PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)

(Tesis)

Oleh

IRA SUDARSONO PUTRI
2027041003

PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023

ABSTRAK

PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)

Oleh

Ira Sudarsono Putri

Pembentukan serat nano TiO_2 telah berhasil dibuat dengan menggunakan metode *electrospinning*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi tegangan terhadap morfologi dan ukuran diameter serat nano TiO_2. Persiapan awal untuk bahan TiO_2 dilakukan menggunakan metode sol-gel. Penelitian ini menggunakan bahan *titanium isopropoxide* (TTIP), etanol sebagai pelarut, asam asetat sebagai katalis dan *polyvinylpirolidone* (PVP) sebagai polimer pembentuk serat. Variasi tegangan *electrospinning* yang digunakan yaitu 16, 18, 22, dan 24 kV. Proses *electrospinning* dilakukan pada jarak tip ke kolektor sebesar 13 cm dengan laju aliran 1,5 ml/jam dan dikalsinasi pada suhu 450 ^oC selama 3 jam. Hasil pengukuran viskositas TiO_2/PVP diperoleh sebesar 0,2889 Pa.s dan tegangan permukaan TiO_2/PVP diperoleh sebesar (29 ± 4) dyn/cm. Nilai tersebut dinyatakan sebagai nilai larutan yang dapat digunakan dalam proses *electrospinning.* Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) memperlihatkan morfologi serat nano TiO_2 yang relatif seragam dengan ukuran diameter serat terjadi penurunan seiring bertambahnya tegangan *electrospinning* dengan ukuran diameter serat berkisar antara 190-255 nm. Hasil analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) memperlihatkan bahwa struktur kristal yang terbentuk pada suhu kalsinasi 450 ^oC yaitu fasa anatase dan ukuran kristal pada puncak tertinggi 2θ yaitu 25,37^o sebesar 17,56 nm.

Kata kunci: Serat nano, TiO_2, Tegangan *Electrospinning*, PVP

ABSTRACT

THE INFLUENCE OF VOLTAGE ELECTROSPINNING TO THE FORMATION OF TITANIUM DIOXIDE (TiO_2) NANOFIBERS

By

IRA SUDARSONO PUTRI

TiO_2 nanofibers have been succesfully produced by Electrospinning Method. The purpose of this research is to find out the influence of voltage variety towards morphology, fiber diameter size and structure of TiO_2 nanofibers crystal. TiO_2 synthesis was done by using sol-gel method. This research used titanium isopropoxide (TTIP), ethanol as solvent, acetic acid as catalyst and polyvinylpirolidone (PVP) as polymer of fibers formation. The variety of voltage which have been used such as 16, 18,22, and 24 kV. Electrospinning process was done through the distance of tip to the collector by 13 cm with 1,5 ml/hour flow rate and was calcined at temperature of 450° C for 3 hours. The of TiO_2/PVP viscosity measurement value of 0,2889 Pa.s and Nanofibers TiO_2/PVP surface tension at (29 ± 4) dyn/cm. Scanning Electron Microscopy (SEM) characterization shows nanofibers morphology is relatively uniform and rather continuous with the diameter size of fibers decreases along with the increase of electrospinning voltage at fibers diameter size between 194-255 nm. X-Ray Diffraction (XRD) analysis result show that crystal peak formed on TiO_2 nanofibers is anatase phase and the crystal size at the highest peak of 2θ $25,37^o$ is 17,56 nm.

Keywords *: nanofibers, TiO_2, Electrospinning voltage, PVP*

PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)

Oleh

IRA SUDARSONO PUTRI

Tesis

Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
MAGISTER SAINS

Pada

Program Studi Magister Fisika
Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

PROGRAM STUDI MAGISTER FISIKA
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2023

Judul Tesis	: **PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)**
Nama Mahasiswa	: Ira Sudarsono Putri
Nomor Pokok Mahasiswa	: 2027041003
Program Studi	: Magister Fisika
KBK	: Material
Fakultas	: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

Komisi Pembimbing

Pembimbing I	Pembimbing II
Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.	**Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.**
NIP. 19590308 199103 1 001	NIP. 19631228 198610 2 001

2. Mengetahui

Ketua Jurusan Fisika	Ketua Program Studi Magister Fisika,
Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T.	**Dr. Junaidi, S.Si., M.Sc.**
NIP. 19801010 200501 1 002	NIP. 19820618 200812 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua : **Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.** .....

Sekretaris : **Dra. Dwi Asmi, M.Si., Ph.D.** .....

Penguji Anggota : **1. Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si.** .....

2. Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si. .....

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, S.Si., M.T.
NIP. 19740705 200003 1 001

3. Direktur Program Pascasarjana

Prof. Dr. Ir. Ahmad Saudi Samosir, S.T., M.T.
NIP. 19710415 199803 1 005

Tanggal Lulus Ujian Tesis: 13 Januari 2023

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam tesis yang berjudul "**PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TiO_2)**" tidak terdapat karya orang lain yang sama persis. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis, kecuali yang diacu dalam naskah ini disebutkan dalam daftar pustaka. Saya menyatakan pula bahwa tesis ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila pernyataan saya tidak benar maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, Januari 2023

METERAI TEMPEL

Ira Sudarsono Putri
NPM. 2027041003

RIWAYAT HIDUP

Penulis yang bernama lengkap Ira Sudarsono Putri, dilahirkan di Bumi Dipasena Jaya, pada tanggal 16 Maret 1997 dari pasangan Bapak Sudarsono dan Ibu Emiyati sebagai anak pertama dari dua bersaudara. Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-Kanak di TK Citra Insani pada tahun 2003, Sekolah Dasar (SD) di SD Swasta Citra Insani pada tahun 2009, Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Negeri 06 Banjar Agung pada tahun 2012, dan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMA Negeri 01 Pagar Dewa pada tahun 2015. Pada tahun 2015 beliau diterima sebagai mahasiswa di Universitas Lampung, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Pada tahun 2020 penulis melanjutkan Program Studi Magister Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

MOTTO

**“Sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan,
maka apabila kamu selesai (dari suatu urusan)
kerjakanlah dengan sungguh-sungguh urusan yang lain,
dan hanya kepada Allah hendaknya kamu berharap”**

(QS. Al insyirah: 6-8)

“Anda tak akan pernah menang jika Anda tidak pernah memulai”

(Helen Rowland)

PERSEMBAHAN

Dengan rasa syukur kepada Allah SWT, saya persembahkan karya kecil ini kepada

Ibu Terhebat Emiyati

Bapak Tertangguh Sudarsono

Suamiku Tercinta David Sura Wijaya

Keluarga besar yang selalu memberi dukungan,
doa dan semangat

Bapak Ibu Guru dan Dosen yang telah memberikan bimbingan dan ilmu pengetahuan dengan penuh keikhlasan kepadaku.

Rekan-rekan seperjuanganku dan sahabat Magister Fisika FMIPA UNILA.

Almamater Tercinta.

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, yang telah memberikan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "**PENGARUH TEGANGAN *ELECTROSPINNING* PADA PEMBENTUKAN SERAT NANO TITANIUM DIOKSIDA (TIO_2)"** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains (M.Si) pada bidang Material Program Studi Magister Fisika Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian tesis ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan tesis ini. Semoga tesis ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, Januari 2023
Penulis,

Ira Sudarsono Putri

SANWACANA

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, yang telah memberi kesehatan, hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis yang berjudul "**Pengaruh Tegangan *Electrospinning* Pada Pembentukan Serat Nano Titanium Dioksida (TiO_2)''.** Terwujudnya tesis ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima aksih kepada:

1. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., selaku Pembimbing uama yang telah memberikan bimbingan, saran, motivasi, bantuan serta nasehat dalam penelitian dan penyelesaian tugas akhir.
2. Ibu Dra. Dwi Asmi, M.Si.,Ph.D. sebagai pembimbing kedua yang memberikan masukan-masukan serta nasehat dalam menyelesaikan tugas akhir.
3. Ibu Dr. Yanti Yulianti, S.Si., M.Si., dan Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si selaku pembahas atas segala kritik dan saran yang sangat membangun dalam penulisan tesis ini.
4. Kedua orang tuaku Bapak Sudarsono dan Mamah Emiyati yang selalu memberikan cinta kasih, dukungan, pengorbanan dan doa untuk penulis.
5. Suamiku David Sura Wijaya yang sudah memberikan dukungan, motivasi dan semangat yang tiada hentinya.

6. Segenap dosen dan staf di Program Studi Magister Fisika Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
7. Teman-teman Magister Fisika yang selama ini memberikan motivasi dan semangat.

Semoga Allah SWT membalas dengan hal yang lebih baik. Aamiin

Bandar Lampung, Januari 2023
Penulis,

Ira Sudarsono Putri

DAFTAR ISI

Halaman

ABSTRAK ii

ABSTRACT iii

HALAMAN JUDUL iv

HALAMAN PERSETUJUAN v

HALAMAN PENGESAHAN vi

HALAMAN PERNYATAAN vii

RIWAYAT HIDUP viii

MOTTO ix

HALAMAN PERSEMBAHAN x

KATA PENGANTAR xi

SANWACANA xii

DAFTAR ISI xiv

DAFTAR GAMBAR xvi

DAFTAR TABEL xviii

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang 1
B. Rumusan Masalah 5
C. Tujuan Penelitian 5
D. Batasan Masalah 6

E. Manfaat Penelitian 6

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Titanium Dioksida (TiO_2) 7
B. Polyvinylpirolidone (PVP) 9
C. *Electrospinning* 11
D. Parameter yang Mempengaruhi Hasil *Electrospinning* 13
E. Serat Nano (*Nanofiber*) 18
F. *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM- EDS) 20
G. *X-Ray Diffraction* (XRD) 24

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian 27
B. Alat dan Bahan Penelitian 27
C. Prosedur Penelitian 28
D. Kalsinasi 34
E. Karakterisasi 34
F. Diagram Alir Penelitian 35

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Pembuatan Larutan TiO_2/PVP 36
B. Kekentalan dan Tegangan Permukaan Larutan TiO_2/PVP 37
C. Hasil Kalsinasi 39
D. Morfologi Permukaan, Ukuran Diamater, dan Komposisi Serat Nano TiO_2/PVP 40
E. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Serat Nano TiO_2/PVP 49

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan 55
B. Saran 55

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1 Struktur kristal TiO_2 (a) anatase (Djerdj dan Tonejc, 2006) (b) rutil (Howard *et al*., 1991), dan (c) brookite (Meagher dan Lager, 1979) 8

Gambar 2.2 Struktur bangun PVP (Rowe *et al*., 2003) 10

Gambar 2.3. Skema alat *electrospinning* (Cengiz dan Jirsak, 2009)..... 11

Gambar 2.4. Mekanisme efek tegangan tinggi terhadap muatan pada liquid *droplet* (Takasaki *et al*., 2015) 14

Gambar 2.5. Morfologi serat nano TiO_2/PVP (Young *et al*., 2010)..... 19

Gambar 2.6. Skema kerja alat SEM-EDS 21

Gambar 2.7. Proses terbentuknya sinar-X (Merrick, 1997) 22

Gambar 2.8. Morfologi permukkan: (a) serat nano TiO_2/PVA, (b) serat nano PVA (Nasikhudin *et al*., 2017) 23

Gambar 2.9. Spektrum EDS serat TiO_2/PVA (Nasikhudin *et al*., 2017) 23

Gambar 2.10. Proses pembentukan sinar-X dalam tabung electron (Cullity, 1978) 24

Gambar 2.11. Skema difraksi sinar-X (Cullity, 1978) 25

Gambar 2.12. Contoh hasil XRD serat nano TiO_2 (Kim *et al*., 2021)..... 26

Gambar 3.1. Sintesis TiO_2/PVP 29

Gambar 3.2. Bagian-bagian *viscometer Ostwald* 30

Gambar 3.3. Skema tensiometer 32

Halaman

Gambar 3.4. Proses *electrospinning* 33

Gambar 3.5. Diagram penelitian..... 35

Gambar 4.1. (a) Larutan polimer, (b) larutan TiO_2, (c) larutan TiO_2/PVP..... 37

Gambar 4.2. Hasil kalsinasi serat nano TiO_2..... 39

Gambar 4.3. Morfologi permukaan serat nano TiO_2/PVP (a) sampel SN16 (b) sampel SN18, (c) sampel SN22, (d) sampel SN24..... 41

Gambar 4.4. Grafik distribusi ukuran diameter serat nano TiO_2/ PVP (a) sampel SN16,(b)sampel SN18,(c)sampel SN22,(d)sampel SN24 44

Gambar 4.5. Grafik pengaruh tegangan terhadap ukuran diameter rata-rata serat nano TiO_2/PVP 45

Gambar 4.6. Komposisi unsur serat nano TiO_2/ PVP sampel SN24..... 48

Gambar 4.7. Difraktogram sampel SN24 (Legenda: a = anatase) Panjang Gelombang sinar-X = 1,540598 Å..... 50

Gambar 4.8. Hasil penghalusan sampel SN24 52

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 3.1 Perbandingan larutan dan variasi tegangan *electrospinning* 28

Tabel 4.1 Data pengukuran kekentalan larutan TiO_2/PVP 38

Tabel 4.2 *Input file* proses penghalusan. 52

Tabel 4.3 *Output file* proses penghalusan..... 53

Tabel 4.4 Hasil perhitungan ukuran partikel 54

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Perkembangan teknologi nano sekarang ini telah menjadi daya tarik para peneliti di dunia. Teknologi nano mempunyai arti dan manfaat yang sangat penting karena hal tersebut dapat menciptakan penghematan ruang, bahan baku, proses produksi, energi dan sekaligus akan meminimalkan limbah dan pencemarannya. Pemanfaatan teknologi nano dalam industri tekstil, dunia industri, bidang pangan, kimia, keramik dan pertanian mampu menghasilkan produk yang lebih fungsional (Subbiah *et al*., 2005). Selain itu, teknologi nano memiliki peran penting dalam bidang nanomaterial. Nanomaterial menjadi salah satu bidang teknologi nano yang saat ini masih gencar dikembangkan. Berikut bahan-bahan material struktur nano seperti serat (*nanofiber*), kabel (*nanowire*), batang (*nanorod*) dan tabung (*nanotube*) (Xia *et al*., 2003)

Di antara berbagai jenis material struktur nano, serat nano secara luas menarik perhatian karena sifat kimia dan sifat fisiknya yang istimewa. Penelitian terkait serat nano mulai banyak dilakukan pada dekade terakhir ini. Dalam dunia perdagangan, serat nano adalah serat yang mempunyai diameter kurang dari 0,5 mikron (500 nm), sedangkan serat nano yang telah diproduksi dan diperdagangkan mempunyai diameter antara 50 nm sampai 300 nm (Lee, 2007). Serat nano memiliki sifat permukaan yang luas, ukuran pori yang kecil dan kemungkinannya

untuk dibentuk struktur tiga dimensi, sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai media filtrasi, serat optik, pakaian pelindung (*protective clothing*), dan sistem penghantaran obat (*drug delivery*) dalam bidang farmasi. Dalam aplikasinya di bidang biomedis, serat nano dapat digunakan sebagai bahan penyembuh luka atau *wound dressing* (Cai *et al*., 2010; Panboon, 2005) dan membantu dalam proses regenerasi tulang (Kim *et al*., 2006).

Terdapat beberapa bahan yang dapat digunakan dalam pembuatan serat nano yaitu bahan semikonduktor berbasis oksida seperti *zinc oxide* (ZnO), *stanni oksida* (SnO_2) dan *titanium dioxide* (TiO_2). Dalam penggunaannya TiO_2 lebih unggul dibandingkan dua bahan semikonduktor lainnya. Keunggulan TiO_2 tersebut antara lain bersifat inert, memiliki karakteristik optik yang baik (Gratzel, 2003), tidak beracun (Hayle dan Gonfa, 2014), lebih murah (Yang *et al*., 2012) dan kestabilannya tinggi apabila dikenai cahaya (Nishizawa *et al*., 2014). Dengan morfologi yang berbeda dan *specific surface area* yang lebih besar menjadikan TiO_2 nanofiber lebih berpotensi untuk diaplikasikan sebagai filter (Ramasundaram *et al*., 2013), fotokatalis (Chuangchote *et al*., 2009), membran fotooksidasi (Modesti *et al*., 2014), sensor gas dan sensor kelembaban (Li *et al*., 2008; Moon *et al*., 2010) serta sel surya (Song *et al*., 2020).

Terdapat beberapa metode yang digunakan dalam sintesis TiO_2 yaitu metode mikroemulsion (Hsieh *et al*., 2008), anodisasi Ti foil dalam elektrolit (Xia *et al*., 2009), pengendapan atau kopresipitasi (Parida dan Naik, 2009), sonokimia (Timuda *et al*., 2010), dan hidrotermal (Camposeco *et al*., 2014). Salah satu metode yang dapat dilakukan adalah metode sol-gel. Metode sol gel dipilih sebagai metode sintesis

dengan langkah yang sederhana dan tidak memerlukan peralatan khusus (Yu *et al*., 2014). Sol merupakan suspensi koloid yang fasa terdispersinya berbentuk cairan sedangkan gel merupakan jaringan partikel atau molekul baik padatan dan cairan. Metode ini dilakukan dengan cara menambahkan surfaktan sebagai pereduksi ukuran partikel dan pencetak pori. Metode sol gel mampu menghasilkan partikel TiO_2 dengan struktur nanopori yaitu ukuran pori dalam skala nanometer.

Pada pembuatan serat nano TiO_2, diperlukan larutan polimer yang digunakan sebagai pembentuk serat. Polimer yang biasa digunakan untuk pembuatan serat nano yaitu *polyvinyl alcohol* (PVA) (Marno *et al*., 2018) dan *polyvinylpyrrolidone* (PVP) (Utkarsh *et al*., 2020). Dari kedua jenis polimer tersebut, PVP adalah polimer pembentuk serat terbaik karena PVP secara fisiologis kompatibel, tidak beracun, inert secara kimia, tahan suhu, pH stabil, non-ionik dan tidak berwarna (Lee *et al*., 2014; Koo *et al*., 2014). Selain itu, keunggulan PVP seperti kelarutan yang tinggi dalam pelarut dari polaritas yang berbeda, kemampuan pelarutan dan pembentukan *film* yang sangat baik, suspensi dan efek penstabil emulsi, dan sifat pengikatannya menjadikannya salah satu eksipien terpenting dalam industri farmasi (Darrell *et al*., 1996; Nakata *et al*., 2012; Yadav *et al*., 2014). PVP adalah polimer hidrofilik dan telah digunakan sebagai surfaktan untuk mengontrol aspek kristal nanopartikel.

Teknik pembuatan serat nano TiO_2 dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu penarikan, *template synthesis*, dan *electrospinning*. Teknik penarikan yaitu teknik pembuatan serat nano dengan menyentuhkan mikropipet pada titis kecil dan menariknya. Teknik *template synthesis* yaitu pembuatan serat nano dengan menekan

larutan polimer pada celah membran yang kecil untuk menghasilkan serat nano. *Electrospinning* yaitu pembuatan serat nano dengan memberi muatan pada larutan polimer yang kemudian dijatuhkan dari pipet di dalam daerah bermedan listrik tinggi (Ramakrishna *et al*., 2005). Brown dan Stevens (2007) menjelaskan bahwa e*lectrospinning* adalah teknik pembuatan serat nano dengan memanfaatkan gaya elektrostatik sebagai pendorong larutan polimer ketika larutan disuntikkan dari sebuah jarum (*spineret*) ke suatu kolektor. Pancaran larutan polimer berakselerasi ke arah kolektor memanjang dan menyebar secara tidak beraturan dari *spineret* ke kolektor. Pancaran larutan tersebut akan menipis dan mengering seiring dengan menguapnya pelarut, meninggalkan serat-serat nano yang saling berhubungan satu dengan lainnya membentuk jaring-jaring yang solid (*webs*). Di antara beberapa teknik yang dikembangkan dalam pembuatan serat mikro maupun nano, teknik *electrospinning* merupakan teknik yang dinilai lebih mudah dan efektif untuk membuat serat halus dari berbagai macam polimer sintetik maupun alami (Jayaraman *et al*., 2004).

Parameter *electrospinning* mempengaruhi diameter dan morfologi serat. Diameter dan morfologi serat yang sesuai dapat diaplikasikan untuk penelitian lebih lanjut. Setelah diuji, serat nano memiliki kinerja yang jauh lebih bagus daripada serat mikro (Ziabari *et al*., 2010). Oleh sebab itu, dilakukan optimasi parameter pada *electrospinning* untuk menghasilkan serat terkecil. Sejumlah peneliti sudah mempublikasikan beberapa dalam optimasi hasil ukuran dan morfologi serat nano dengan metode *electrospinning*.

Saehana melakukan optimasi parameter elektrospinning dengan menggunakan teknik algoritma genetik pada tegangan listrik dan jarak pemercik ke pengumpul. Penelitian

ini menghasilkan serat minimum 155 nm dengan nilai optimum tegangan listrik dan jarak pemercik ke pengumpul sebesar 18,3 kV dan 23,5 cm (Saehana *et al*., 2011). Kurniawan mendesain dan mengembangkan sistem pengendalian terhadap tegangan listrik, laju aliran polimer, serta kecepatan pompa jarum suntik. Hasil penelitian ini menghasilkan jari-jari minimum 136,43 nm dengan tegangan listrik yang digunakan 15 kV dan kecepatan pompa syringe 5 rpm (Kurniawan *et al*., 2013).

Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan serat nano TiO_2/PVP menggunakan teknik *electrospinning* dengan variasi tegangan sebesar 16, 18, 22, 24 kV. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan *Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi permukaan, komposisi unsur dan ukuran diameter serat nano, dan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur kristal juga ukuran partikel yang terbentuk pada sampel.

B. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana pengaruh variasi tegangan terhadap morfologi permukaan dan ukuran diameter pada serat nano TiO_2?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh variasi tegangan terhadap morfologi permukaan dan ukuran diameter pada serat nano TiO_2.

D. Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan adalah:

1. Sintesis material menggunakan bahan TTIP, etanol, asam asetat dan PVP.
2. Variasi tegangan yang digunakan sebesar 16, 18, 22, dan 24 kV.
3. Karakterisasi serat nano TiO_2 menggunakan SEM-EDS dan XRD.
4. Metode yang digunakan untuk pembentukan serat nano TiO_2 adalah *electrospinning*.

E. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah sebagai informasi ilmiah terkait pengaruh tegangan *electrospinning* terhadap serat nano TiO_2 yang pembuatan larutannya melibatkan metode sol-gel. Hasil penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat sebagai acuan dalam pengembangan serat nano TiO_2 pada penelitian selanjutnya.

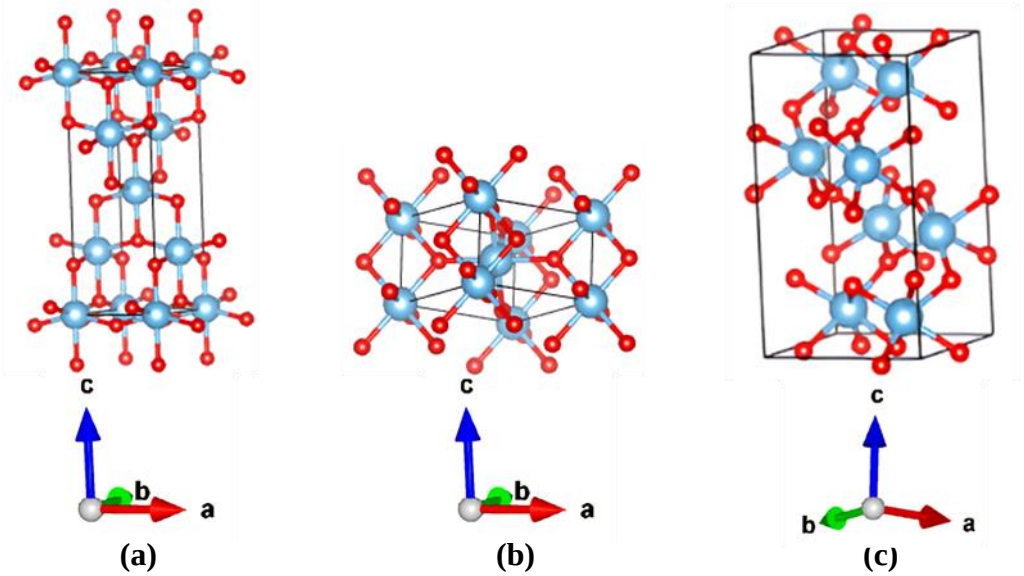
II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan logam transisi yang termasuk golongan IV pada tabel periodik, disebut juga titanium anhydride, anhidrida asam titanium, titanium oksida, atau titania yang biasanya tersedia dalam serbuk putih. TiO_2 mempunyai massa molar 79,90 g/mol; densitas 4,26 g/cm^3, tidak larut dalam asam klorida (HCl), asam nitrat (HNO_3) dan aquaregia, tetapi larut dalam asam sulfat pekat (H_2SO_4) membentuk titanium sulfat ($TiSO_4$) (Cotton *et al*., 1989). Bahan ini memiliki banyak keunggulan dibandingkan bahan semikonduktor yang lainnya, sehingga menjadi perhatian dalam penelitian sebagai fotokatalis. Titanium dioksida (TiO_2) merupakan suatu material yang memiliki beberapa keunggulan yaitu memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, berlimpah, tidak larut dalam air, memiliki luas permukaan yang besar, ramah lingkungan, stabilitas mekanik tinggi, sifat dielektrik, stabilitas termal tinggi, dan stabilitas kimia tinggi.

Di alam TiO_2 memiliki beberapa struktur kristal yaitu anatase, rutil, dan brukit. Rutil adalah fasa keseimbangan semua suhu, sedangkan anatase dan brukit adalah fasa metastabil yang dapat diubah menjadi rutil dengan proses pemanasan (Greenwood dan Earnshaw, 1994). TiO_2 memiliki beberapa fasa tambahan sebagai bentuk tegangan tinggi, seperti monoklinik baddelite dan orthorombik α- PbO_2

keduanya ditemukan di Ries Crater, Bavaria (Goresy, 2001). Rutil dan anatase merupakan fasa yang sering diproduksi. Rutil (rutilus, bahasa Latin berarti merah) memiliki komposisi 10% besi dan sejumlah niobium serta tantalum. TiO_2 struktur rutil dan anatase berukuran nanometer dapat dihasilkan dengan unit sel yang berbentuk tetragonal melalui proses hidrotermal. Perbedaannya hanya terletak pada suhu serta waktu pengovenan (Asrori *et al*., 2000). Untuk beberapa aplikasi rutil lebih sering digunakan karena memiliki sifat fisik yang unik misalnya berkilau, keras dan tahan terhadap fenomena korosi. Berbeda dengan brukit strukturnya memiliki simetri yang polimorf dan dapat berubah menjadi rutil pada temperatur sekitar 750 ºC. Secara umum struktur ini tidak jauh berbeda dengan rutil dan anatase dalam hal massa jenis dan tingkat kekerasan (Stamate *et al*., 2008). Untuk melihat lebih jelas lagi perbedaan dari struktur anatase dan rutil dapat dilihat pada Gambar 2.1 menggunakan aplikasi Vesta.



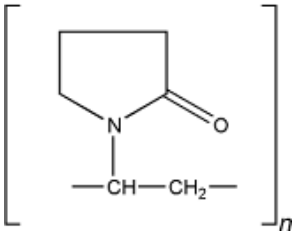
Gambar 2.1. Struktur kristal TiO_2 ; (a) anatase (Djerdj dan Tonejc, 2006). (b) rutil (Howard *et al*.,1991), dan (c) brookite (Meagher dan Lager, 1979).

Gambar 2.1a menunjukkan struktur kristal TiO_2 fasa anatase. Ion titanium (Ti) ditunjukkan pada bulatan besar yang warna biru dan ion oksigen (O) ditunjukkan pada bulatan kecil yang berwarna merah. Sifat kristal anatase ini membentuk delapan tetragonal dipiramida berpusat badan dengan space group $I4_1/amd$ (No.141) dan parameter sel a = 3,7845 Å, b = 3,7845 Å, c = 9,5143 Å, serta nilai sudut α = 90,00°, β = 90,00° dan γ = 90,00° (Djerdj dan Tonejc, 2006). Gambar 2.1b menunjukkan struktur kristal TiO_2 fase rutil. Ion titanium (Ti) ditunjukkan bulatan besar berwarna biru dan ion oksigen (O) oleh bulatan kecil berwarna merah. Struktur kristal rutil pertama kali ditemukan oleh Vegard pada tahun 1916 (Mak dan Zhou, 1992). Setiap atom titanium dikelilingi oleh 6 atom oksigen pada enam sudut yang teratur dan setiap atom oksigen dikelilingi tiga atom titanium pada sudut sama sisi dengan space group $P4_2/mmm$ (No.136) dan parameter sel a = 4,5937 Å, b = 4,5937 Å, c = 2,9587 Å, serta nilai sudut α = 90,00°, β = 90,00° dan γ = 90,00° (Howard *et al*., 1991).

B. Polyvinylpirolidone (PVP)

PVP atau disebut juga povidon adalah sebuah polimer sintetik yang struktur dasarnya terdiri dari kelompok 1-vinyl-2-pyrrolidinone. Derajat polimerisasi ditentukan oleh jumlah n dari unit-unit ulang per makromolekul atau dengan kata lain dapat dikatakan bahwa derajat polimerisasi ditentukan oleh bobot molekulnya. Semakin besar bobot molekulnya, maka viskositasnya akan semakin besar dan nilai K juga semakin besar. Nilai K menunjukkan viskositas PVP dalam air relatif terhadap air. PVP bentuknya berupa serbuk putih, tidak berbau dan higroskopis (Rowe *et al*., 2009).

PVP memiliki densitas/berat jenis (bulk) = 0,29 – 0,39 g/cm^3, memiliki titik leleh 150 °C dan kelarutannya adalah larut dalam asam-asam, kloroform, etanol (95%), keton, methanol dan air, praktis tidak larut dalam eter, hidrokarbon, dan minyak mineral. Dalam air, konsentrasi dari larutan dibatasi oleh viskositas dari larutan yang dihasilkan, yang mana adalah fungsi dari nilai K (Rowe *et al*., 2003). Struktur bangun PVP dapat dilihat pada Gambar 2.2.



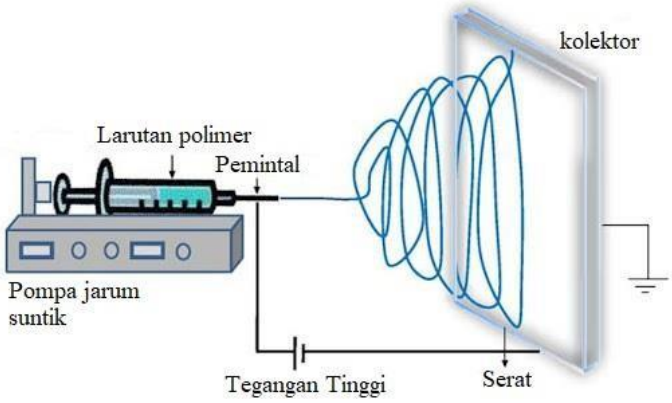
Gambar 2.2. Struktur bangun PVP (Rowe *et al*., 2003).

Berdasarkan Gambar 2.3 struktur atom PVP terdiri dari 6 atom karbon (C), 9 atom hidrogen (H), 1 atom nitrogen (N) dan 1 atom oksigen (O). Sehingga rumus kimia dari PVP adalah C_6H_9NO. PVP merupakan salah satu polimer pembentuk serat terbaik karena serat yang dihasilkan tidak mengandung banyak beads (bintik) dan serat bersifat kontinyu. Selain itu, keunggulan lainnya antara lain biokompatibilitas yang tinggi, memiliki kelarutan yang sangat baik, serta toksisitas rendah. PVP biasa dimanfaatkan salah satunya dalam bidang industri sebagai bahan pengikat pada tablet hisap. Pengaruh PVP mampu membentuk ikatan yang kuat antar granul sehingga tablet hisap yang dihasilkan memiliki kekerasan dan kerapuhan yang cukup. Hasil aglomerasi dengan PVP sebagai bahan pengikatnya menghasilkan granul yang kuat dan cepat larut. Bahan pengikat ini juga berkemampuan sebagai pengikat kering langsung (Lachman *et al*., 2008). Kegunaan PVP lainnya yaitu sebagai zat pendispersi, pembantu pelarutan untuk injeksi dan juga dapat digunakan

dalam meningkatkan laju disolusi dan kelarutan dari suatu zat aktif (Rowe *et al*., 2003).

C. Electrospinning

Electrospinning adalah proses sederhana dan komprehensif untuk menghasilkan serat dari jenis bahan yang meliputi polimer, komposit dan keramik. *Electrospinning* adalah alat yang dirancang untuk membuat serat dengan menggunakan tegangan tinggi serta berprinsip pada medan listrik dan dapat membuat serat nano secara terus menerus dengan cara yang mudah dengan biaya yang murah (Sahrul dan Abdullah, 2009). Serat nano yang dihasilkan mampu menciptakan efisiensi suatu produk (Shih *et al*., 2017). *Electrospinning* memiliki 3 bagian utama yakni sumber daya tegangan tinggi, pompa semprot dan *spinneret*, serta pengumpul. Ilustrasi alat *electrospinning* seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Skema alat *electrospinning* (Cengiz and Jirsak, 2009).

Electrospinning menggunakan tegangan tinggi yang dipasang pada ujung jarum suntik dan pengumpul. Ujung jarum dihubungkan dengan kutub positif sumber tegangan, dan pengumpul dihubungkan dengan kutub negatif sumber tegangan.

Kondisi ini menimbulkan larutan polimer yang berada pada jarum akan mengalami polarisasi dan menimbulkan medan listrik kearah pengumpul. Pompa semprot ditekan sehingga larutan menuju jarum suntik berbentuk titis kecil. Titis kecil akan mengalami gaya elektrostatik dan medan listrik. Adanya kedua gaya tersebut, titis kecil tertarik ke arah pengumpul membentuk kerucut (*Taylor cone*) kemudian terlepas dari ujung jarum ke arah pengumpul membentuk jet polimer (Patil *et al*., 2017). Jet tersebut membentuk serat *nonwoven* dengan ukuran sangat kecil yang disebut serat nano. Deformasi titis kecil dikarenakan adanya muatan yang saling tolak menolak dari dalam larutan polimer dan diimbangi viskositas larutan.

Gaya elektrostatik yang dilakukan muatan oleh larutan polimer (q) pada pengumpul (q') memenuhi persamaan 2.1.

$$F = \frac{kqq'}{r^2} \tag{2.1}$$

dengan F adalah gaya elektrostatik (N), k adalah konstanta, q adalah muatan listik pada larutan polimer (C), q' adalah muatan listrik pada pengumpul (C) dan r adalah jarak antara dua muatan listrik (m)

Medan listrik (E) dan potensial listrik (V) yang dihasilkan oleh larutan polimer pada pengumpul dengan jarak r memenuhi persamaan 2.2.

$$E = \frac{kq}{r^2} \tag{2.2}$$

$$V = \frac{kq}{r} \tag{2.3}$$

Dari persamaan (2.2) dan persamaan (2.3) diperoleh hubungan medan listrik dengan potensial listrik sebagai berikut:

$$E = \frac{V}{r} \tag{2.4}$$

Serat nano yang terbentuk merupakan hasil dari penipisan dan penguapan larutan (Ziabari *et al*., 2010). Larutan yang keluar dari ujung jarum berbentuk titis kecil dengan ukuran kecil. Volume larutan ini dikendalikan oleh pompa semprot dengan gerakan yang sangat lambat. Larutan yang digunakan pada *electrospinning* dapat berupa bahan polimer yang dilarutkan pada suatu pelarut. Bahan polimer yang digunakan yakni bahan yang mudah dicari berasal dari alam dan memiliki banyak aplikasi di segala bidang.

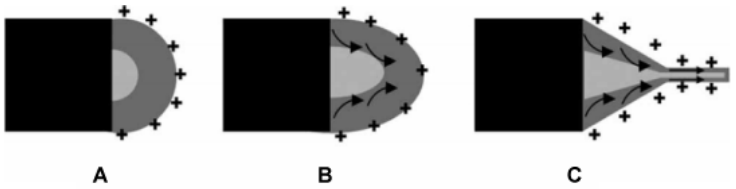
D. Parameter yang mempengaruhi hasil *electrospinning*

Banyak penelitian mengenai struktur nano dari bahan tertentu yang menggunakan metode *electrospinning*. Aplikasinya dapat diterapkan diberbagai bidang misalnya bidang industri maupun bidang medis. Contoh aplikasinya yaitu filtrasi, desalinasi, reaksi katalistik, *protective clothing*, dan sensor *aplication*.

Ukuran dan morfologi dari serat nano dapat dikontrol dengan parameter yang dibagi 3 kategori yaitu parameter larutan (viskositas larutan, konsentrasi larutan, berat molekul, konduktivitas larutan dan zat pelarut), parameter pengolahan (penggunaan tegangan listrik, jarak pemercik dengan pengumpul, *flowrate* dan jari-jari pemercik), dan parameter ligkungan (suhu, kelembapan, dan tekanan atmosfer). Parameter-parameter diatas sangat mempengaruhi pembentukan diameter serat nano serta struktur atau morfologinya (Saehana *et al*., 2013).

1. Tegangan Tinggi DC

Penggunaan tegangan tinggi DC pada *electrospinning* sangatlah penting. tegangan tinggi DC dipasang pada jarum dan pengumpul. Pengumpul dihubungkan dengan kutub negatif sumber tegangan sehingga pengumpul bermuatan negatif dan jarum dihubungkan dengan kutub positif sumber tegangan sehingga jarum bermuatan positif. Larutan pada jarum mengalami polarisasi sehingga titis kecil bermuatan positif. Kondisi ini menimbulkan gaya elektrostatik antara titis kecil dan pengumpul serta timbul medan listrik ke arah pengumpul (Takasaki *et al*., 2015). Titis kecil yang mengalami gaya tersebut diimbangi oleh gaya tolakan muatan dan tegangan permukaan yang diakibatkan oleh viskositas, sehingga titis kecil memanjang membentuk kerucut yang dinamakan *Taylor Cone.* Titis kecil yang bermuatan akan mengalami perubahan bentuk dari semi *spherical*, *prolate* dan *taylor cone* seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Mekanisme efek tegangan tinggi terhadap muatan pada liquid *droplet* (Takasaki *et al*., 2015).

Tegangan tinggi DC yang diberikan melebihi tegangan kritis suatu titis kecil, maka setelah membentuk kerucut akan membentuk jet polimer atau serat nano yang terkumpul pada pengumpul. Penggunaan tegangan tinggi pada *electrospinning* harus diperhatikan. Pada studi penelitian tegangan tinggi yang digunakan pada *electrospinning* yaitu sebesar 7-32 kV (Patil *et al*., 2017). Pemberian tegangan tinggi yang berlebihan terhadap jarak pemercik ke pengumpul yang terlalu dekat

menyebabkan timbulnya lucutan korona. Lucutan korona merupakan fenomena kelistrikan yang disebabkan oleh medan listrik yang terlalu besar diantara kedua elektroda. Semakin besar tegangan maka semakin besar medan listrik yang dihasilkan dan demikian sebaliknya (Takasaki *et al*., 2015). Penerapan tegangan tinggi pada *electrospinning* sangat penting dalam mempengaruhi diameter dan morfologi dari serat nano. Kenaikan tegangan tinggi menyebabkan penurunan diameter serat nano serta mempersingkat waktu larutan dari ujung jarum ke pengumpul (Patil *et al*., 2017). Selain itu, kenaikan tegangan tinggi menyebabkan terbentuknya manik-manik (*beads*) dengan diikuti penipisan jet polimer dan kecepatan jet polimer pada laju aliran fluida yang sama. Tegangan tinggi yang digunakan dalam mempengaruhi pembuatan serat nano tergantung jenis polimer yang digunakan. Tegangan tinggi yang diterapkan pada larutan polimer yang berbeda-beda maka hasil serat nano yang dihasilkan juga berbeda. Hal tersebut karena larutan memiliki tegangan permukaan masing-masing (Haider *et al*., 2015).

2. Laju Aliran (*Flowrate*)

Laju aliran pada *electrospinning* yaitu aliran fluida dari pompa semprot menuju pengumpul. Laju larutan berpengaruh dalam pembentukan diameter dan morfologi serat. Proses ini mempengaruhi laju transfer bahan dan kecepatan jet. Diameter serat akan meningkat seiring dengan meningkatnya laju larutan yang digunakan. Peningkatan laju larutan menyebabkan rata-rata ukuran pori meningkat dari 90 nm sampai dengan 150 nm. Studi literatur laju larutan yang digunakan pada *electrospinning* yakni sebesar 0,3-3 ml/h (Patil *et al*., 2017). Selain meningkatnya ukuran serat dengan meningkatnya laju aliran juga dapat membentuk manik-manik.

Hal tersebut dikarenakan penguapan yang kurang sempurna dan peregangan minimum larutan dari pemercik ke pengumpul. Kenaikan dan penurunan laju larutan mempengaruhi diameter serat. Laju aliran yang minimum lebih efektif dalam pembuatan serat nano dan pembentukan *Taylor cone* yang stabil. *Taylor cone* dan jet yang terbentuk tidak kontinyu selama proses berlangsung karena setelah lepas dari pemercik, titis kecil akan membentuk ulang *Taylor cone* dan jet polimer yang baru (Haider *et al*., 2015).

3. Jarak antara ujung jarum ke pengumpul

Diameter dan morfologi serat nano pada dasarnya dipengaruhi oleh jarak antara ujung jarum dengan pengumpul. Jarak mempengaruhi diameter dan morfologi serat dikarenakan jarak dapat menentukan waktu deposisi, tingkat penguapan, dan ketidakstabilan jet polimer. Oleh sebab itu, dibutuhkan jarak pemercik ke pengumpul yang optimum agar membentuk serat nano dengan diameter dan morfologi serat seperti yang diinginkan. Sejumlah penelitian telah mempelajari pengaruh jarak pemercik ke pengumpul dan menyimpulkan bahwa kenaikan jarak membuat diameter serat menurun namun ketidakstabilan jet polimer meningkat. Apabila terjadi penurunan jarak maka diameter serat meningkat dengan menurunnya ketidakstabilan jet. Jarak pemercik ke pengumpul yang diterapkan pada beberapa larutan yang memiliki viskositas berbeda, maka akan menghasilkan diameter serat yang berbeda pula (Haider *et al*., 2015). Berdasarkan penelitian Patil, umumnya jarak antara ujung jarum dengan pengumpul yaitu 5 cm sampai dengan 25 cm. Tegangan tinggi diterapkan pada jarak antara ujung jarum dengan pengumpul lebih rendah maka akan mempersingkat waktu larutan untuk tertangkap

di pengumpul (Patil *et al*., 2017).

4. Viskositas larutan dan Konsentrasi Larutan

Larutan yang digunakan pada *electrospinning* harus memiliki viskositas larutan. Viskositas dan tegangan permukaan pada larutan memiliki peranan penting dalam pembentukan serat. Viskositas larutan pada proses *electrospinning* berfungsi untuk mengimbangi larutan apabila dikenai medan listrik. Larutan polimer pada pemercik yang dikenai oleh medan akan berubah bentuk dari tetesan fluida (*liquid droplet*) kemudian memanjang membentuk *prolate spherical* dan kemudian dilanjutkan dengan terbentuknya serat. Perubahan bentuk ini diakibatkan karena tegangan tinggi DC yang mengenai titis kecil diimbangi oleh tegangan permukaan larutan. Semakin tinggi konsentrasi larutan maka viskositas semakin meningkat. Viskositas berpengaruh pada keterikatan rantai polimer. Keterikatan rantai polimer dapat mengatasi tegangan permukaan dan akhirnya mendapatkan serat tanpa manik-manik. Apabila digunakan konsentrasi polimer rendah dan dikenai medan listrik cukup besar menyebabkan rantai polimer terjerat masuk ke fragmen sebelum mencapai pengumpul. Fragmen ini menyebabkan terbentuknya manik-manik pada serat nano yang dihasilkan.

Viskositas sangat rendah dapat menimbulkan *electrospraying*. *Electrospraying* adalah teknik untuk mengionisasi suatu senyawa. Oleh sebab itu, hasil yang didapatkan adalah manik- manik. Apabila viskositas larutan terlalu tinggi maka menghasilkan serat dengan manik-manik. Viskositas yang tinggi sulit untuk memaksa larutan keluar dari jarum suntik sehingga kontrol pada jarum tidak stabil. Penelitian yang dilakukan oleh Haider menyebutkan bahwa terbentuknya manik-

manik dikarenakan pengaruh viskositas (Haider *et al*., 2015). Larutan pada umumnya yang digunakan adalah Polivinilpirolidone (PVP), polivinil alkohol (PVA), polivinil asetat (PVAc), Polimetil metakrilat (PMMA) (Patil *et al*., 2017). Oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa selain parameter *electrospinning* penentuan nilai kritis dari konsentrasi atau viskositas juga penting untuk mendapat serat nano terkecil (Haider *et al*., 2015).

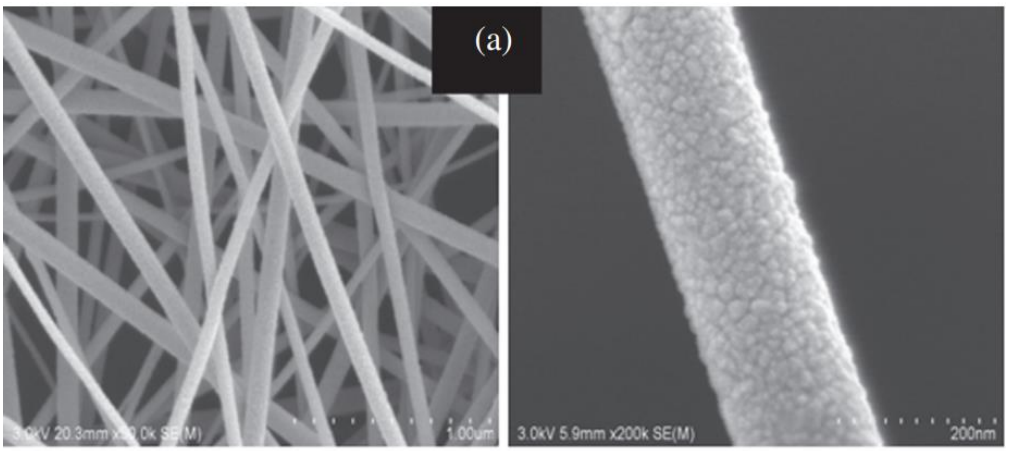
E. Serat Nano (*Nanofiber*)

Serat nano merupakan sebuah membran tipis yang terbentuk pada pelat pengumpul atau kolektor selama proses *electrospinning*. Serat ini juga disebut sebagai *nanofiber* jala karena struktur yang terbentuk seperti jaring-jaring yang terkumpul ketika dilihat dari mikroskop elektron (Ramakrishna *et al*., 2005). Beberapa keunggulan serat nano di antaranya memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan serat sejenis dalam ukuran besar. Nilai perbandingan untuk serat nano lebih besar seribu kali (10^3) dibandingkan dengan serat mikro (Huang *et al*., 2003).

Keunggulan dari serat nano lainnya yaitu struktur berpori kecil, diameter kecil, kekuatan tariknya, fleksibel dalam fungsi permukaan, dan bersifat konduktif sehingga memiliki muatan pembawa untuk menarik larutan dalam medan elektrostatik sehingga menghasilkan serat berukuran nano dan efisiensi filtrasi lebih tinggi (Bhardwaj and Kundu, 2010; Yoon *et al*., 2006). Serat nano berpotensi besar untuk diaplikasikan salah satunya sebagai filter (Ramasundaram *et al*., 2013). Penggunaan serat nano untuk aplikasi filtrasi memberikan dua keuntungan yaitu

sebagai filter sekaligus sebagai material fotokatalis. Aplikasi lainnya yaitu pada penggunaan jaringan serat nano dalam *nano-bioengineering*, penutup luka, tekstil, hemodialisis serta *drug release* (pelepasan obat dalam tubuh) dan lain sebagainya.

Ketertarikan para peneliti pada serat nano melahirkan banyak teknik fabrikasi, diantaranya pemintal elektrik (*electrospinning*), sintesis dengan bantuan cetakan, pencairan (*melt-blowing*), pemintalan biokomponen (*biocomponent- spinning*), gaya putar (*force-spinning*) dan pemintalan cahya (*flash spinning*), deposisi uap kimia (*chemical vapor deposition*) dan deposisi uap fisik (*physical vapor deposition*). Namun dalam pembuatan serat nano kontinyu pada umumnya digunakan teknik *electrospinning* (Barhoum *et al*., 2019). *Electrospinning* memiliki teknik yang cenderung lebih cepat, sederhana, dan ekonomis untuk membuat berbagai bahan menjadi struktur berserat nano. Teknik *elecrospinning* mampu menghasilkan serat yang sangat halus yaitu serat nano (<1000 nm) (Faccini *et al*., 2014). Tampilan morfologi serat nano hasil penelitian dari Young *et al.* (2010) yang menggunakan prekursor TiO_2 dan polimer PVP dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5. Morfologi serat nano TiO_2/PVP (Young *et al.* (2010).

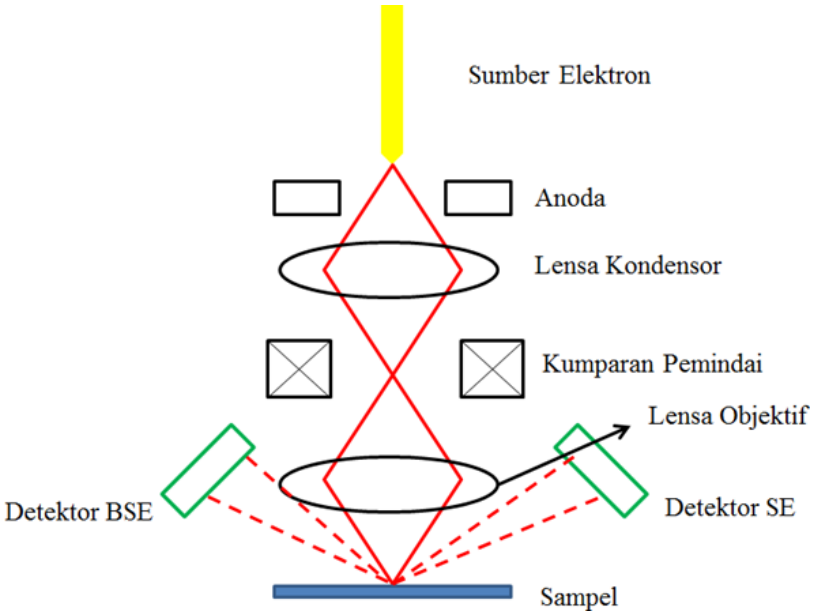
Berdasarkan morfologi permukaan yang disajikan pada Gambar 2.5 terlihat bahwa serat nano TiO_2/PVP berhasil dipintal menggunakan Teknik *electrospinning.* Keberhasilan ini ditunjukkan oleh bentuk serat yang kontinu dengan ukuran yang relative seragam tanpa adanya manik yang terbentuk.

F. *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS)

SEM adalah sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung, memiliki perbesaran 10 sampai 3.000.000 kali, dan resolusi sebesar 1 hingga 10 nm. SEM merupakan sejenis mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pengganti cahaya untuk melihat benda dengan resolusi tinggi. Analisis SEM bermanfaat untuk mengetahui struktur mikro (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Berkas sinar elektron dihasilkan dari filamen yang dipanaskan, disebut *electron gun*. Sebuah ruang vakum diperlukan untuk preparasi. SEM dilengkapi dengan EDS yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia suatu permukaan secara kualitatif dan kuantitatif. Pada SEM dapat diamati karakteristik bentuk, struktur, dan distribusi pori pada permukaan bahan. Skema prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.6.

Skema kerja alat SEM, berawal dari elektron primer yang keluar dari sumber elektron dengan energi yang sangat besar melewati anoda. Anode berfungsi menyearahkan elektron menuju titik fokus, membatasi, dan mengeliminasi pancaran elektron yang memiliki sudut hambur terlalu besar. Setelah melewati anode berkas elektron diteruskan menuju lensa magnetik, agar elektron terfokuskan

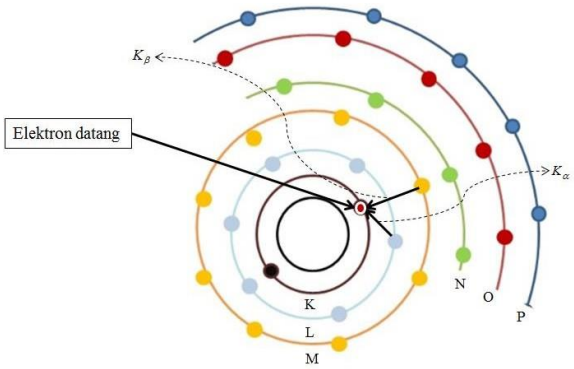
dan menuju kumparan pemindai hingga sampai ke sampel (Sampson, 1996). Gambar terbentuk berdasarkan deteksi elektron sekunder yang muncul akibat interaksi elektron primer dengan elektron-elektron sampel. Elektron sekunder yang terdeteksi akan diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada layar monitor *Cathode Ray-Tube* (CRT). Di layar CRT inilah gambar struktur mikro sampel bisa terlihat. Karena elektron sekunder ini memiliki energi rendah, maka elektron-elektron tersebut dapat dibelokkan membentuk sudut dan menimbulkan bayangan topografi.



Gambar 2.6. Skema kerja alat SEM.

Elektron primer yang berinteraksi dengan elektron terluar dari sampel, misal kulit K seperti yang ditunjukkan Gambar 2.7 akan mengakibatkan terjadinya hamburan yang mengakibatkan elektron K tereksitasi keluar karena energinya lebih kecil dibandingkan elektron primer. Hal ini menyebabkan elektron primer dapat memberikan sisa energinya pada elektron-elektron yang berada di kulit L, M, N, dan seterusnya dengan cara menjatuhkan dirinya hingga menuju kulit yang terdekat

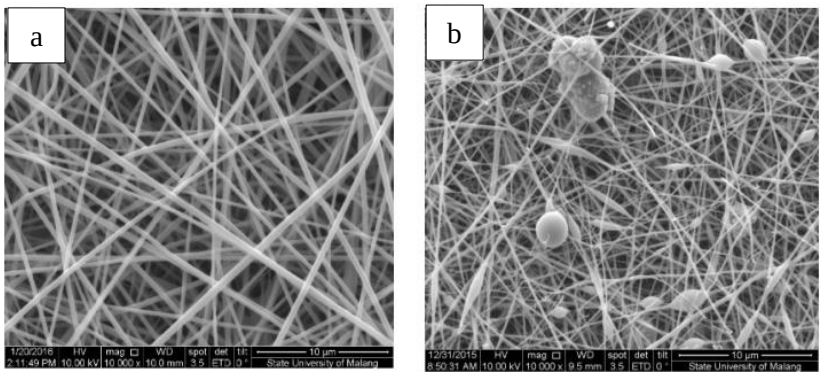
dengan inti. Elektron-elektron yang berada di kulit- kulit atasnya akan memiliki energi yang berlebih, sehingga secara otomatis elektron-elektron tersebut akan naik menuju ke kulit terluarnya. Kelebihan energi yang dilepas pada waktu transisi yakni dalam bentuk sinar-X, karena beda tingkat energi untuk suatu atom tertentu, sehingga sinar-X yang dihasilkan oleh suatu atom tersebut juga mempunyai energi terentu maka sinar ini disebut sinar-X karakteristik.



Gambar 2.7. Proses terbentuknya sinar-X (Merrick, 1997).

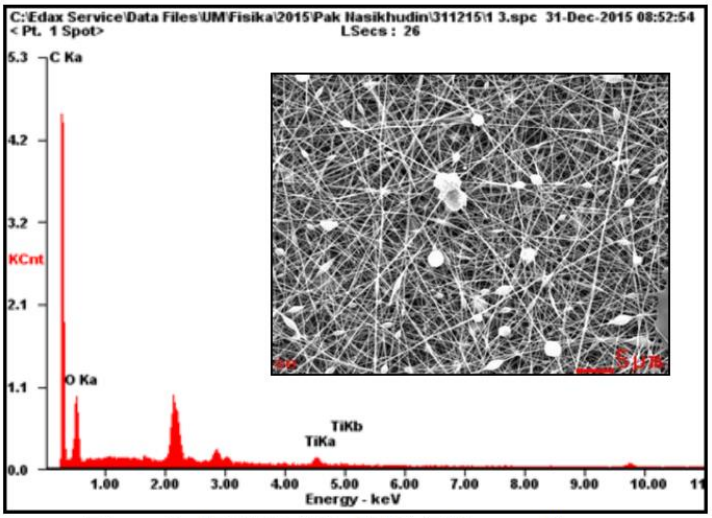
Sinar-X yang dihasilkan akan diubah ke dalam sinyal pulsa oleh *photomultiplier*. Selanjutnya, pulsa diubah menjadi bilangan digital melalui *Analog to Digital Converter* (ADC) untuk dibaca oleh komputer. Informasi dari konverter sinar-X tersebut memberikan hasil spektrum tinggi pulsa (energi) terhadap waktu. Hasil inilah yang disebut dengan EDS. EDS dapat memberikan informasi berupa unsur-unsur dalam sampel dengan cara mengetahui tingkat energi tertera dalam intensitas.

Tampilan gambar morfologi permukaan serta komposisi unsur sampel yang diperoleh dari hasil karakterisasi SEM dan EDS ditampilkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8. Morfologi permukaan: (a) serat nano TiO_2/PVA, (b) serat nano PVA (Nasikhudin *et al*., 2017).

Berdasarkan morfologi permukaan yang ditampilkan pada Gambar 2.8 dapat dilihat bahwa serat TiO_2/PVA dan PVA terbentuk dan dapat dipintal dengan menggunakan metode *electrospinning*. Perbedaan ukuran sera tantara sampel TiO_2/PVA dan PVA Nampak jelas terlihat. Tampak bahwa serat PVA terdapat banyak manik-manik panjang serat tidak kontinu dibandingkan dengan serat TiO_2/PVA. Spektrum EDS dari serat TiO_2/PVA dapat dilihat pada Gambar 2.9.

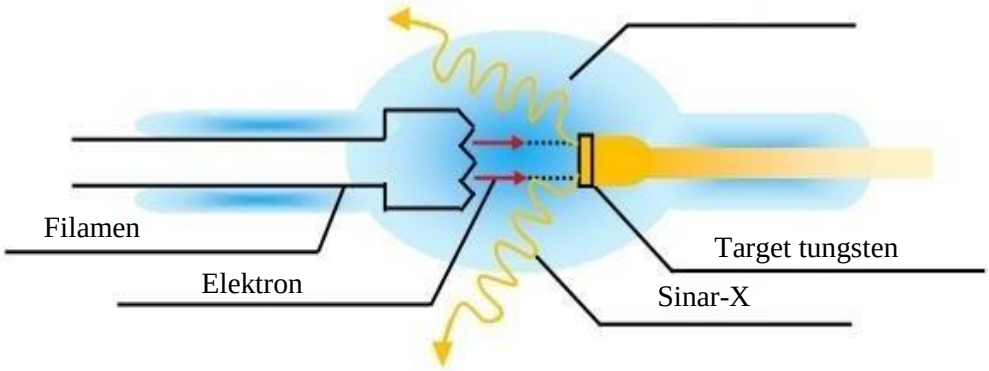


Gambar 2.9. Spektrum EDS serat TiO_2/PVA (Nasikhudin *et al*., 2017).

Berdasarkan tampilan spektrum EDS pada Gambar 2.9 menunjukkan bahwa rasio unsur C, O dan Ti adalah 68,03, 28,76, dan 3,21%. Hal ini membuktikan bahwa nanofiber mengandung TiO_2.

G. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sinar-X sejak pertama kali ditemukan oleh Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1895. Sinar-X sering kali dipergunakan dalam berbagai aplikasi baik untuk kepentingan medis, forensik, geologi, identifikasi logam berat, maupun hal lainnya. Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang (λ) berkisar 0,1 nm. Radiasi yang dipancarkan ini memiliki energi yang khas sesuai dengan transisi elektron yang terjadi. Sinar-X dapat diproduksi di dalam sebuah wadah (tabung) kedap udara dengan cara memanaskan filamen sehingga mengeksitasikan elektronnya yang kemudian diakselerasi (dipercepat) dengan listrik bertegangan tinggi sehingga elektron memiliki energi kinetik yang tinggi. Karena elektron bermuatan negatif, maka elektron akan bergerak menuju sebuah plat logam yang diletakkan pada bagian anoda yang bermuatan positif (Cullity, 1978). Proses pembentukan sinar-X dalam tabung elektron dapat dilihat seperti Gambar 2.10.

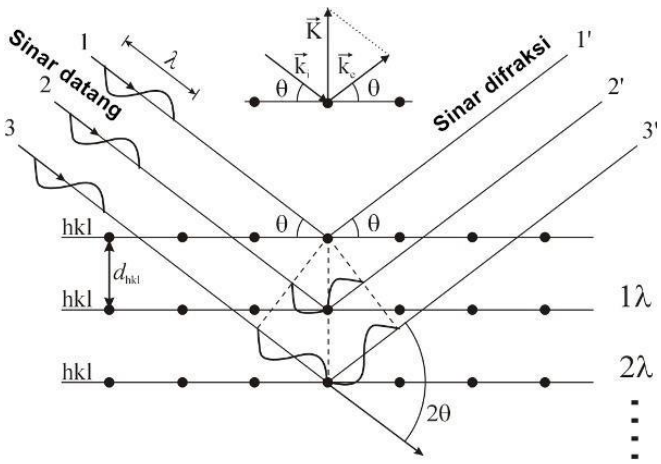


Gambar 2.10. Proses pembentukan sinar-X dalam tabung elektron (Cullity, 1978).

Jika seberkas sinar-X dengan panjang gelombang (λ) diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut θ, maka sinar tersebut akan dihamburkan oleh bidang kristal.

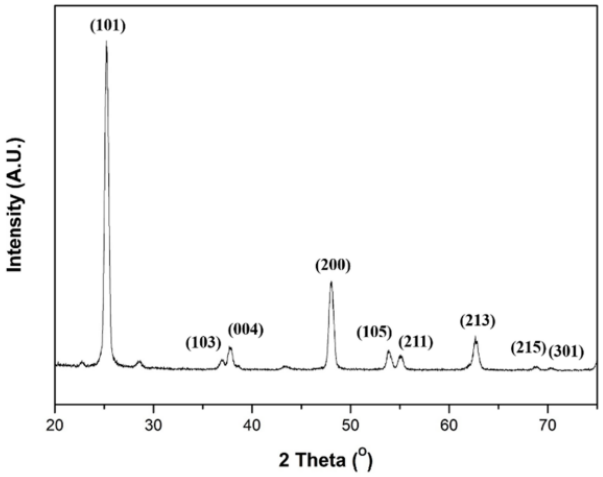
Sinar yang sefase akan saling menguatkan dan yang tidak sefase akan saling meniadakan atau melemahkan. Berkas sinar sefase tersebut yang menghasilkan puncak difraksi. Besar sudut difraksi tergantung pada panjang gelombang (λ) berkas sinar-X dan jarak antar bidang penghamburan (*d*).

Sinar datang yang menumbuk pada titik bidang pertama dan dihamburkan oleh atom D. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B. Sinar ini menempuh jarak AB + BC bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Dalam hal ini dapat dikatakan fasa suatu bahan berupa fasa murni dan fasa kristal dapat ditentukan setelah diamati oleh XRD menggunkan difraktometer serbuk. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkan. Tiap puncak yang muncul pada pola difraktogam mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi (Fuente *et al.*, 2016). Skema difraksi sinar-X dapat dilihat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11. Skema difraksi sinar-X (Cullity, 1978).

Berikut ini contoh hasil pengukuran difraksi sinar-X dari serat nano TiO_2 yang ditunjukkan pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12. Contoh hasil XRD serat nano TiO_2 (Kim *et al.*,2021).

Gambar 2.12 menampilkan hasil XRD yang terbentuk dari sampel serat nano TiO_2 dalam keadaan suhu kalsinasi 450 ^{0}C selama 3 jam. Dari gambar teridentifikasi bahwa puncak-puncak yang terbentuk menunjukkan fasa anatase.

Berdasarkan puncak-puncak yang diperoleh dari hasil XRD, selanjutnya dapat digunakan untuk menentukan ukuran partikel. Tingkat kristanilitas partikel TiO_2 dapat diperoleh dengan membandingkan intensitas dan pelebaran puncak difraksi dari sampel yang diuji. Perhitungan ukuran partikel dapat dilakukan menggunakan persamaan Scherrer (Cullity, 1978) seperti Persamaan 2.5.

$$L = k\lambda/B \cos\theta \tag{2.5}$$

dengan L adalah ukuran partikel (nm), k adalah konstanta (0,94), B adalah lebar penuh pada setengah intensitas maksimum atau *full width at half maximum* (FWHM), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm) dan θ adalah sudut hamburan pada puncak difraksi (^{o}).

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April sampai dengan Juni 2022. Proses pembuatan sampel, uji viskositas dan uji tegangan permukaan dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung. Proses *Electrospinning* dilakukan di Laboratorium Elektronika Dasar Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi SEM-EDS dilakukan UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung. Karakterisasi XRD sampel dilakukan di Laboratorium Fisika FMIPA Universitas Negeri Padang.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Titanium (IV) Isopropoksida [$Ti(OC_3H_7)_4$] 97% Sigma Aldrich, asam asetat glasial (CH_3COOH), metanol (CH_3OH) 100% Merck, etanol (C_2H_5OH) 100% Merck, dan Polyvinilpyrolidone $(C_6H_9NO)_n$, *aluminium foil*, *plastic wrap* dan tisu. Alat- alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *magnetic stirrer-hot plate,* neraca analitik, botol kaca, gelas beker, spatula, pengaduk magnetik, batang magnetik, alat *electrospinning*, *srynge pump*, kaca preparat, *power supply high voltage*, bulp, viskometer Ostwald, mortar, dan pastel. Karakterisasi dilakukan menggunakan alat SEM-EDS dan XRD.

C. Prosedur Penelitian

Prosedur yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari beberapa tahap penelitian yaitu sintesis larutan TiO_2/PVP, pengukuran viskositas, pengukuran tegangan permukaan, proses *electrospinning*, dan karakterisasi sampel menggunakan SEM dan XRD. Pengamatan akan dilakukan dengan memvariasikan tegangan yang digunakan pada saat proses *electrospinning* berlangsung dengan jarak tip ke kolektor adalah 13 cm. Perbandingan larutan yang digunakan untuk mensintesis larutan TiO_2/PVP beserta variasi tegangan *electrospinning* ditampilkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Perbandingan larutan dan variasi tegangan *electrospinning*.

	Larutan TiO_2		Larutan Polimer			Tegangan
Sampel	TTIP (mL)	Etanol (mL)	Asam Asetat (mL)	Etanol (mL)	PVP (g)	*electrospinning* (kV)
A	2,5	3	2,5	8	1,3	16
B	2,5	3	2,5	8	1,3	18
C	2,5	3	2,5	8	1,3	22
D	2,5	3	2,5	8	1,3	24

1. Pembuatan Larutan Polimer

Serbuk PVP ditimbang menggunakan neraca analitik. PVP dilarutkan ke dalam 8 mL etanol dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama kurang lebih 30 menit dengan kecepatan 350 rpm. Selanjutnya, larutan ditutup menggunakan plastik wrap untuk menghindari adanya zat lain yang masuk selama proses pengadukan.

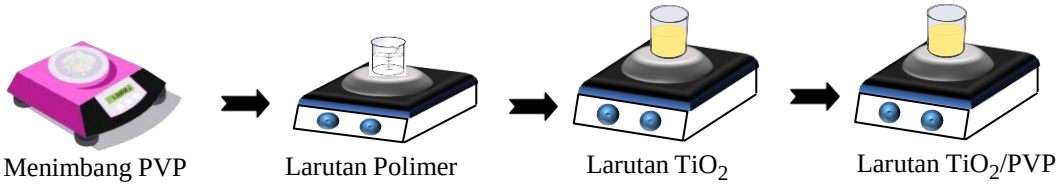
2. Sintesis Gel TiO_2

Larutan TiO_2 diperoleh dengan dilakukan pengukuran TTIP, etanol dan asam asetat sesuai dengan Tabel 3.1. Selanjutnya masing-masing larutan tersebut dicampurkan,

kemudian diaduk dengan *magnetic stirer* selama 5 menit pada suhu ruang dalam keadaan tertutup. Larutan TiO_2 yang telah homogen selanjutnya akan dicampur dengan larutan polimer untuk membuat larutan serat nano TiO_2.

3. Pembuatan Larutan TiO_2/PVP

Larutan polimer dan larutan TiO_2 dicampur dengan larutan TiO_2 dituang ke dalam larutan polimer dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada kecepatan pengadukan 350 rpm. Larutan ditutup menggunakan plastik wrap selama proses pengadukan. Proses pembuatan larutan TiO_2/PVP seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Sintesis TiO_2/PVP.

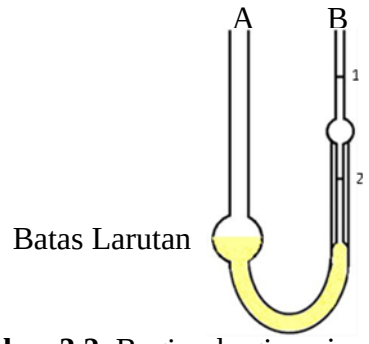
Larutan TiO_2/PVP yang telah homogen, selanjutnya akan masuk pada tahap pengukuran kekentalan larutan.

4. Pengukuran Viskositas

Viskometer merupakan alat pengukur kekentalan suatu fluida. Viskometer yang umum digunakan adalah viskometer peluru jatuh, viskometer tabung/kapiler/Ostwald, dan sistem rotasi (Ridwan *et al*., 2012). Viskometer Ostwald merupakan salah satu jenis viskometer yang banyak digunakan. Viskometer Ostwald memerlukan sampel yang lebih sedikit dibandingkan viskometer yang lain. Prinsip yang digunakan adalah dengan mengukur waktu yang

diperlukan oleh cairan untuk melewati dua titik yang telah ditentukan pada sebuah tabung kapiler vertikal (Sinila, 2016). Viskometer Ostwald dapat digunakan untuk menentukan nilai viskositas zat cair yang belum diketahui nilainya. Penentuan nilai ini dilakukan dengan membandingkan nilai viskositas cairan pembanding yang sudah diketahui nilainya dengan cairan lain yang belum diketahui nilai viskositasnya (Sutiah *et al*., 2008).

Pada tahap ini, pengukuran kekentalan larutan dilakukan melalui dua proses yaitu penimbangan massa jenis dengan menggunakan piknometer dan pengukuran kekentalan larutan menggunakan Viskometer Ostwald. Pengukuran kekentalan larutan serat nano dilakukan dengan cara memasukan larutan serat nano ke dalam Viskometer Ostwald seperti Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Bagian-bagian *viscometer Ostwald.*

Selanjutnya, larutan disedot dengan menggunakan bulp hingga larutan melebihi garis paling atas. Saat bulp dilepas, dihitung waktu larutan turun mulai dari larutan melewati garis pertama hingga melewati garis kedua. Pada penelitian ini pengukuran kekentalan menggunakan nilai pembanding dari metanol.

Perhitungan kekentalan larutan dapat dilakukan menggunakan Persamaan 3.1.

$$\eta = \eta_0 \frac{t.\rho}{t_0.\rho_0} \tag{3.1}$$

dengan η merupakan tingkat kekentalan sampel, η_0 merupakan kekentalan metanol, t merupakan waktu aliran sampel, ρ merupakan massa jenis sampel, t_0 merupakan waktu aliran metanol, dan ρ_0 merupakan massa jenis metanol. Setelah tingkat kekentalan larutan diketahui, selanjutnya menuju pada proses pembuatan serat nano TiO_2/PVP menggunakan alat *electrospinning*.

5. Pengukuran Tegangan Permukaan

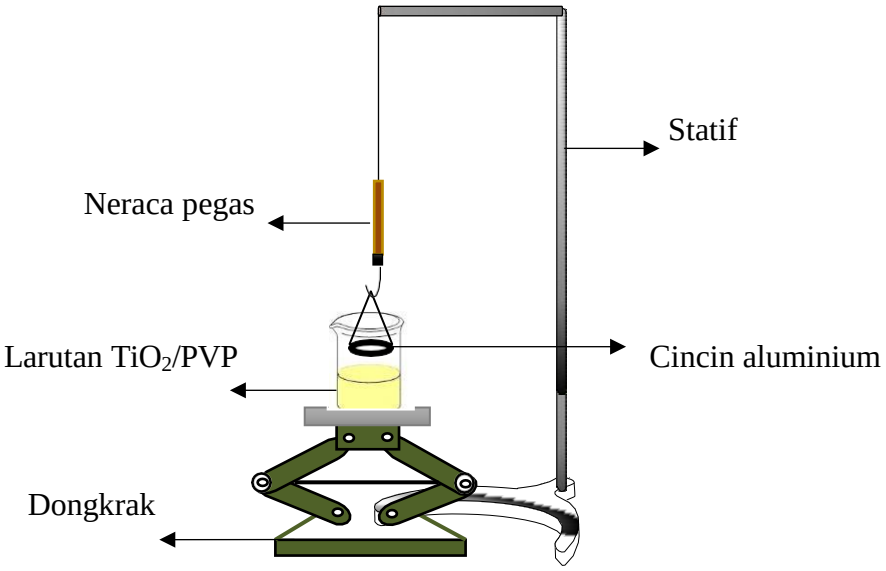
Pengukuran tegangan permukaan dilakukan menggunakan tensiometer dengan pengaturan alat seperti pada Gambar 3.3. Pengukuran terbagi menjadi 2 bagian, yaitu menentukan konstanta pegas (k) dan menentukan koefisien tegangan permukaan larutan (γ) pengukuran k dilakukan dengan menimbang massa tiga buah beban (m; gram) pada timbangan lalu mengukur gaya pegas, X (satuan milinewton; mN), masing-masing beban pada neraca pegas yang sudah digantung pada statif. Masing-masing beban kemudian dihitung konstantanya dengan Persamaan (3.2) dan konstanta ketiga beban kemudian dihitung rata-ratanya dengan Persamaan (3.3).

$$k_n = \frac{m_n g}{x_n} \tag{3.2}$$

$$\bar{k} = \frac{k_1 + k_2 + \cdots k_n}{n} \tag{3.3}$$

Selanjutnya yaitu mengukur koefisien tegangan permukaan larutan TiO_2/PVP. Hal pertama yang harus disiapkan adalah larutan TiO_2/PVP sebanyak 20 ml dalam gelas beaker dan meletakkannya di atas dongkrak. Kemudian menggantung cincin aluminium pada neraca pegas yang telah diukur diameternya (untuk mengukur panjang garis khayal), lalu mencatat kedudukan nilai yang terbaca pada neraca

pegas yang dianggap sebagai nilai X_{awal}. Selanjutnya dengan dongkrak mendekatkan gelas beaker yang telah berisi larutan TiO_2/PVP dengan cincin aluminium sampai cincin terendam setengah bagian. Lalu turunkan gelas beaker secara perlahan-lahan dengan mengatur kedudukan dongkrak sehingga cincin aluminium hampir terlepas dari permukaan larutan. Angka yang tertera pada neraca pegas sesaat sebelum cincin alumunium terlepas dicatat sebagai data X_{akhir}. Skema yang dilakukan ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Skema tensiometer.

Perlakuan serupa diulang sebanyak tiga kali percobaan. Selanjutnya dihitung selesih dari kedua nilai gaya pegas tersebut sebagai data ΔX dengan satuan mN. Koefisien tegangan permukaan larutan kemudian dihitung dengan menggunakan Persamaan (3.4) dan Persamaan (3.5).

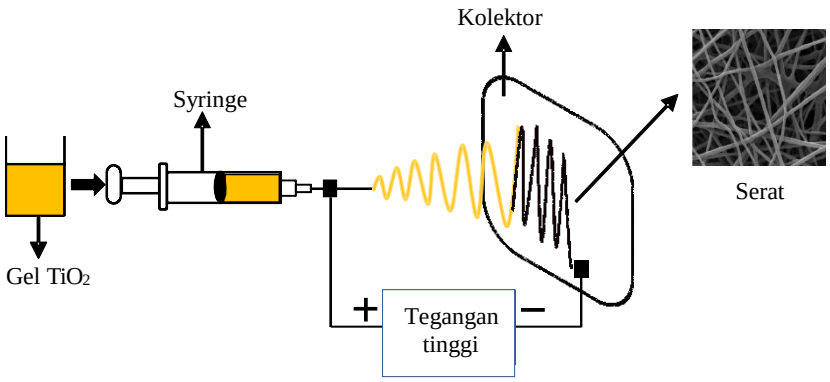
$$\gamma_n = \frac{\bar{k}\Delta F}{4\pi r} \tag{3.4}$$

$$\bar{\gamma} = \frac{\gamma_1 + \gamma_2 + \cdots + \gamma_n}{n} \tag{3.5}$$

dengan *r* merupakan jari-jari cincin aluminium dan satuan yang digunakan untuk γ adalah $mN.m^{-1}$ atau $dyn.cm^{-1}$.

6. Proses *Electrospinning*

Proses elektrospinning dimulai dengan mempersiapkan alat-alat yang digunakan selama proses elektrospinning berlangsung, sesuai dengan skema proses elektrospinning yang ditampilkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Proses *electrospinning.*

Tahap awal proses yaitu memasukkan larutan TiO_2/PVP ke dalam alat suntik dengan ukuran 10 ml. Jarum dari alat suntik yang digunakan berbahan stainless steel berdiameter 0,5 mm. Selanjutnya jarum dihubungkan dengan tegangan tinggi positif sedangkan kolektor yang telah dilapisi aluminium foil dihubungkan dengan laju tegangan tinggi negatif dari sumber listrik yang divariasikan yaitu 16, 18, 22 dan 24 kV. Aluminium foil dilapisi dengan kaca preparat pada titik dimana serat akan tertangkap, agar serat nano mudah diambil ketika telah terbentuk. Proses *electrospinning* berlangsung selama 6 jam pada temperatur ruangan dengan laju aliran sebesar 1,5 ml/jam dan jarak antara jarum dengan kolektor 13 cm.

D. Kalsinasi

Kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace Nabertherm* yang dilengkapi pengaturan suhu otomatis dengan sistem digital. Pengaturan suhu dimulai dari suhu kamar dari suhu 30 ^{o}C hingga suhu 450 ^{o}C selama 3 jam dengan menaikkan suhu pada kecepatan 10 ^{o}C per menit untuk membakar atau menghilangkan komponen organik dalam serat dan untuk memungkinkan TiO_2 mengkristal. Setelah itu, sampel digerus dengan menggunakan mortar akik selama 10 menit.

E. Karakterisasi

1. SEM

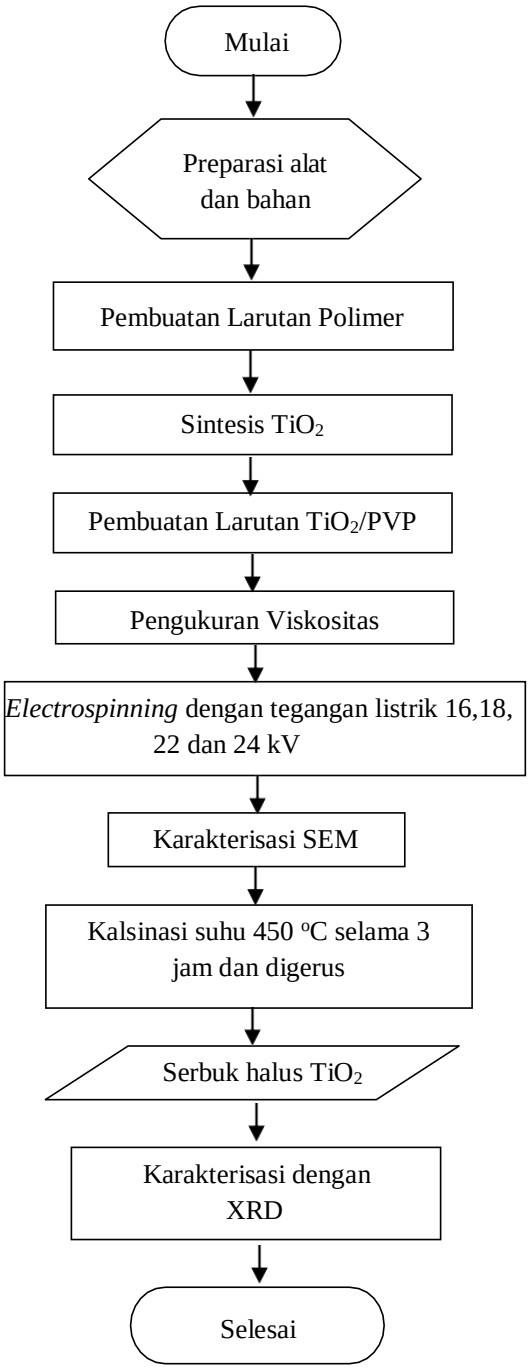
Morfologi permukaan dan ukuran serat nano TiO_2/PVP dianalisis menggunakan SEM Evo MA 10 pada perbesaran 5000, 10000, 15000, dan 20000 kali. Analisis data dilakukan dengan mengukur diameter serat nano menggunakan perangkat lunak *imageJ* serta membandingkan hasil terhadap hasil penelitian terdahulu.

2. XRD

Identifikasi struktur kristal dilakukan menggunakan X'PERT *powder PANalytical diffractometer* dengan radiasi Cu-Kα yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA. *Step size* yang digunakan adalah 0,026^{o} pada rentang 2θ 20° hingga 90°. Data diplot dilakukan menggunakan OriginLab versi 9.0. Analisis kualitatif dilakukan menggunakan metode pencocokan data (*search and match*). Selanjutnya, dilakukan analisis kuantitatif menggunakan metode *Rietvield* dengan perangkat lunak *Rietica*.

F. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian disajikan dalam Gambar 3.5.



Gambar 3.5. Diagram Penelitian

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan analisis yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Larutan TiO_2/PVP dengan viskositas sebesar 0,2889 Pa.s dan tegangan permukaan (29 ± 4) dyn/cm berhasil membentuk serat nano TiO_2/PVP dengan teknik *electrospinning* pada tegangan 16 - 24 kV.
2. Morfologi serat nano TiO_2/PVP semakin kontinu dan manik-manik tidak ada seiring bertambahnya tegangan *electrospinning.*
3. Diameter rata-rata serat nano TiO_2/PVP menurun seiring dengan meningkatnya tegangan *electrospinning*.
4. Struktur kristal yang terbentuk pada sampel SN24 yaitu fasa anatase pada sudut difraksi 25,37^o.

B. Saran

Saran yang dapat diterapkan untuk penelitian selanjutnya yaitu proses *electrospinning* dilakukan diruang yang terjaga kondisi udara (suhu dan kelembapan) sehingga mengurangi manik-manik pada serat.

DAFTAR PUSTAKA

Asrori, M. Z. Sukma, D. dan Permana, A. 2000. Pengembangan Nanokomposit PANi (HCl)-TiO_2 sebagai Material Pelapis Anti Korosi. *Prosiding Seminar Nasional ke-16 Teknologi dan Keselamatan PLTN Serta Fasilitas Nuklir*. 16: 275-281.

Barhoum, A. Bechelany, M. dan Makhlof, A.S.H. 2019. *Handbook Nanofibers*. Springer: New York City.

Bhardwaj, N. dan Kundu, S. C. 2010. Electrospinning: a Fascinating Fiber Fabrication Technique. *Biotechnology Advances*. 28(3): 325–347.

Brown, P. J. dan Stevens, K. 2007. *Nano Fiber and Nano Technology in Textiles*. The Textile institute, Woodhead Pub. Ltd., Cambridge.

Cai, Z. X. Mo, X. M. Zhang, K. H. Fan. L. P. Yin, A. L. He, C. L. dan Wang, H.S. 2010. Fabrication of Chitosan/Silk Fibroin Composite Nanofibers for Wounddressing Applications. *International Journal of Molecular Sciences.* 11(9): 3529-3539.

Camposeco, R. Castillo, S. Mejia-Centeno, I. Navarrete, J. dan Gómez, R. 2014. Effect of The Ti/Na Molar Ratio on The Acidity and The Structure of TiO_2 Nanostructures: Nanotubes, Nanofibers and Nanowires. *Materials Characterization*. 90: 113-120.

Cengiz, F. dan Jirsak. 2009. The Effect of Salt on the Roller Electrospinning of Polyurethane Nanofibers. *Fibers and Polymers*. 10(21) : 77-184.

Chandrasekar, R., Lifeng, Z., Jane, Y., Howe., Nyle, E. H., Yan, Z., dan Hao, F. 2008. Fabrication and characterization of electrospun titania nanofibers. *Journal of Materials Science*. 44(5): 1198–1205.

Chuangchote, S., Sagawa, T., dan Yoshikawa, S. 2009. Efficient Dye-Sensitized Solar Cells Using Electrospun TiO_2 Nanofibers As A Harvesting Layer. *Applied Physics Letters*. 93(3): 033310.

Cotton, A. dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Penerjemah: Suhati Suharto. Pedamping: Yanti R. A. Koestoer. Cetakan Pertama. Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press): Jakarta.

Cullity, B. D. 1978. *Element of X-Ray Diffraction Second Edition*. Addison Wesley Publishing Company: Inc. US.

Darrell, H. R. dan C. Iksoo. 1996. Nanometer diameter fibres of polymer, produced by electrospinning, *Nanotechnology*. 7(3): 216-223.

Deitzel, J. M., Kleinmeyer, J., Harris, D., dan Tan, N. C. B. 2001. The Effect of Processing Variables on The Morphology of Electrospun Nanofibers and Textiles. *Polymer*. 42(1): 261 - 272.

Djerdj, I. dan Tonejc, A. M. 2006. Structural Investigations of Nanocrystalline TiO_2 Samples. *Journal of Alloys and Compounds*. 413(1): 159-174.

Faccini, M. Borja, G. Boerrigter, M. Morillo Martín, D. Martìnez Crespiera, S. Vázquez-Campos, S. Aubouy, L. dan Amantia, D. 2015. Electrospun Carbon Nanofiber Membranes for Filtration of Nanoparticles from Water. *Journal of Nanomaterials*. 247471: 1 - 9.

Fuente, D. J. Alcantara. B. Chici. I. Diaz. J.A. Jimenez. dan M. Morcillo. 2016. Characterisatio of rust surfaces formed on mild steel exposed tomarine atmospheres using XRD and SEM/micro- raman techniques. *Journal of Corrosion Science*. 110: 253-264.

Geltmeyer, J., Schueren, L. V. d., Goethals, F., Buysser, K. D. dan Clerck, K. D. 2013. Optimum Sol Viscosity for Stable Electrospinning of Silica Nanofibers. *Journal Sol-Gel Technology.* 67(1): 188 - 195.

Goresy, A. E., Gillet, P., Chen, M., Kunstler, F., Graup, G. dan Stahle V. 2001. In Situ Discovery of Shock Induced Graphite-Diamond Phase Transition in Gneisses from The Ries Crater. *American Mineralogist*. 86(5-6): 611-621.

Gratzel, M. 2003. Dye-Sensitized Solar Cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews.* 4(2): 145–153.

Greenwood dan Earnshaw. 1994. *Chemistry of the Elements*. 2nd penyunt. University of Leeds, UK: s.n.

Haider, A. Haider, S. dan Kang, I.-K. 2018. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. *Arabian Journal of Chemistry*. 11(8): 1165-1188.

Hayle, S. dan Gonfa, G. 2014. Synthesis and Characterization of Titanium Oxide Nanomaterials Using Sol-Gel Method. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2(1): 1-7.

Hosokawa, M. Nishino, J. dan Kanno, Y. 2007. *Nanoparticle Technology Handbook, 1st Edition*. Elsevier Linacre House: Oxford, UK.

Howard, C. J. Sabine, T. M. dan Dickson, F. 1991. Structural and Thermal Parameters for Rutile and Anatase. *Acta Crystallographica*. 47(4): 462-468.

Hsieh, C. S. Zhu, H. Wei, T. Y. Chung, Z. J. Yang, W. D. dan Ling, Y. H. 2008. Applying The Experimental Statistical Method to Deal The Preparatory Conditions of Nanometric-Sized TiO_2 Powders from a Two-Emulsion Process. *Journal of The European Ceramic Society*. 28(6): 1177-1183.

Huang, Z.-M., Zhang ,Y.-Z., Kotaki, M., dan Ramakrishna, S. 2003. A Review on Polymer Nanofibers by Electrospinning and Their Ap¬plications in Nanocomposites. *Composites Science and Technology*. 63(15): 2223–2253.

Hunter, B. A dan Howard, C. J. 1997. *A Computer Program Rietveld Analysis of X-Ray and Neutron Powder Diffraction Patterns. Australian Nuclear Science and Technology Organization*. Lucas Heights Research Laboratories: Australia.

Jayaraman, K. Kotaki, M. Zhang, Y.Z. Mo, X.M. dan Ramakrishna, S. 2004. Recent advances in polymer nanofibers. *Journal Nanoscience and Nanotechnology*. 4(1-2): 52-65.

Kim, H. W. Lee, H. H. dan Knowles, J. C. 2006. Electrospinning biomedical nanocomposite fibers of hydroxyapatite/poly(lactic acid) for bone regeneration. *Journal of Biomedical Materials Research*. 79(3): 643-649.

Kim, W. T. Dong, C. P. Wan, H. Y. Churl, H. C., dan Won, Y. C. 2021. Effects of Electrospinning Parameters on the Microstructure of PVP/TiO_2 Nanofibers. *Nanomaterials*. 11(6): 1-15

Kisi, E. H. 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns. *Material Forum*. 18: 135–153.

Koo, Y. Littlejohn, G. Collins, B. Yun, Y. Shanov, V. N. Schulz, M. Pai, D. dan Sankar, J. 2014. Synthesis and characterization of Ag–TiO_2–CNT nanoparticle composites with high photocatalytic activity under artificial light, *Composit Part B: Engineering.* 57: 105-111.

Kurniawan, D. Adhi, P. dan Nasir, M. 2013. Design And Development of a Control System For Nanofiber Electrospinning. *Mechatronics, Electrical Power, and Vehicular Technology*. 4(2): 65-74.

Lachman, L. Lieberman, H. A. dan Kanig, J. L. 2008. *The Theory and Practice of Industrial Pharmacy*. Terjemahan Siti Suyatmi. Edisi ke-3. Jilid II. Universitas Indonesia Press: Jakarta.

Lee, D. S. S. Y. Lee, K. Y. Rhee dan S. J. Park. 2014. Effect of hydrothermal temperature on photocatalytic properties of TiO_2 nanotubes. *Current Applied Physics*. 14(3): 415-420.

Lee, S. 2007. Use Electrospun Nanofiber web for Proective Textile Material As Barrier to Liquid Penetration. *Textile Research Journal*. 77(9): 696-702.

Li, Z., Zhang, H., Zheng, W., Wang, W., Huang, H., Wang, C., MacDiarmid, A.G. dan Wei, Y. 2008. Highly Sensitive And Stable Humidity Nanosensors Based on Licl Doped TiO_2 Electrospun Nanofibers. *Journal of the American Chemical Society*. 130(15): 5036-5037.

Lin, T. 2018. *Novel Aspects of Nanofibers.* IntechOpen. London.

Mak, T. C. dan Zhou, G. D. 1992. Crystallography in modern Chemistry. 1: 1-12.

Manurung, P. Situmeang, R. Ginting, E. dan Pardede, I. Synthesis and Characterization of Titania-Rice Husk Silica Composites As Photocatalyst. *Indonesian Journal Chemical*. 15(1) : 36-42.

Manurung, P. Situmeang, R. Sinuhaji, P. dan Sembiring, S. 2020. Effect of Sulfur Doped Nanotitania for Degradation of Remazol Yellow and Phenol. *Asian Journal of Chemistry*. 32(12): 3019-3023.

Marno. Widianto, E. Sumarjo, J. dan Santosa, A. 2018. Perancangan dan Pengembangan Sistem Electrospinning sebagai Teknologi dalam Pembuatan Nanofiber. *Inovasi Vokasional dan Teknologi*. 18(2): 101–108.

Modesti, M., Martina, R., Carlo, B., Stefano, B., Denis, H., Paolo, S. dan Alessandra, L. 2014. Preparation of Smart Nano-Engineered Electrospun Membranes Formethanol Gas-Phase Photoxidation. *Applied Catalysis B: Environmental*. 144(1): 216– 222.

Moon, J., Park, J.A., Lee, S.J., Zyung, T. dan Kim, I.D. 2010. Pd-doped TiO_2 Nanofiber Networks For Gas Sensor Applications. *Sensors Actuat B-Chem*. 149(1): 301-305.

Nakata, K. dan A. Fujishima. 2012. TiO_2 photocatalysis: Design and applications, *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 13(3): 169-189.

Nasikhudin, E P Ismaya, M Diantoro, A Kusumaatmaja dan K Triyana. 2017. Preparation of PVA/TiO_2 Composites Nanofibers by using Electrospinning Method for Photocatalytic Degradation. *Journal of Physics: Conference Series.* 202: 1-6.

Nishizawa, K. Okada, M. dan Watanabe, E. 2014. New Preparation Method of Visible Light Responsive Titanium Dioxide Photocatalytic Films. *Materials Sciences and Applications*. 5(3): 112-123.

Nurmin B., Z. S. Tang, Ismail S. Rosdianah R. dan Franklin T. Y. L. 2016. Effect Of Polyvinylpyrrolidone And Fabrication Parameters On Electrospun Titanium Oxide Nanofibres' Diameter. *Journal Sciences & Engineering*. 78(12) : 19–24.

Parida, K. M. dan Naik, B. 2009. Synthesis of Mesoporous TiO_2 Spheres by Template Free Homogeneous Coprecipitation Method and Their Photocatalytic Activity under Visible Light Illumination. *Journal of Colloid and Interface Science*. 333(1): 269–276.

Patil, J.V. Mali, S.S. Kamble, A.S. Hong, C.K. Kim, J.H. dan Patil, P.S. 2017. Electrospinning: A Versatile Technique for Making of 1D Growth of Nanostructured Nanofibers and its Applications: An Experimental Approach. *Applied Surface Science*. 423: 641-674.

Pratapa, S. 2007. X-Ray Diffraction Phase Analysis for Granulated and Sintered Ceramic Materials. *Makara Sains*. 11(22): 85–89.

Ramakrisnha, S. Fujihara, K. Teo, W. E. Lim, T. C. dan Ma, Z. 2005. *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd: Singapore.

Ramasundaram, S. Yoo, H. N. Song, K. G. Lee, J. Choi, K. J. dan Hong, S. W. 2013. Titanium Dioxide Nanofibers Integrated Stainless Steel Filter for Photocatalytic Degradation of Pharmaceutical Compounds. *Journal of Hazardous Materials*. 258-259: 124-132.

Ridwan, R. Wiseno, E. dan Suwargo, P. G. 2012. *Pembuatan dan Pengujian Viskometer Tabung*. Skripsi Program Studi Teknik Informatika.

Rietveld, H. M. 1969. A Profile Refinement for Nuclear and Magnetic Structures. *Journal of Applied Cristallography*. 2(2): 65-71.

Rodoplu D. dan Mehmet M. 2012. Effects of Electrospinning Setup and Process Parameters On Nanofiber Morphology Intended For The Modification Of Quartz Crystal Microbalance Surfaces. *Journal of engineered fibers and fabrics*. 7(2) : 118-123.

Rowe, R. C. Sheskey, P. J. dan Weller, P. J. 2003. *Handbook of Pharmaceutical Excipients, 4th Edition*. Publisher-Science and Practice Royal Pharmaceutical Society of Great Britain: London.

Rowe, R. C. Sheskey, P. J. dan Quinn, M. E. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipient, 6th Edition*. American Pharmacist Association: USA.

Saehana, S. Iskandar, F. Abdullah, M. dan Khairurrijal, K. 2011. Optimasi Parameter Pemintalan Elektrik Menggunakan Teknik Algoritma Genetika: Tegangan Listrik dan Jarak *Nozzle-Kolektor*. *Jurnal Otomasi Kontrol Dan Instrumentasi*. 3(1): 105.

Saehana, S. Iskandar, F. dan Abdullah, M. 2013. Optimization of electrospinning parameter by employing genetic algorithm in order to produce desired nanofiber diameter. *World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering*.7(1): 78-83.

Sahrul, S. dan Abdullah, M. 2009. Simulasi Fabrikasi Serat Nano (Nanofiber) dengan Metoda Pemintalan Elektrik (Electrospinning): Pengaruh Jarak Nozzle-Kolektor. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. 2(2): 74-82.

Shih, S. H. Chen, Y. M. dan Chung, C. L. 2017. Properties of carbon-doped TiO_2 nanofiber fabucated by electrospinning, in: Electronics Packaging (ICEP). *International Conference On*. IEEE: 568–572.

Someshwararao, M.V. R.S. Dubey, P.S.V. Subbarao dan Shyam Singh. 2018. Electrospinning Process Parameters Dependent Investigation of TiO_2 Nanofibers. *Results in Physics*. 11: 223-231.

Song, M., Hanqin C., Yusen Z., Yilin W., Sirou Z., Caijin H., Chaozhi Z. dan Xin H. 2020. Electrochemical and Photocatalytic Properties of Electrospun C/TiO_2 Nanofibers. *Chemical Physics Letters*. 747:1-5.

Stamate, M. Lazar, G. dan Luliana, L. 2008. Anatase-Rutil TiO_2 Thin Films Deposited in a D.C. *Magnetron Sputtering System*. 1(53): 217-221.

Subbiah, T., G. S. Bhat., R. W. Tock., S. Parameswaran. dan S. S. Ramkumar. 2005. Electrospinning of Nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*. 96(2):557–569.

Sutiah, S. Firdausi, K. S. dan Budi, W. S. 2008. Studi Kualitas Minyak Goreng dengan Parameter Viskositas dan Indeks Bias. *Berkala Fisika*. 11(2): 53-58.

Takasaki, M. Kurita, H. Kubota, T. Takashima, K. Hayashi, M. dan Mizuno, A. 2015. Electrostatic precipitation of diesel PM at reduced gas temperature, in: 2015 IEEE Industry Applications Society Annual Meeting. *Presented at the 2015 IEEE Industry Applications Society Annual Meeting*: 1–4.

Tang, Z. S., Nurmin, B. Ismail S. dan Fauziah, M. S. 2013. Effects of Supplied Voltage and Flow Rate on Morphology of Electrospun Titanium Oxide Nanofibers. *Hong Kong International Conferences in Engineering and Applied Science: Regal Airport Hotel Hongkong*. 381-386.

Theivasanthi, T. dan Alagar, M. 2013. Titanium Dioxide (TiO_2) Nanoparticles- XRD Analyses – An Insight. *Chemical Physics*. 1307: 1-10.

Timuda, G. E. Akhiruddin, M. dan Irmansyah. 2010. Aplication of Nanocristaline TiO_2 Particles Synthesized by Sonochemical Method as Dye Sensitized Solar Cell (DSSC). *Thesis*. Jurusan Fisika-Himpunan Fisika Indonesia.

Tungprapa, S., Puangparn, T., Weerasombut, M., Jangchud, I., Fakum, P., Semongkhol, S., Meechaisue, C., dan Supaphol, P. 2007. Electrospun Cellulose Acetate Fibers: Effect of Solvent System on Morphology and Fiber Diameter. *Cellulose*. 14(6): 563 - 575.

Utkarsh. Hegab, H. Tariq, M. Syed, N. A. Rizvi, G. dan Iliev, R. P. 2020. Towards Analysis and Optimization of Electrospun PVP (Polyvinyl pyrrolidone) Nanofibers. *Advances in Polymer Technology*. 2020: 1-9.

Worsfold, P., Townshend, A., dan Poole, C. 2005. *Encyclopedia of Analytical Science, 2nd Edition: Archaeometry and Antique Analysis - Metallic and Ceramic Objects by L.T. Gibson*. Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering. Elsevier. UK. Pp. 117 - 123.

Xia, P.Y. Sun Y. Wu Y. Mayers B. Gates B. Yin Y. Kim F. dan Yan H. 2003. One-Dimensional Nanostructures: Synthesis, Characterization, and Applications. *Journal of Advanced Materials*. 15(5): 353-389.

Xia, M. Zhang, Q. Li, H. Dai, G. Yu, H. Wang, T. Zou, B. dan Wang, Y. 2009. The Large-Scale Synthesis of One-Dimensional TiO_2 Nanostructures Using Palladium as Catalyst at Low Temperature. *Nanotechnology*. 20(5): 1-10.

Yadav, M. Rhee, K. Y. Park, S. J. dan Hui, D. 2014. Mechanical properties of Fe_3O_4/GO/chitosan composites. *Composit Part B: Engineering*. 66: 89-96.

Yang, G. Zifeng, Y. dan Tiancun, X. 2012. Low-Temperature Solvothermal Synthesis of Visible-Light-Responsive S-Doped TiO_2 Nanocrystal. *Journal of Applied Surface Science*. 258(8): 4016-4022.

Yoon, K., Kim, K., Wang, X., Fang, D., Hsiao, B. S. dan Chu, B. 2006. High Flux Ultrafiltration Membranes Based on Electrospun Nanofi¬brous PAN Scaffolds and Chitosan Coating. *Polymer*. 47(7): 2434–2441.

Young, J. P. dan In-Hwa L. 2010. Characterization and Morphology of Prepared Titanium Dioxide Nanofibers by Electrospinning. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 10(5): 3402–3405.

Yu, W. Liu, X. Pan, L. Li, J. Liu, J. Zhang, J. Li, P. Chen, C. dan Sun, Z. 2014. Enhanced Visible Light Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by F-doped TiO_2. *Applied Surface Science*. 319(1): 107-112.

Ziabari, M. Mottaghitalab, V. dan Haghi, A.K. 2010. A New Approach For Optimization Of Electrospun Nanofiber Formation Process. *Korean Journal Chemical Engineering*. 27(1): 340–354.