

THE INFLUENCE OF NaOH/NH₃ RATIO ON THE SYNTHESIS OF NANOSTRUCTURED TiO₂ VIA HYDROTHERMAL METHOD

Inna Yusnila Khairani
11/317078/PA/14195

ABSTRACT

The effect of alkaline solvent of NaOH and NH₃ in the synthesis of nanostructured TiO₂ has been studied. Powder of anatase titania as the precursor was mixed with various volume ratios of 10 M of NaOH and 15 M of NH₃. The mixture was heated in Teflon-lined autoclave at 150 °C for 24 h. The as-synthesized TiO₂ powders were then washed with 0.1 M HCl and calcined at 300 °C. The calcined samples were characterized using TEM (transmission electron microscope), SEM (scanning electron microscope), and XRD (X-Ray diffraction). Raman spectroscopy was further used to determine the contributing crystalline phases for the synthesized TiO₂ at the solvent volume ratio of 3:1.

Acid washing treatment of as-synthesized nanotubes enhances the transformation of titanate to anatase, but calcination at 400 and 500 °C ruins the nanotube morphology. The TEM images for the alkaline variation showed the formation of nanotube structure in alkaline ratio NaOH:NH₃ of 1:0 and 3:1, with diameter of about 10 nm, while at ratio of 1:1, the nanosheets and nanotubes both were formed at equal amount. Volume ratio of NaOH:NH₃ of 1:3, nanosheets contributed as its main morphology. The crystallinity of TiO₂ anatase crystalline phase was enhanced as more NH₃ utilized. The result showed that the major contributor was anatase with slight presence of titanate. Therefore, NaOH:NH₃ alkaline ratio of 3:1 (v/v) was optimum to produce anatase nanotubes.

Keywords: hydrothermal method, nanotube, titania, alkaline, nanosheet, anatase

PENGARUH RASIO NaOH/NH₃ PADA SINTESIS TiO₂ NANOSTRUKTUR DENGAN METODE HIDROTHERMAL

Inna Yusnila Khairani
11/317078/PA/14195

INTISARI

Pengaruh variasi rasio basa NaOH dan NH₃ pada sintesis TiO₂ nanostruktur telah berhasil dikaji. Serbuk TiO₂ anatase dicampurkan dengan berbagai variasi basa NaOH 10 M dan NH₃ 15 M pada rasio volume tertentu. Campuran kemudian di panaskan dalam *Teflon-lined autoclave* pada suhu 150 °C selama 24 jam. Hasil hidrotermal kemudian dicuci dengan HCl 0.1 M dan dikalsinasi pada suhu 300 °C. Sampel yang telah dikalsinasi selanjutnya dikarakterisasi dengan TEM (*transmission electron microscope*), SEM (*scanning electron microscope*), dan XRD (*X-Ray diffraction*). Spektroskopi Raman selanjutnya digunakan untuk menentukan fasa kristalin yang terdapat pada variasi volume 3:1.

Pencucian asam pada *nanotubes* berhasil meningkatkan transformasi fasa kristalin titanate ke anatase, namun kalsinasi pada 400 dan 500 °C telah merusak struktur dari *nanotube*. Gambar TEM menunjukkan terbentuknya *nanotube* dengan diameter 10 nm pada rasio NaOH:NH₃ 1:0 dan 3:1, sedangkan *nanosheet* dan *nanotube* terbentuk dengan jumlah yang seimbang pada rasio 1:1. Pada rasio volume 1:3, *nanosheet* merupakan morfologi yang dominan. Kristalinitas dari anatase TiO₂ meningkat seiring dengan bertambahnya fraksi NH₃. Hasil dari analisa Raman menunjukkan bahwa fasa kristalin yang dominan adalah anatase dengan sedikit keberadaan fasa titanate. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada rasio basa NaOH:NH₃ 3:1 (v/v) merupakan kondisi yang optimal untuk pembentukan *nanotube* berfasa anatase.

Keywords: metode hidrotermal, *nanotube*, TiO₂, basa, *nanosheet*.