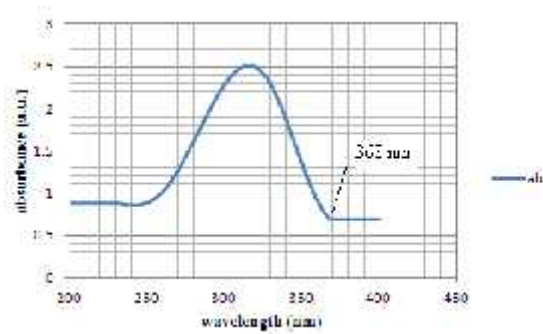
Gambar 5 merupakan spektrum Absorbansi sinar UV oleh fiber T6UH. Rentang serapan UV terjadi pada daerah antara 250 nm 360 nm, dimana panjang gelombang tersebut masuk pada daerah sinar UVB dan sebagian UVA. Panjang *gelombang cut off* terjadi pada 368 nm, dengan demikian besar energi band gap terhitung sebesar $(3,38 \pm 0.01)$ eV. Energi band gap dihitung dengan dengan Persamaan 2.

$$Eg = h \frac{c}{\lambda} \quad (2)$$

Dengan Eg merupakan besar energi gap dalam joule, h merupakan konstanta Plank yang bernilai 6.63×10^{-34} *joule.s*, $c = 3 \times 10^8$ *m.s⁻¹* merupakan cepat rambat cahaya di ruang vakum dan λ panjang gelombang terjadinya *cut off*. Energi gap biasa dituliskan dalam satuan elektron volt (eV) sehingga hasil perhitungan dari Persamaan 2 masih harus dikonversi menjadi bersatuan eV, dengan konversi $1eV = 1.6 \times 10^{-19}$ *joule*.



Gambar 4. Spektrum XRD dari (a) serbuk TiO₂ ,dan fiber (b) T2UH (c) T2H, serta (d) T6UH (e) T6H



Gambar 5. Spektrum Absorbansi sinar UV oleh fiber T6UH

Partikel TiO₂ untuk fase anatase umumnya memiliki energi band gap sebesar 3,2 eV (Palupi dkk., 2006). Jadi terjadi sedikit pergeseran band gap energi yang mengindikasikan bahwa bentuk fiber, membutuhkan energi sedikit lebih besar untuk mengeksitasi elektron. Ada banyak faktor yang mempengaruhi pergeseran energi band gap tersebut. Beberapa diantaranya adalah pengaruh coating polimer PVA yang berpengaruh pada rapat massa pembawa muatan, adanya *power loss* akibat terjadinya *scattering* dan perubahan struktur partikel TiO₂ (Tian dkk., 2005).

4. KESIMPULAN

Telah berhasil dibuat fiber PVA yang memuat nano partikel TiO₂ anatase menggunakan metode elektrospinning. Perubahan rasio TiO₂/PVA berpengaruh terhadap diameter fiber. Fiber menyerap sinar UV pada daerah UVB dan UVA dengan demikian fiber berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai material fotokatalitik dan UV protektor. Perlu dilakukan penelitian lanjutan untuk meningkatkan homogenitas larutan PVA-TiO₂, agar diperoleh sebaran nanopartikel TiO₂ yang lebih merata pada fiber PVA. Metode dan durasi pengadukan pembuatan larutan PVA-TiO₂ juga perlu diteliti pengaruhnya terhadap morfologi fiber.

DAFTAR PUSTAKA

1. Akrem, A., 2011, Nanofibrous Nanocomposites Via Electrospinning, *Thesis*, Bilkent University, Turki.
2. Ba-Abbad, M.M., Kadhun, A.A.H., Mohamad, A.B., Takriff, M.S., Sopian, K., 2012, Synthesis and Catalytic Activity of TiO₂ Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols under Direct Solar Radiation, *Int. J. Electrochem. Sci.*, 7, 4871 – 4888.
3. Dahlan, K., Maddu, A., Wigati, K.T., Mubarik, N.R., 2007, Inaktivasi Fotoelektrokatalisis Escherichia Coli Menggunakan Elektroda TiO₂/SnO₂, *Jurnal Sains MIPA*, 13(2), 77- 83
4. Gupta, P., 2004, Processing-Structure-Property Studies of: I) Submicron Polymeric Fibers Produced By Electrospinning and II) Films Of Linear Low Density Polyethylenes As Influenced By The Short Chain Branch Length In Copolymers Of Ethylene/1-Butene, Ethylene/1-Hexene & Ethylene/1-Octene Synthesized By A Single Site Metallocene Catalyst, *Dissertation*, Virginia Polytechnic Institute And State University, Virginia.
5. Hashimoto, K., Irie, H., Fujishima, A., 2005, TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects, *Japanese Journal of Applied Physics*, 44(12), 8269-8285.
6. Linh, N.B.T, Lee, K.H., dan Lee, B.T., 2011b, A Novel Photoactive Nano-Filtration Module Composed of a TiO₂ Loaded PVA Nano-Fibrous Membrane on Sponge Al₂O₃ Scaffolds and Al₂O₃-(m-ZrO₂)/t-ZrO₂ Composites, *Materials Transactions*, 52(7), 1452-1456
7. Linh, N.B.T, Lee, K.H., dan Lee, B.T., 2011a, Fabrication of Photocatalytic PVA-TiO₂ Nano-Fibrous Hybrid Membrane Using The Electro-Spinning Method, *Journal Material Science*, 46, 5615-5620.
8. Liu, L., Zhao, C., Yang, F., 2012, TiO₂ and polyvinyl alcohol (PVA) coated polyester filter in bioreactor for waste water treatment, *Water Research*, 46, 1969-1978
9. Nakane, K. dan Ogata, N., 2010, Photocatalyst Nanofibers Obtained by Calcination of Organic-Inorganic Hybrids, [online], www.intechopen.com, diakses tanggal 18 September 2013
10. Nien, Y.H., Chen, Z.B., Liang, J.I., Yeh, M.L., Hsu, H.C., Su, F.C., 2009, Fabrication and Cell Affinity of Poly(Vinyl Alcohol) Nanofibers via Electrospinning, *Journal of Medical and Biological Engineering*, 29(2), 98-101.

11. Othman, Siti Hajar, Suraya Abdul Rashid, Tinia, I.M.G., dan Norhafizah Abdullah, 2010, Effect of Postdeposition Heat Treatment on The Crystallinity, Size and Photochatalytic Activity of TiO₂ Nano Particle Produced via Chemichal Vapour Deposotion, *Journal of Nanomaterials*, DOI 10.1155/2010/512785
12. Palupi, Endang, 2006, Degradasi Methylene Blue Dengan Metoda Fotokatalisis Dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor
13. Tian, G.L., He, H.B., Shao, J.D., 2005, Effect of microstructure of TiO₂ Thin Films on Optical Band Gap Energy, *China Physics Letters*, 22(7), 1787-1789
14. Vaisniene, A.D., Katunskis, J., Buika, G., 2009, Electrospun PVA Nanofibres for Gas Filtration Applications, *Fibers & Textiles in Eastern Europe*, 17(77), 40-43.