

**SINTESIS NANO TiO<sub>2</sub> DENGAN PREKURSOR TiCl<sub>4</sub>  
MENGUNAKAN METODE SOL GEL  
DAN KRISTALISASI DINGIN  
UNTUK APLIKASI ANTI KABUT**

**SKRIPSI**

Oleh

**CUT HALLEYAN DES ALWI**

**0404060152**



**SKRIPSI INI DIAJUKAN UNTUK MELENGKAPI SEBAGIAN  
PERSYARATAN MENJADI SARJANA TEKNIK**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA  
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS INDONESIA  
GASAL 2007/2008**

## **PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI**

Saya menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi dengan judul :

**SINTESIS NANO TiO<sub>2</sub> DENGAN PREKURSOR TiCl<sub>4</sub> MENGGUNAKAN  
METODE SOL GEL DAN KRISTALISASI DINGIN  
UNTUK APLIKASI ANTI KABUT**

yang dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia, sejauh yang saya ketahui bukan merupakan tiruan atau duplikasi dari skripsi yang sudah dipublikasikan dan atau pernah dipakai untuk mendapatkan gelar kesarjanaan di lingkungan Universitas Indonesia maupun di Perguruan Tinggi atau Instansi manapun, kecuali bagian yang sumber informasinya dicantumkan sebagaimana mestinya.

Depok, Januari 2008

Cut Halleyan Des Alwi

NPM 0404060152

# LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi dengan judul:

**SINTESIS NANO TiO<sub>2</sub> DENGAN PREKURSOR TiCl<sub>4</sub> MENGGUNAKAN  
METODE SOL GEL DAN KRISTALISASI DINGIN  
UNTUK APLIKASI ANTI KABUT**

dibuat untuk melengkapi sebagian persyaratan menjadi Sarjana Teknik di  
Departemen Teknik Kimia dan disetujui untuk diajukan sebagai skripsi.

Depok, Januari 2008

Menyetujui

**Dr. Ir. Slamet, MT**

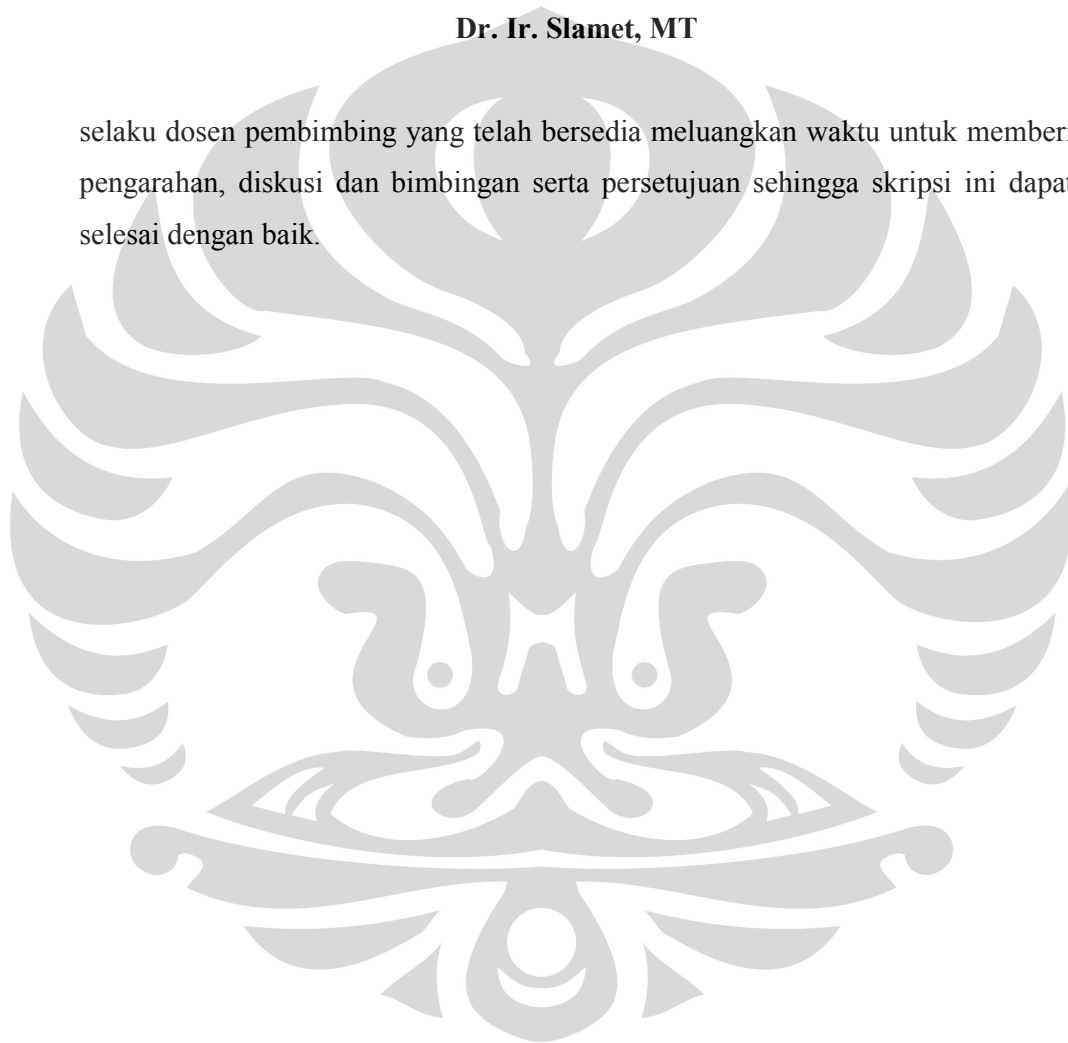
NIP. 132 048 271

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

**Dr. Ir. Slamet, MT**

selaku dosen pembimbing yang telah bersedia meluangkan waktu untuk memberi pengarahan, diskusi dan bimbingan serta persetujuan sehingga skripsi ini dapat selesai dengan baik.



Cut Halleyan Des Alwi  
NMP 0404060152  
Departemen Teknik Kimia

Dosen Pembimbing  
Dr. Ir. Slamet, MT

**SINTESIS NANO TiO<sub>2</sub> DENGAN PREKURSOR TiCl<sub>4</sub>  
MENGUNAKAN METODE SOL GEL DAN  
KRISTALISASI DINGIN UNTUK APLIKASI ANTI KABUT**

**ABSTRAK**

Teknologi fotokatalis TiO<sub>2</sub> terus mengalami perkembangan yang sangat pesat terutama dalam penggunaannya yang beranekaragam. Salah satu aplikasinya ialah sebagai material anti kabut baik di kaca gedung ataupun kendaraan. Kelemahan TiO<sub>2</sub> yang beredar dimasyarakat saat ini ialah bentuknya yang berupa serbuk, tidak berukuran nano, dan penggunaan suhu tinggi pada tahapan kalsinasi. Untuk mengatasi permasalahan tersebut maka akan dikembangkan sintesis kristal TiO<sub>2</sub> berukuran nano dengan penambahan PEG (*poly ethylene glycol*) dan pemanasan pada suhu sekitar 100<sup>0</sup>C (kristalisasi dingin). Dalam skala nano tidak hanya luas permukaan partikel TiO<sub>2</sub> yang meningkat, namun juga menunjukkan efek-efek lain pada sifat-sifat optik dan kuantum yang dapat meningkatkan kinerja material tersebut. Adanya metode kristalisasi dingin ini, selain dapat dilapisi pada material yang tidak tahan panas seperti plastik, maka akan terjadi penghematan energi yang besar terutama jika diterapkan pada skala industri.

Sol TiO<sub>2</sub> dipreparasi dengan prekursor berupa TiCl<sub>4</sub> dengan menggunakan metode sol gel dan kristalisasi dingin. Sol dengan penambahan PEG yang bervariasi tersebut kemudian dilapiskan pada penyangga kaca preparat dengan teknik pemusungan (*spin coating*) yang dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu sekitar 100<sup>0</sup>C dengan berbagai variasi kondisi dan lama pemanasan. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan XRD, EDAX, FTIR, dan BET untuk mengetahui karakteristik nanomaterial yang terbentuk. Uji hidrofilitas material fotokatalis secara kuantitatif dilakukan dengan mengukur sudut kontak tetesan air di atas film dengan menggunakan alat *contact angle meter* sedangkan secara kualitatif akan dilakukan pengamatan langsung.

Didapatkan bahwa tahapan yang paling mempengaruhi pembentukan kristal anatase TiO<sub>2</sub> pada suhu rendah ialah penambahan PEG dan lama pendinginan. Kondisi optimum untuk aplikasi kaca anti kabut ialah dengan penambahan PEG 4x massa TiO<sub>2</sub>, pendinginan 16 jam, pemanasan vakum 12 jam, dan konsentrasi TiO<sub>2</sub> 0.1M. Pada komposisi dan kondisi tersebut, sudut kontak yang terbentuk antara kaca berlapis film TiO<sub>2</sub> dengan air mencapai 0<sup>0</sup> dalam waktu 4 menit. Hal ini menunjukkan sifat hidrofilitas yang sangat baik. Hasil karakterisasi terhadap TiO<sub>2</sub> dalam bentuk serbuk pada kondisi yang sama menunjukkan ukuran kristal sebesar 6.6 nm dan luas permukaan 143.5 m<sup>2</sup>/g.

**Kata kunci : Fotokatalis, TiO<sub>2</sub>, Nano kristal, Kristalisasi dingin**

Cut Halleyan Des Alwi  
NMP 0404060152  
Chemical Engineering Departement

Counsellor:  
Dr. Ir. Slamet, MT

**SYNTHESIS OF NANO TiO<sub>2</sub> WITH TiCl<sub>4</sub> PRECURSOR  
USING SOL GEL AND COLD CRYSTALLIZATION METHODS  
FOR ANTIFOGGING APPLICATION**

**ABSTRACT**

Photocatalyst technology of TiO<sub>2</sub> has been having tremendous development especially in diversity of application. One of the applications is as an anti-fogging material for buildings and vehicles's windows. The existing TiO<sub>2</sub> has limitation in its application because of its powder form and not in nano size. The research of nano sized and the film form of TiO<sub>2</sub> should be done to solve this problem. In this kind of size and form, the surface area and performance has increased. They can be seen from the optical and quantum properties. The obstacle in the preparation of the catalyst is the high calcinations temperature that will limit the applications. Cold crystallization which need lower temperature that about 100<sup>0</sup>C is utilized. Beside that, PEG is added to produce nano sized TiO<sub>2</sub>. The usage of the cold crystallization will make the TiO<sub>2</sub> more applicable especially to material wich is unresistable to heat such as plastic, and will safe much energy if it is used in industries.

The sol of TiO<sub>2</sub> is prepared with TiCl<sub>4</sub> precursor and using sol gel and crystallization methods. Then, the glass is coated with the sol using spin coating method and continued with heating in 100<sup>0</sup>C. Conditions and duration of heating, and composition of PEG are variated . The properties of catalysts were characterized using XRD, EDAX, FTIR, and BET. The hydrophilic properties of material in film form is known by using the contact angle meter for quantitatively, and using camera for qualitatively.

The results show that the addition of PEG and cooling period affect the formation of anatase crystal in low temperature the most. The result conclude that the optimum conditions for anti fogging application in the glass is the addition of PEG in four times of TiO<sub>2</sub> mass, 16 hours of cooling period, 12 hours of vacuum heating period, and 0.1 M of TiO<sub>2</sub> concentration. This condition can make 0<sup>0</sup> of contact angle between glass and water in just 4 minutes that shows very hydrophilic properties of TiO<sub>2</sub>. In its powder form, the crystals size are about 6.6 nm with 143.5 m<sup>2</sup>/gr of surface area.

**Keywords : Photocatalyst, TiO<sub>2</sub>, Nano sized , Cold crystallization.**

# DAFTAR ISI

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI .....	i
LEMBAR PENGESAHAN .....	ii
UCAPAN TERIMA KASIH.....	iii
ABSTRAK.....	iv
ABSTRACT.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN .....	xii
DAFTAR SINGKATAN .....	xiii
DAFTAR SIMBOL.....	xiv
BAB I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah .....	3
1.5 Sistematika Penulisan.....	4
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Prinsip Dasar Fotokatalis .....	6
2.2 Proses Fotokatalitik pada Bahan Semikonduktor.....	7
2.3 Fotokatalis Berbentuk Film.....	11
2.4 Metode Sol Gel.....	12
2.4.1 Bahan Prekursor.....	13
2.4.2 Tahap Proses Sol Gel .....	14
2.5 Metode Kristalisasi Dingin.....	16
2.6 Aditif/dopan PEG .....	18
2.6.1 Luas permukaan katalis.....	19
2.6.2 Aktivitas Katalis.....	19
2.6.3 Proses Peretakan ( <i>cracking</i> ) .....	20
2.6.4 Interaksi antar Partikel Katalis.....	20

2.6.5	Viskositas Larutan.....	20
2.6.6	Daya Transmitan Cahaya .....	21
2.7	Spin Coating .....	21
2.8	Aplikasi Teknologi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	23
2.8.1	Disinfeksi.....	23
2.8.2	Aplikasi dalam Pemurnian udara .....	23
2.8.3	Aplikasi dalam Pengolahan Air .....	24
2.9	Hidrofilisitas TiO <sub>2</sub> dan Aplikasinya.....	24
2.9.1	Sudut Kontak dan Cara Pengukurannya.....	25
2.9.2	Mekanisme Hidrofilisitas TiO <sub>2</sub> .....	26
2.9.3	Aplikasi Sifat Hidrofilik .....	29
2.10	Hubungan antara Fotokatalisis dan Hidrofilisitas .....	31
2.11	Nanoteknologi.....	31
2.12	Karakterisasi Katalis.....	32
2.12.1	Karakterisasi XRD ( <i>X-ray Diffraction</i> ).....	32
2.14.2	Karakterisasi BET .....	34
2.14.3	Karakterisasi FTIR .....	35
2.14.4	Karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscopy) .....	35
BAB III. METODE PENELITIAN .....		37
3.1	Diagram Alir Penelitian .....	37
3.2	Lokasi Penelitian.....	37
3.3	Peralatan .....	38
3.3.1	Peralatan Sintesis Nanomaterial TiO <sub>2</sub> .....	38
3.3.2	Peralatan Karakterisasi Katalis .....	38
3.3.3	Peralatan Uji Aktifitas dan Analisa Produk.....	38
3.4	Bahan Penelitian .....	38
3.4.1	Bahan Sintesis Nanomaterial TiO <sub>2</sub> .....	38
3.4.2	Bahan Karakterisasi Katalis.....	39
3.4.3	Bahan Uji Aktifitas dan Analisa Produk .....	39
3.5	Prosedur Percobaan.....	39
3.5.1	Sintesis nanomaterial TiO <sub>2</sub> .....	39
3.5.2	Karakterisasi nanomaterial TiO <sub>2</sub> .....	43

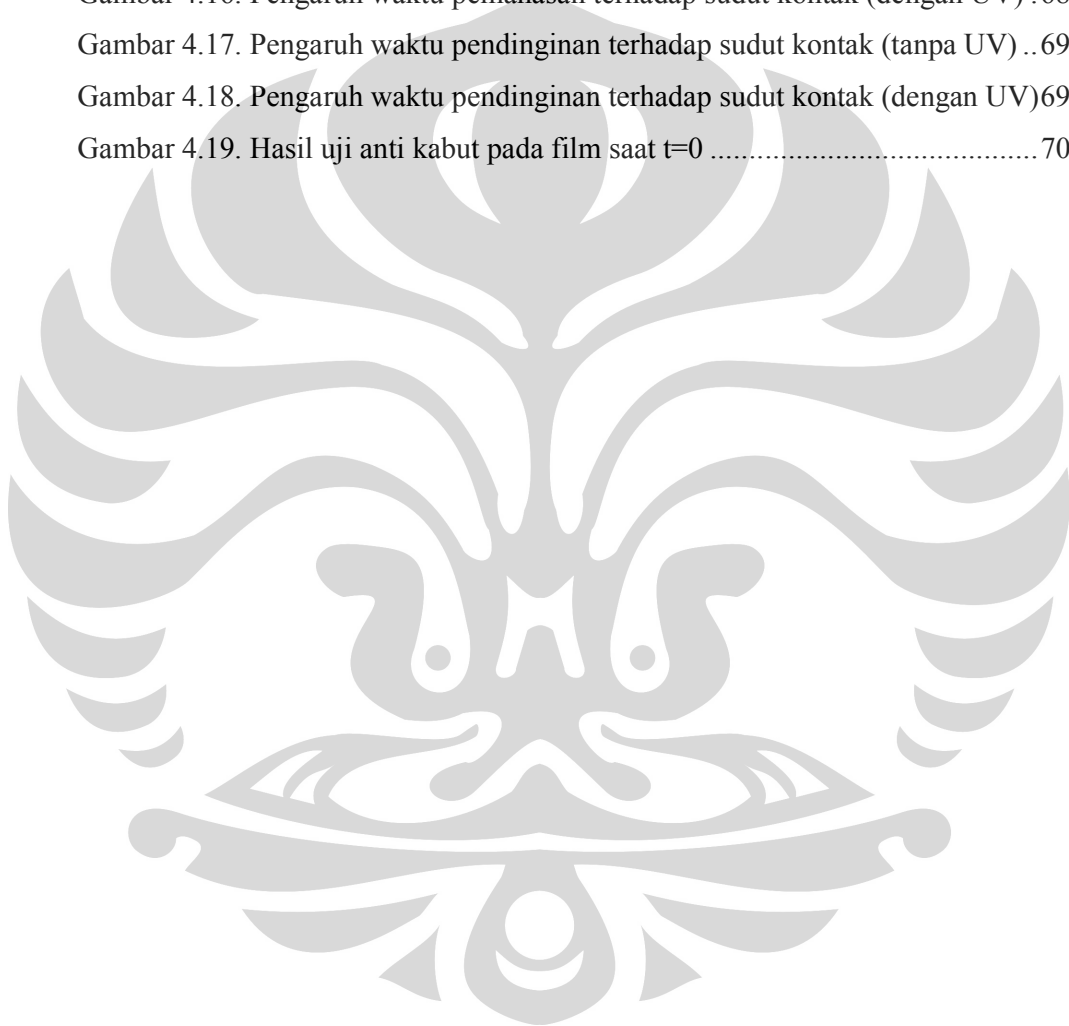


3.5.3 Uji Kinerja Nanomaterial TiO <sub>2</sub> .....	48
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN .....	51
4.1 Preparasi Katalis .....	51
4.2 Variasi PEG .....	52
4.2.1 Pengaruh Variasi PEG terhadap Endapan Gel Terbentuk.....	52
4.2.2 Pengaruh Variasi PEG terhadap Jumlah Serbuk TiO <sub>2</sub> .....	53
4.2.3 Pengaruh Variasi PEG terhadap Ukuran dan Jenis Kristal .....	54
4.2.4 Pengaruh terhadap Luas Permukaan .....	55
4.3 Variasi Lama Pemanasan Vakum 100 <sup>0</sup> C .....	56
4.3.1 Pengaruh terhadap kelarutan.....	57
4.3.2 Pengaruh terhadap Ukuran Kristal.....	57
4.3.3 Pengaruh terhadap Luas Permukaan dan Diameter Pori.....	58
4.4 Variasi Waktu Pendinginan Terhadap ukuran kristal .....	60
4.5 Variasi Kondisi Pemanasan 100 <sup>0</sup> C .....	61
4.6 Hasil Karakterisasi .....	62
4.6.1. Karakterisasi BET .....	62
4.6.2. Karakterisasi FTIR.....	63
4.7 Uji Kinerja Katalis dalam Bentuk Film .....	65
4.7.1. Pengaruh Variasi PEG.....	65
4.7.2. Pengaruh Variasi Lama Pemanasan Vakum.....	68
4.7.3. Pengaruh Variasi Waktu Pendinginan .....	69
4.7.4. Uji Aktivitas Anti Kabut .....	70
BAB V. KESIMPULAN.....	72
DAFTAR PUSTAKA .....	73

## DAFTAR GAMBAR

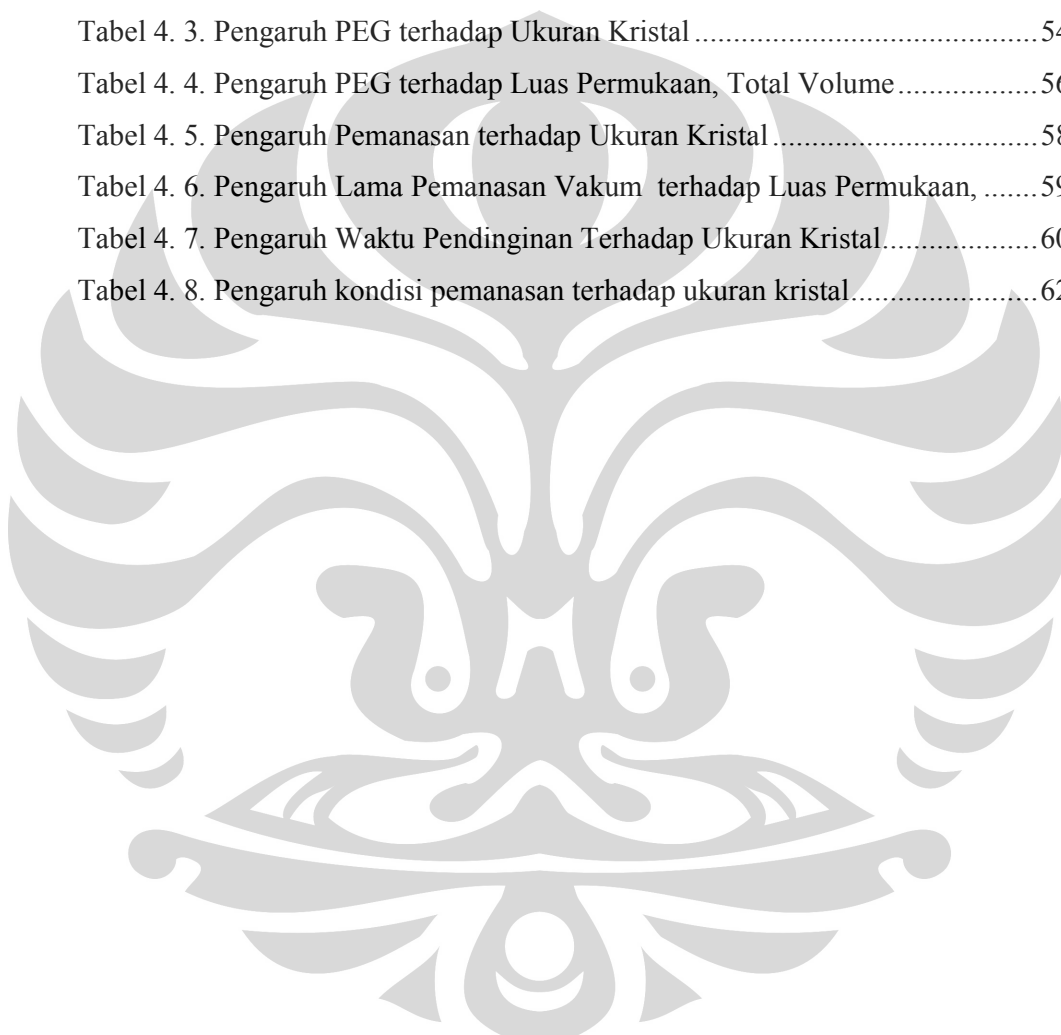
Gambar 2. 1. Tahapan – tahapan pada suatu reaksi fotokatalis heterogen .....	7
Gambar 2. 2. Gambar daerah energi pada semikonduktor (Amemiya, 2004).....	8
Gambar 2. 3. Skema proses fotoekstisasi pada bahan semikonduktor .....	9
Gambar 2. 4. Tahapan preparasi dengan metode sol gel.....	15
Gambar 2. 5. Struktur ikatan antara PEG dan $\text{TiO}(\text{NO}_3)\cdot\text{H}_2\text{O}$ (Liu, et.al, 2000).17	17
Gambar 2. 6. Diagram fasa antara tekanan dan temperatur nano $\text{TiO}_2$ . .....	17
Gambar 2. 7. Hasil XRD terhadap $\text{TiO}_2$ dengan variasi suhu kalsinasi.....	18
Gambar 2. 8. Tahapan-tahapan dalam proses spin coating.....	22
Gambar 2. 9. Sudut kontak antara air dan padatan (Sumber :Licciulli ,2002).....	25
Gambar 2. 10. Fenomena hidrofilik pada fotokatalis $\text{TiO}_2$ .....	26
Gambar 2. 11. Tahapan penyerapan air .....	27
Gambar 2. 12. Aplikasi $\text{TiO}_2$ untuk swa – bersih .....	30
Gambar 2. 13. Hubungan kemampuan anti kabut dan sudut kontak dari air .....	30
Gambar 2. 14. Pola difraksi sinar X (www.quantachrome.com) .....	33
Gambar 3. 1. Diagram Alir Penelitian.....	37
Gambar 3. 2 Diagram Alir Pembuatan Serbuk $\text{TiO}_2$ .....	41
Gambar 3. 3. Diagram Alir Pembuatan Film $\text{TiO}_2$ pada Kaca .....	42
Gambar 4. 1. Pengamatan terhadap Percobaan .....	51
Gambar 4. 2. Pengaruh variasi PEG terhadap jumlah gel yang terbentuk.....	53
Gambar 4. 3. Grafik perubah variasi PEG terhadap jumlah $\text{TiO}_2$ yang terbentuk	54
Gambar 4. 4. Grafik XRD untuk PEG 1x dan PEG 4x.....	55
Gambar 4. 5. Variasi Pemanasan Vakum $100^0\text{C}$ .....	57
Gambar 4. 6. Hasil XRD PEG 4x dengan Variasi Pemanasan Vakum .....	58
Gambar 4. 7. Struktur ikatan PEG dan $\text{TiO}(\text{NO}_3)\cdot\text{H}_2\text{O}$ .....	60
Gambar 4. 8. Hasil XRD untuk variasi kondisi pemanasan $100^0\text{C}$ . .....	61
Gambar 4.9. Kurva histerisis untuk variasi jumlah PEG dan waktu pemanasan. ..	63

Gambar 4. 10. Hasil FTIR dengan variasi PEG .....	64
Gambar 4. 11. Hasil FTIR dengan variasi lama pemanasan vakum 100 <sup>0</sup> C .....	64
Gambar 4. 12. Hasil FTIR dengan variasi kondisi pemanasan .....	65
Gambar 4. 13. Grafik penurunan sudut kontak akibat variasi PEG tanpa UV.....	66
Gambar 4.14. Grafik penurunan sudut kontak akibat variasi PEG dengan UV ....	67
Gambar 4.15. Pengaruh waktu pemanasan terhadap sudut kontak (tanpa UV).....	68
Gambar 4.16. Pengaruh waktu pemanasan terhadap sudut kontak (dengan UV) .	68
Gambar 4.17. Pengaruh waktu pendinginan terhadap sudut kontak (tanpa UV) ..	69
Gambar 4.18. Pengaruh waktu pendinginan terhadap sudut kontak (dengan UV)	69
Gambar 4.19. Hasil uji anti kabut pada film saat t=0 .....	70



## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1. Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO <sub>2</sub> .....	11
Tabel 4. 1. Hasil EDAX serbuk hasil percobaan dengan penambahan PEG 4x ...	52
Tabel 4. 2. Jumlah Serbuk TiO <sub>2</sub> yang Terbentuk Akibat Variasi PEG.....	53
Tabel 4. 3. Pengaruh PEG terhadap Ukuran Kristal.....	54
Tabel 4. 4. Pengaruh PEG terhadap Luas Permukaan, Total Volume.....	56
Tabel 4. 5. Pengaruh Pemanasan terhadap Ukuran Kristal.....	58
Tabel 4. 6. Pengaruh Lama Pemanasan Vakum terhadap Luas Permukaan, .....	59
Tabel 4. 7. Pengaruh Waktu Pendinginan Terhadap Ukuran Kristal.....	60
Tabel 4. 8. Pengaruh kondisi pemanasan terhadap ukuran kristal.....	62

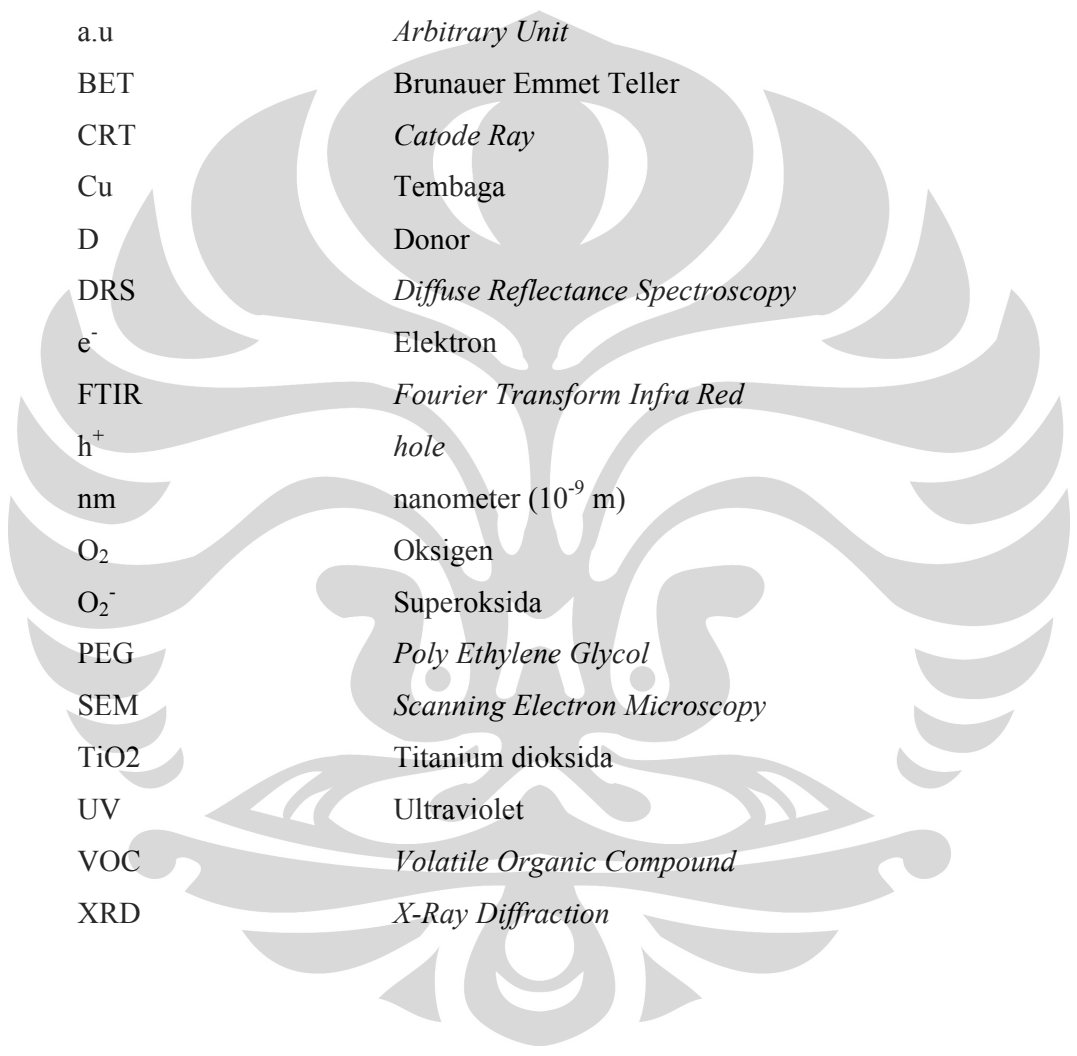


## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. EDAX SERBUK (PEG 4X MASSA TiO <sub>2</sub> ) .....	76
LAMPIRAN 2. PENGUKURAN SUDUT KONTAK.....	77
LAMPIRAN 3. UJI AKTIVITAS ANTI KABUT.....	79
LAMPIRAN 4. HASIL BET .....	81



## DAFTAR SINGKATAN



•H	Hidroksil
A	Akseptor
Å	Amstrong
a.u	<i>Arbitrary Unit</i>
BET	Brunauer Emmet Teller
CRT	<i>Catode Ray</i>
Cu	Tembaga
D	Donor
DRS	<i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>
e <sup>-</sup>	Elektron
FTIR	<i>Fourier Transform Infra Red</i>
h <sup>+</sup>	<i>hole</i>
nm	nanometer (10 <sup>-9</sup> m)
O <sub>2</sub>	Oksigen
O <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Superoksida
PEG	<i>Poly Ethylene Glycol</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscopy</i>
TiO <sub>2</sub>	Titanium dioksida
UV	Ultraviolet
VOC	<i>Volatile Organic Compound</i>
XRD	<i>X-Ray Diffraction</i>

## DAFTAR SIMBOL

Simbol	Keterangan	Dimensi
$\beta$	Lebar setengah puncak gelombang tertinggi	rad
D	lebar celah (pada XRD)	nm
$I_A$	Intensitas X-ray dari puncak gelombang anatase	a.u
$I_R$	Intensitas X-ray dari puncak gelombang rutile	a.u
$\lambda$	Panjang Gelombang radiasi sinar X	nm
L	Ukuran kristal	nm
$\theta$	Sudut pengukuran	derajat
X	Fraksi rutile	-



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 LATAR BELAKANG

Sejak tahun 1980-an, teknologi fotokatalis sudah mulai diaplikasikan untuk mengatasi masalah lingkungan baik di Amerika, Eropa, maupun Jepang (Lee, 2006). Teknologi ini awalnya ditujukan untuk mengurangi kadar polutan dengan menggunakan radikal hidroksil yang dihasilkan oleh adanya paparan cahaya. Salah satu fotokatalis yang banyak digunakan ialah  $\text{TiO}_2$  karena selain sifat fotokatalitiknya yang dapat mendegradasi senyawa-senyawa organik berbahaya menjadi  $\text{CO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  juga tidak beracun, tahan terhadap fotodegradasi, dan relatif murah (Wikoxoa, 2000).

Akan tetapi sejak sifat hidrofilik dari material yang dilapisi oleh fotokatalis (dalam hal ini  $\text{TiO}_2$ ) ditemukan pada tahun 1990-an, berbagai jenis material yang fungsional mulai dikembangkan terutama oleh Jepang (Lee, 2006). Sifat hidrofilik ini mengakibatkan permukaan yang dilapisi menjadi anti terhadap kabut karena adanya  $\text{TiO}_2$  menyebabkan sudut kontak antara permukaan yang dilapisi dengan air hanya sebesar  $10^\circ$  dan akan terus berkurang hingga mencapai  $0^\circ$  jika disinari dengan sinar ultraviolet. Aplikasi  $\text{TiO}_2$  untuk kebutuhan anti kabut pada kaca baik pada kendaraan atau gedung terutama pada bagian luar menjadi perhatian utama.

$\text{TiO}_2$  yang beredar di masyarakat umumnya berupa serbuk. Akan tetapi bentuk ini memiliki beberapa keterbatasan yaitu sulit untuk memisahkan  $\text{TiO}_2$  dari partikel tersuspensinya setelah proses reaksi berakhir, dan hanya bisa digunakan pada medium tertentu (misalkan kaca). Kaca yang dilapisi  $\text{TiO}_2$  biasanya tidak bersifat transparan dengan biaya pembuatan yang relatif mahal serta harus mengulangi proses perlakuan (*treatment*) pada waktu yang relatif singkat. Selain itu, jika ingin melapisi kaca jendela atau medium yang sudah ada, maka prosesnya akan relatif sulit dan dibutuhkan waktu yang relatif lama.





Untuk mengatasi berbagai keterbatasan tersebut, maka perlu dikembangkan nanoteknologi untuk mendapatkan kristal anatase  $\text{TiO}_2$  dalam ukuran nano sehingga akan terbentuk lapisan film yang transparan. Dari penelitian yang dilakukan oleh Slamet (2003), didapatkan bahwa aktivitas katalis film lebih baik dibandingkan aktivitas katalis serbuk. Hal ini dikarenakan lapisan film yang terbentuk pada *support* memungkinkan interaksi yang lebih baik antara reaktan dengan elektron dan *hole* dibandingkan pada katalis serbuk. Selain itu dengan semakin kecil ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  maka semakin besar luas permukaannya dan pada akhirnya akan meningkatkan aktivitas katalitik dari  $\text{TiO}_2$  (Su, 2004).

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metode sol gel konvensional membutuhkan suhu yang tinggi pada tahap kalsinasi hingga mencapai  $600^\circ\text{C}$ . Tahapan ini dilakukan untuk mendapatkan kristal  $\text{TiO}_2$  dengan sifat fotokatalitik yang aktif. Jika sintesis dapat dilakukan dengan menggunakan suhu yang lebih rendah maka akan terjadi penghematan energi yang besar dan pemilihan penyangga yang digunakan akan lebih bervariasi seperti plastik.

Dari penelitian yang dilakukan oleh Liu, et.al (2000) telah ditemukan metode untuk mendapatkan kristal  $\text{TiO}_2$  dalam fase anatase tanpa membutuhkan tahap kalsinasi dengan suhu tinggi tetapi cukup menggunakan suhu sekitar  $100^\circ\text{C}$ . Proses ini bisa disebut dengan *kristalisasi dingin* karena pada proses ini terbentuk kristal anatase  $\text{TiO}_2$  yang biasanya membutuhkan suhu yang sangat tinggi. Bahkan hasil dari penelitian tersebut didapatkan bahwa aktivitas katalitik  $\text{TiO}_2$  lebih baik dibandingkan dengan menggunakan metode umum dari sol-gel. Metode ini menggunakan *polyethylene glycol* (PEG) yang berfungsi sebagai agen multifungsi (pembentuk gel, pendispersi dan pembentuk lapisan film) dan  $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$  sebagai reaktan awal untuk mendapatkan  $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$ . Penambahan PEG memiliki dampak yang positif pada tahap preparasi dalam proses membentuk pori berukuran nano dan ketebalan film dari  $\text{TiO}_2$  (Miki, 2004). Dengan adanya metode kristalisasi dingin ini maka akan terjadi penghematan energi yang sangat signifikan terutama jika ingin diterapkan dalam skala industri.

Adapun tahapan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  pada suhu rendah yang paling berperan dalam pembentukan kristal  $\text{TiO}_2$  pada suhu rendah belum diuraikan



dengan lengkap. Untuk itu akan dilakukan penelitian dengan berbagai variasi sehingga didapatkan kristal anatase dengan ukuran lebih kecil dari 20 nm.

Aplikasi yang diharapkan dari penelitian ini ialah dapat menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk film dengan kristal berukuran nano pada suhu yang relatif rendah sehingga nantinya dapat diaplikasikan pada berbagai media.

## 1.2 RUMUSAN MASALAH

Berdasarkan latar belakang, ada beberapa hal yang menjadi permasalahan utama yaitu bagaimana mendapatkan kristal nano  $\text{TiO}_2$  pada suhu rendah dan tahapan mana yang paling mempengaruhi dalam pembentukan kristal anatase pada suhu rendah. Permasalahan lain ialah komposisi optimum antara PEG dan  $\text{TiO}_2$  agar terbentuk lapisan film transparan dan aktivitas yang tinggi sehingga bisa diaplikasikan sebagai anti kabut.

## 1.3 TUJUAN PENELITIAN

Tujuan penelitian ini ialah:

1. Mengetahui tahapan mana pada proses sintesis  $\text{TiO}_2$  yang paling berperan dalam pembentukan nano kristal  $\text{TiO}_2$  dalam fase anatase.
2. Mendapatkan kondisi dan komposisi optimum dari penambahan aditif PEG pada katalis film  $\text{TiO}_2$  sehingga didapatkan sifat hidrofilik yang maksimum dari  $\text{TiO}_2$ .

## 1.4 BATASAN MASALAH

Ruang lingkup penelitian ini ialah:

1. Bahan awal yang akan digunakan ialah  $\text{TiCl}_4$ .
2. Aditif yang digunakan ialah PEG (BM 2000).



3. Metode preparasi katalis ialah metode sol gel pada suhu rendah (kristalisasi dingin).
4. Bahan penyangga(*support*) untuk katalis ialah kaca preparat.
5. Metode pelapisan katalis pada kaca ialah metode pemusingan (*spin coating*).
6. Karakterisasi katalis yang akan dilakukan ialah EDAX, FTIR, XRD, BET. Sedangkan untuk uji aktivitas yang akan dilakukan ialah, pengukuran sudut kontak antara kaca berlapis TiO<sub>2</sub> dan air (uji sifat hidrofilik).

## 1.5 SISTEMATIKA PENULISAN

Sistematika penulisan dalam makalah seminar ini dilakukan dengan membagi tulisan menjadi lima bab, yaitu:

### BAB I

#### PENDAHULUAN

Meliputi latar belakang penelitian dan penulisan, perumusan masalah yang dibahas, tujuan dilakukannya penelitian, ruang lingkup penelitian, serta sistematika penulisan seminar ini.

### BAB II

#### TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tinjauan pustaka yang menjadi dasar penelitian yang meliputi pengertian proses fotokatalitik, mekanisme dasar fotokatalitik, pengaruh modifikasi TiO<sub>2</sub> dengan PEG, metode sol gel, metode kristalisasi dingin, karakterisasi dan uji aktivitas yang dilakukan pada katalis.

### BAB III

#### METODE PENELITIAN

Berisi diagram alir penelitian, peralatan percobaan, bahan percobaan dan prosedur yang dilakukan dalam penelitian.



**BAB IV**

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

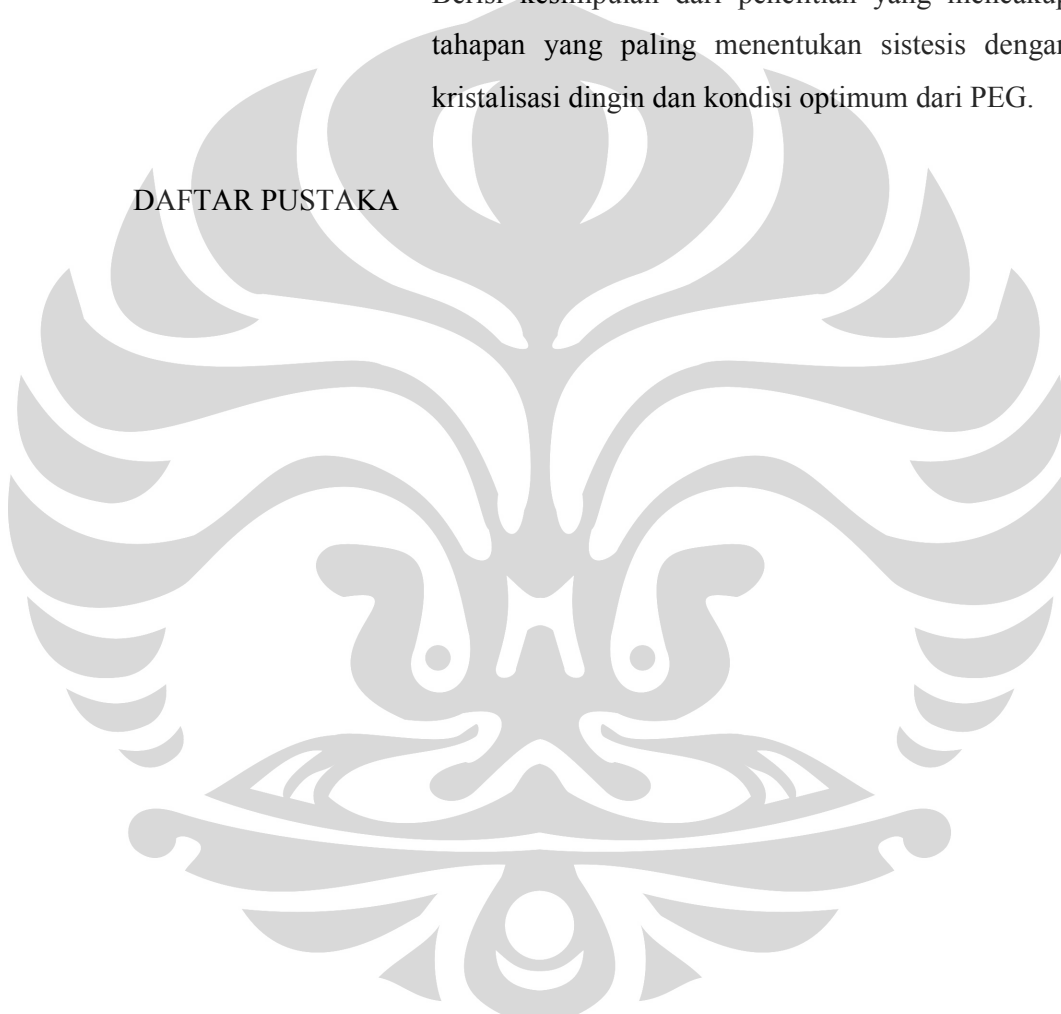
Berisi hasil dari penelitian dan analisa terhadap hasil yang telah didapatkan baik secara kualitatif ataupun kuantitatif.

**BAB V**

**KESIMPULAN**

Berisi kesimpulan dari penelitian yang mencakup tahapan yang paling menentukan sistesis dengan kristalisasi dingin dan kondisi optimum dari PEG.

**DAFTAR PUSTAKA**





## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

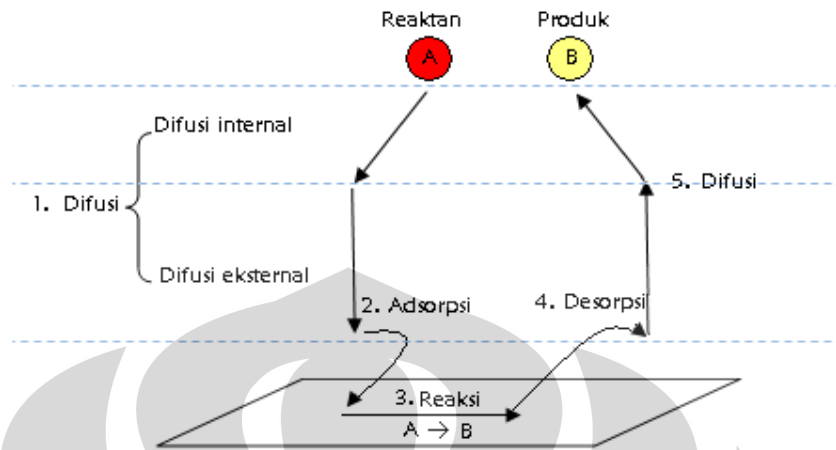
#### 2.1 PRINSIP DASAR FOTOKATALIS

Fotokatalis merupakan suatu kombinasi antara proses fotokimia dan katalisis. Proses fotokimia adalah proses sintesis (transformasi) secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis adalah substansi yang dapat mempercepat jalannya reaksi dengan jalan mengubah jalur (mekanisme) reaksi tanpa ikut dikonsumsi pada reaksi tersebut. Bahan-bahan yang dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis ialah bahan-bahan yang memiliki celah pita energi (*energy bandgap*) seperti kebanyakan logam transisi dan saat dikenai cahaya maka energi cahaya tersebut dapat mengeksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi. Ini terjadi jika energi cahaya yang diberikan sama atau lebih besar daripada celah pita energi dari bahan tersebut.

Proses fotokatalis dapat dibagi menjadi dua berdasarkan jenis katalisnya yaitu fotokatalis homogen dan fotokatalis heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik yang terjadi pada fasa yang sama dan dengan bantuan oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan proses fotokatalis heterogen ialah proses fotokatalisis yang terjadi antara dua fasa atau lebih dan biasanya dibantu oleh cahaya atau katalis padat. Proses fotokatalis heterogen merupakan teknologi berdasarkan iradiasi fotokatalis semikonduktor seperti titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), seng oksida ( $\text{ZnO}$ ) ataupun kadmium sulfida ( $\text{CdS}$ ).

Fotokatalisis heterogen bisa terjadi pada berbagai medium baik fasa gas, cairan organik murni ataupun fasa berair. Proses keseluruhan yang terjadi pada fotokatalisis heterogen dapat dibagi menjadi lima tahap, yaitu:

1. Difusi reaktan dari fasa fluida menuju permukaan katalis.
2. Absorpsi reaktan paling sedikit satu jenis reaktan.
3. Reaksi dalam fasa teradsorpsi.
4. Desorpsi produk dari permukaan katalis.
5. Pemisahan (perpindahan massa) produk dari daerah interfasa.



Gambar 2. 1. Tahapan – tahapan pada suatu reaksi fotokatalis heterogen (Fogler, 1999)

Dari Gambar 2. 1 di atas dapat dilihat mekanisme reaksi fotokatalis heterogen. Reaksi fotokatalis terjadi pada fasa pengabsorpsi (tahap ketiga). Tahapan-tahapan tersebut sama dengan tahapan-tahapan pada katalis heterogen. Perbedaannya hanya pada model aktivasi katalis dimana aktivasi termal pada katalis diganti dengan aktivasi foton (Hermann, 1999).

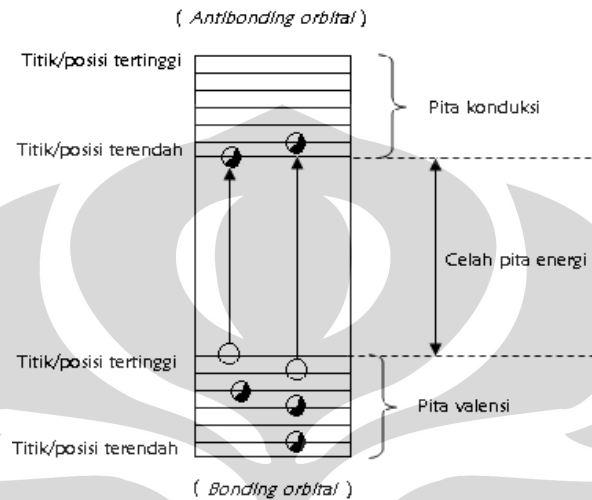
## 2.2 PROSES FOTOKATALITIK PADA BAHAN SEMIKONDUKTOR

Bahan semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki daerah energi kosong yang disebut dengan celah pita energi (*band gap energy*), yang berada diantara batas pita valensinya. Besarnya celah pita energi ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang lebih baik dalam mengeksitasi elektron. Pada semikonduktor yang memiliki celah pita energi yang lebar, elektron pada pita valensi tidak bisa tereksitasi menuju pita konduksi. Akan tetapi jika diberikan suatu energi dari luar maka elektron dari pita valensi dapat mencapai pita konduksi dan akan terbentuk lubang (*holes*) sebanyak elektron yang berpindah.

Ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi reaksi fotokatalitik pada semikonduktor menyangkut struktur pita yang dimilikinya, yaitu:

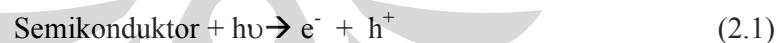
1. Celah pita energi (*band gap energy*).
2. Posisi terbawah dari pita konduksi.
3. Posisi teratas dari pita valensi.

Struktur pita dapat dilihat pada Gambar 2. 2. dibawah ini.



Gambar 2. 2. Gambar daerah energi pada semikonduktor (Amemiya, 2004)

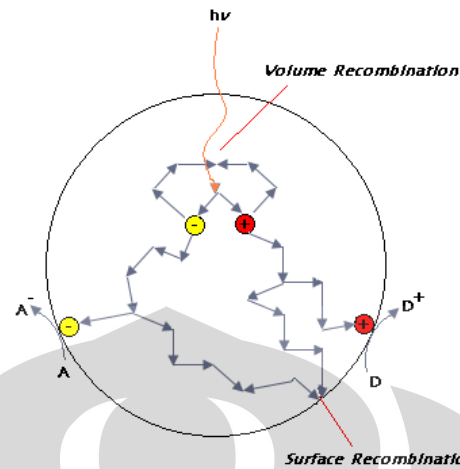
Ketika suatu katalis semikonduktor dari tipe *chalcogenide* (oksida ( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ ) atau sulfida ( $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnS}$ )) dikenai cahaya yang memiliki energi lebih besar atau sama dengan energi celah pita semikonduktor, maka akan terjadi peristiwa fotoeksitasi yaitu perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Peristiwa ini menghasilkan *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi. Dengan kata lain proses fotoeksitasi menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada fenomena ini ialah:



Pasangan elektron dan *hole* yang terbentuk akan menempuh beberapa jalur yaitu berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*), berekombinasi pada permukaan partikel (*surface recombination*) atau partikel pada fasa ruah dalam waktu yang sangat singkat (nanosekon) sehingga melepaskan energi dalam bentuk panas. Reaksi kombinasi keduanya dapat ditulis menjadi:

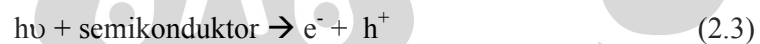


(N = pusat netral; E = energi (sinar  $h\nu' \leq h\nu$  atau panas))



Gambar 2. 3. Skema proses fotoekstisasi pada bahan semikonduktor (Hermann, 1999)

Selain rekombinasi, masing-masing pasangan elektron ( $e^-$ ) dan *hole* ( $h^+$ ) dapat bereaksi dengan spesies donor (D) atau akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain, elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi yang mencapai permukaan akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung (melalui pembentukan radikal hidroksil). Persamaan reaksinya ialah:



Sifat oksidator kuat yang dimiliki oleh semikonduktor akan memiliki sejumlah besar *hole* ( $h^+$ ) yang akan menyerang  $H_2O$  yang melekat pada permukaan semikonduktor sehingga akan terbentuk radikal hidroksil. Radikal ini akan meningkatkan sifat hidrofilik permukaan. Reaksi yang terjadi ialah:



Sedangkan  $O_2$  yang ada diudara akan bertindak sebagai elektron akseptor dan membentuk ion superoksida.





Selain itu, hole ( $h^+$ ), radikal hidroksil dan ion superoksida yang dihasilkan juga dapat digunakan untuk mengoksidasi kontaminan organik yang melekat di permukaan.

Semikonduktor yang akan menjadi fokus pada penelitian ini ialah titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ). Adapun pertimbangan yang digunakan dalam pemilihan katalis  $\text{TiO}_2$  ialah karena  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang cukup baik, antara lain:

1. Mempunyai energi celah pita (*band gap*) yang sesuai untuk proses fotokatalis sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan *hole* pada pita valensi saat diinduksikan cahaya ultraviolet.
2.  $\text{TiO}_2$  tahan terhadap photodegradasi (Wikoxoa, 2000).
3. Mampu menyerap sinar ultraviolet dengan baik.
4. Memiliki kestabilan kimia dalam interval pH yang besar (0 sampai 14)
5. Bersifat inert dan tidak larut dalam reaksi baik secara biologis maupun kimia.
6. Tidak beracun (Wikoxoa, 2000 ; Sun, et al., 2003)
7. Secara umum memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain seperti ZnO, CdS,  $\text{WO}_3$ , dan  $\text{SnO}_2$  (Hermann, 1999; Sun, et al., 2003)
8. Memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi (Sun, Nakajima, & Toshiya Watabe, 2003)
9. Relatif murah (Wikoxoa, 2000)

Titanium dioksida secara alami terdiri dari 3 bentuk kristal, yaitu anatase, brookite dan rutil. Kristal-kristal ini terkadang memiliki pengotor seperti besi, kromium, ataupun vanadium dalam jumlah yang kecil (Othmer, 1997). Perbedaan diantara ketiga bentuk kristal dari  $\text{TiO}_2$  dapat dilihat pada Tabel 2. 1. Anatase merupakan bentuk alotropik yang paling aktif dibandingkan bentuk lainnya. Secara termodinamika, bentuk anatase lebih stabil dan pembentukannya secara kinetik lebih baik pada suhu rendah. Temperatur rendah ini dapat menjelaskan luas permukaan yang tinggi untuk adsorpsi dan untuk katalisis (Hermann, 1999).

Tabel 2. 1. Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO<sub>2</sub> (Othmer, 1997, p:236-237)

Sifat	Anatase	Brookite	Rutile
Bentuk Kristal	Tetragonal	Orthorombik	Tetragonal
Band gap, eV	3.25	Tidak tersedia	3.05
Banyaknya TiO <sub>2</sub> / unit sel	4	8	2
Volume per TiO <sub>2</sub> , nm <sup>3</sup>	0.03407	0.03211	0.03122
Massa jenis teoritis, kg/m <sup>3</sup>	3895	4133	4250
Tingkat kekerasan, skala Moh	5.5 – 6	5.5 – 6	7 – 7.5

Kedua bentuk kristal TiO<sub>2</sub> yaitu anatase ataupun rutile dapat menyerap sinar ultraviolet. Jangkauan sinar yang dapat diserap oleh rutile lebih besar akan tetapi bentuk anatase memiliki aktivitas katalitik yang lebih besar. Hal ini dikarenakan perbedaan struktur energi diantara kedua jenis kristal dimana pita konduksi dari kristal anatase lebih dekat dengan posisi pita valensi sehingga kekuatan reduksi dari kristal anatase ini menjadi lebih besar dibandingkan rutile (Amemiya, 2004). Dengan adanya perbedaan posisi pita konduksi inilah maka secara keseluruhan aktivitas fotokatalitik dari kristal anatase lebih besar dibandingkan kristal berbentuk rutile.

### 2.3 FOTOKATALIS BERBENTUK FILM

Penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> umumnya berbentuk serbuk karena kemudahan dalam proses preparasi serta aktivitas fotokatalitiknya yang secara teoritis lebih besar karena memiliki luas permukaan yang lebih besar. Namun penggunaan katalis dalam bentuk ini memiliki keterbatasan, antara lain:

1. Sulit untuk memisahkan katalis dari suspensinya setelah reaksi fotokatalitik berakhir.
2. Partikel-partikel yang tersuspensi cenderung menggumpal terutama pada konsentrasi tinggi.
3. Suspensi-suspensi partikel serbuk sulit untuk diaplikasikan pada aliran tunak.
4. Kedalaman penetrasi sinar UV dalam penetrasi TiO<sub>2</sub> terbatas.



Berdasarkan keterbatasan-keterbatasan teknis tersebut, maka pengembangan terhadap fotokatalis berbentuk film terus dilakukan. Keuntungan penggunaan katalis film diantaranya adalah katalis tidak mengalami mobilisasi sehingga tidak membutuhkan proses yang sulit untuk regenerasi. Dengan adanya imobilisasi katalis maka efisiensi penggunaan katalis akan meningkat walaupun dalam sistem alir terbuka.

Aktivitas fotokatalis berbentuk film sangat bervariasi dan dipengaruhi oleh berbagai faktor. Faktor-faktor yang paling mempengaruhi ialah struktur kristal, ukuran kristal, ketebalan dan porositas dari film. Semakin banyak struktur permukaan berpori atau semakin besar porositasnya maka semakin banyak jumlah posisi katalitik (*catalytic sites*) yang dimilikinya (Guo, 2004) dan semakin transparan film yang dihasilkannya.

Dari penelitian yang dilakukan oleh Slamet (Slamet, Arbianti, & Farida, 2003) didapatkan bahwa aktivitas katalis film lebih baik dibandingkan aktivitas katalis serbuk. Hal ini dikarenakan lapisan film yang sangat tipis yang terbentuk pada *support* memungkinkan interaksi yang lebih mudah antara reaktan dengan elektron dan hole dibandingkan pada katalis serbuk, walaupun luas permukaan katalis serbuk lebih lebih besar dibandingkan luas permukaan katalis film. Dan dari hasil penelitian tersebut didapatkan bahwa uji aktivitas katalis serbuk menghasilkan larutan reaktan yang lebih pekat. Kepekatan tersebut dapat mengurangi intensitas cahaya yang mengiluminasi katalis  $\text{TiO}_2$  untuk menghasilkan elektron dan *hole* dan berakibat pada berkurangnya jumlah elektron dan *hole* tersebut. Sebaliknya pada katalis film, reaktan tetap berada pada kondisi jernih dan tidak bercampur dengan katalis sehingga memudahkan cahaya untuk mengiluminasi katalis  $\text{TiO}_2$ .

## 2.4 METODE SOL GEL

Ada beberapa metode yang dapat digunakan untuk menpreparasi  $\text{TiO}_2$  dalam dalam ukuran nano seperti presipitasi, mikroemulsi, kristalisasi hidrotermal dan sol-gel (Su, 2004). Sol-gel merupakan salah satu metode yang paling sukses



dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano dan memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi.

Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid sedangkan gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel).

Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain:

1. Tingkat stabilitas termal yang baik.
2. Luas permukaan BET yang tinggi.
3. Stabilitas mekanik yang tinggi.
4. Daya tahan pelarut yang baik.
5. Modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan.

Proses sol-gel telah banyak diaplikasikan secara luas. Sebagian besar produk sol-gel adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti bubuk *ultrafine* atau *spherical*, lapisan film tipis, serat keramik, membran inorganik mikropori, gelas dan keramik monolitik, dan bahan *aerogel* berpori.

#### 2.4.1 Bahan Prekursor

Prekursor yang digunakan pada umumnya ialah logam inorganik atau senyawa logam organik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ( $M(OR)_z$ ), dimana R menunjukkan grup alkil ( $C_nH_{2n+1}$ ). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air diantaranya ialah Tetrametoksisilan (TMOS), Tetraetoksisilan (TEOS) dan alkoksida lainnya seperti aluminat, titanat, borat, dan lain-lain. Beberapa prekursor baru yang dikembangkan saat ini untuk metode sol-gel diantaranya logam karboksilat, logam dialkilamida, larutan sol koloid *amorphous*, dan hibrid organik/anorganik



Dalam proses sol-gel, prekursor mengalami proses hidrolisis dan polimerisasi untuk membentuk suspensi koloidal (sol). Proses selanjutnya sol mampu menghasilkan bahan keramik dalam bentuk yang berbeda menjadi *wet gel*. Film dapat dibentuk dengan *spin coating* atau *dip coating*. Dengan perlakuan pengeringan dan pemanasan, gel dikonversi menjadi keramik atau gelas. Jika cairan dalam gel basah dihilangkan pada kondisi superkritis, maka akan diperoleh bahan yang memiliki porositas tinggi dan densitas rendah yang disebut *aerogel*.

#### 2.4.2 Tahap Proses Sol Gel

Tahap-tahap dalam proses sol-gel dapat dilihat pada Gambar 2. 4 dengan penjelasan sebagai berikut:

##### a. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) dengan reaksi sebagai berikut:

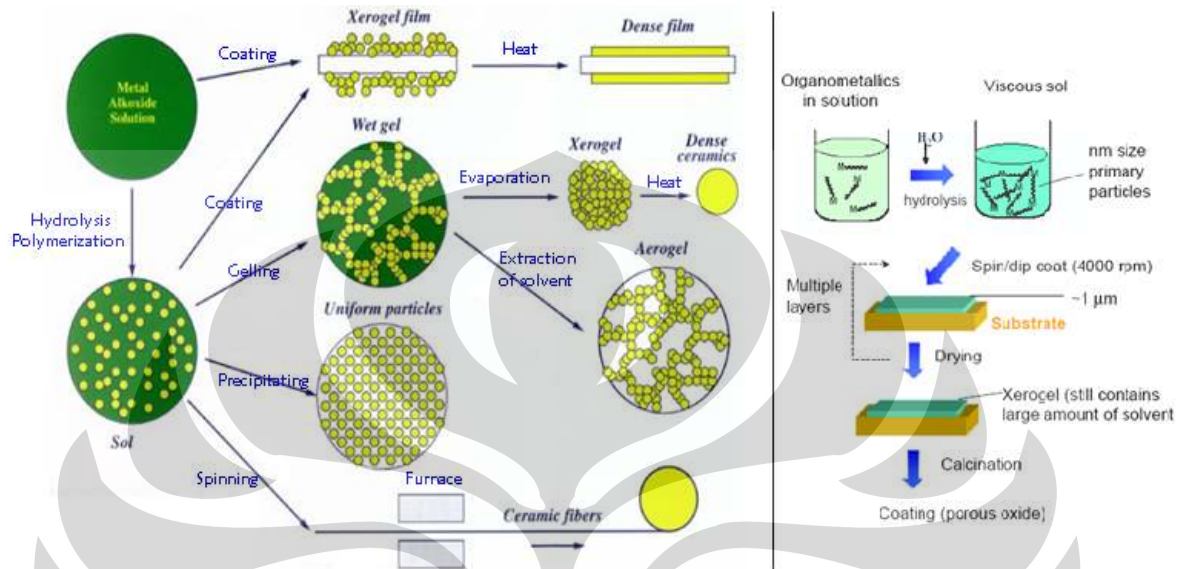


Faktor yang berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis. Reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat.

Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

Sol koloid yang terbentuk dapat langsung diaplikasikan untuk melapisi penyangga dengan cara mencelupkan (*dip coating*) atau dengan cara memutar (*spin coating*), yang setelah dikalsinasi menghasilkan lapisan film pada penyangga tersebut. Penambahan larutan organik pada *sol* akan

menghasilkan *gel* berbentuk bola, yang setelah dikalsinasi akan berbentuk bubuk.



Gambar 2. 4. Tahapan preparasi dengan metode sol gel ([http://edu.chem.tue.nl/6km10/sheets/SET-slides\\_lecture9.pdf](http://edu.chem.tue.nl/6km10/sheets/SET-slides_lecture9.pdf))

Dengan menambahkan senyawa lain untuk mendehidrasi sol maka akan dihasilkan dua jenis gel bergantung perlakuan yang diberikan yaitu *aerogel* dan *xerogel*. *Aerogel* merupakan padatan berpori yang diperoleh dari proses pengeringan superkritikal gel. Sedangkan *xerogel* merupakan padatan gel yang kering dan mudah dibentuk dimana proses pemanasan berlangsung lebih lambat. *Xerogel* yang dikalsinasi lebih lanjut akan menghasilkan keramik padat (*dense ceramics*).

### b. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol dengan persamaan reaksi secara umum ialah:





### c. Pematangan (*Aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan *gel* yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan nama proses *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan *gel* yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan.

### d. Pengeringan

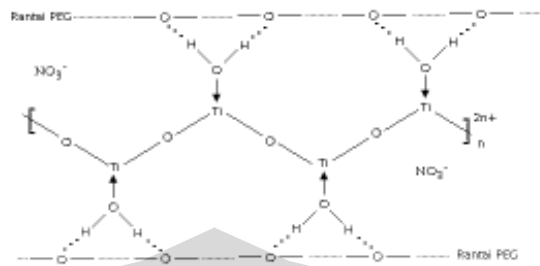
Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur *sol gel* yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

## 2.5 METODE KRISTALISASI DINGIN

Saat ini, metode sol-gel merupakan teknik yang paling sukses dalam mensintesis  $\text{TiO}_2$  berukuran nano. Tahapan terakhir dari metode ini ialah proses kalsinasi dari serbuk gel pada temperatur diatas  $300^\circ\text{C}$ . Proses kalsinasi ataupun pemanasan lain diatas suhu  $300^\circ\text{C}$  bisa menjadi kendala untuk mendapatkan kristal serbuk yang sangat halus (lebih kecil dari 5mm). Permasalahan lain ialah akan sulit untuk melapisi  $\text{TiO}_2$  pada material yang tidak tahan terhadap perlakuan panas. Dengan kata lain, proses kalsinasi akan membatasi material yang bisa digunakan sebagai *support*  $\text{TiO}_2$ .

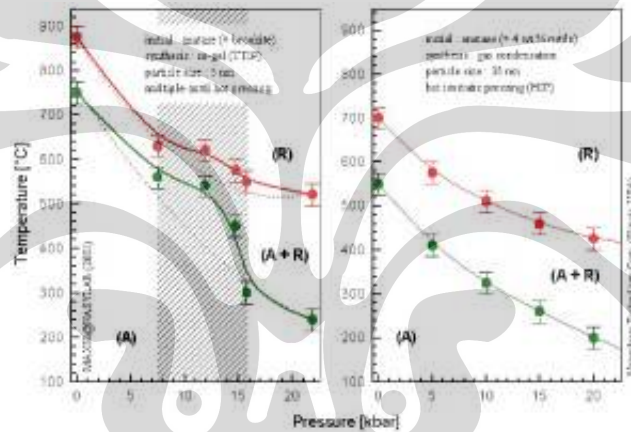
Metode kristalisasi dingin yang dimaksud pada penelitian yang akan dilakukan ialah teknik untuk mendapatkan kristal  $\text{TiO}_2$  dalam fasa anatase pada suhu yang rendah (sekitar  $100^\circ\text{C}$ ). Penelitian yang dilakukan oleh Liu (2000) didapatkan bahwa PEG (*polyethylene glycol*) bisa dijadikan suatu agen multifungsi untuk mempreparasi  $\text{TiO}_2$  tanpa tahapan kalsinasi pada suhu tinggi. Hal ini bisa terjadi karena PEG bisa membentuk ikatan dengan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  pada suhu rendah dan merupakan ikatan hidrogen dimana  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  didapat melalui pencampuran antara  $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$  dengan PEG dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Bentuk ikatan antara  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  dengan PEG bisa dilihat pada Gambar 2. 5 berikut ini. Dengan

adanya ikatan ini, maka jika dilakukan filtrasi lebih lanjut akan terjadi proses presipitasi dari  $Ti^{4+}$  dan akhirnya terkonversi menjadi  $TiO_2$ .



Gambar 2. 5. Struktur ikatan antara PEG dan  $TiO(NO_3) \cdot H_2O$  (Liu, et.al, 2000)

Selain itu dari diagram antara tekanan (P) dan suhu (T) dari  $TiO_2$  pada Gambar 2. 6, dapat dilihat bahwa memang terdapat kemungkinan  $TiO_2$  bisa dibentuk pada suhu rendah walaupun pada tekanan yang relatif tinggi.



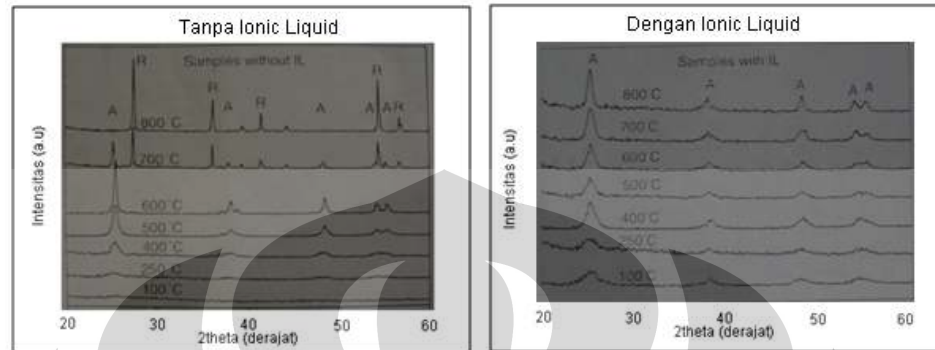
Gambar 2. 6. Diagram fasa antara tekanan dan temperatur untuk struktur nano  $TiO_2$ . ([http://www.swt/informatik/uni-rostock/de-englisch-projekte-NM/Uni-Reports-Nicola-fig1/tioag\\_gif.htm](http://www.swt/informatik/uni-rostock/de-englisch-projekte-NM/Uni-Reports-Nicola-fig1/tioag_gif.htm))

Dari diagram fasa pada gambar Gambar 2. 6 bisa dilihat bahwa semakin tinggi tekanan maka pada suhu yang relatif lebih rendah, kristal  $TiO_2$  telah berubah menjadi fasa Rutile. Dengan kata lain, semakin rendah tekanan operasi maka perubahan ke fasa rutile bisa didapatkan pada suhu yang lebih tinggi.

Secara termodinamis, pembentukan kristal anatase  $TiO_2$  bisa didapatkan pada suhu rendah. Dari penelitian yang dilakukan oleh Yoo (2005) dengan menambahkan aditif berupa *ionic liquid*, menunjukkan bahwa pada pemanasan  $100^{\circ}C$  sudah terbentuk kristal anatase akan tetapi jumlahnya masih sangat kecil dan kebanyakan masih berupa amorf. Seiring dengan peningkatan suhu, fraksi anatase terus meningkat. Jika tidak ditambahkan aditif tersebut, ketika pemanasan



mencapai 700°C maka fasa rutil mulai muncul dan akan menjadi rutil seluruhnya pada suhu 800°C. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar berikut ini:



Gambar 2. 7. Hasil XRD terhadap TiO<sub>2</sub> dengan variasi suhu kalsinasi (Yoo, 2005)

Hal ini menunjukkan bahwa secara termodinamika, reaksi pembentukan TiO<sub>2</sub> pada suhu rendah mungkin terjadi walaupun harus menggunakan aditif. Dengan didapatkannya metode kristalisasi dingin ini, maka akan terjadi penghematan secara besar-besaran terutama jika dimanfaatkan untuk skala industri. Selain itu *support* yang digunakan menjadi lebih fleksibel.

## 2.6 ADITIF/DOPAN PEG

Salah satu cara untuk meningkatkan aktivitas katalis ialah dengan menambahkan dopan ataupun promotor kedalam sol TiO<sub>2</sub>. Jenis promotor yang bisa ditambahkan dapat berupa ion atau senyawa logam seperti Pt, Fe, Al, Nb, La, Si, B, Cu, SiO<sub>2</sub> atau senyawa organik seperti *polyethylene glycol* (PEG). Dengan menambahkan aditif polimer seperti PEG, maka pada saat pemrosesan dengan suhu tinggi, senyawa polimer akan lepas dan meninggalkan celah/cekungan. Hal inilah yang dapat menghasilkan fim tipis dengan porositas yang baik (Guo, Liu, Hong, Jiang, & Lee, 2005). Dengan semakin banyaknya pori yang terbentuk pada permukaan katalis maka akan memudahkan kontak antara elektron dan *hole* yang dihasilkan oleh katalis dengan reaktan serta dapat meningkatkan aktivitas dari katalis.

Penambahan PEG pada sol TiO<sub>2</sub> terbukti dapat meningkatkan sifat katalitik dari TiO<sub>2</sub>. Adapun hal-hal yang berpengaruh terhadap penambahan PEG dapat dijelaskan sebagai berikut:



### 2.6.1 Luas permukaan katalis.

PEG memiliki kemampuan untuk meningkatkan luas permukaan katalis dengan membentuk struktur pori pada permukaan katalis (Miki, K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato, 2004). Proses pembentukan pori ini dimulai dengan terjadinya ikatan antara beberapa molekul air dengan PEG (*associated water*) melalui ikatan hidrogen, sehingga ikatan murni PEG akan putus dan berubah menjadi ikatan kompleks antara air dengan PEG. Selanjutnya ikatan PEG kompleks ini akan mengalami penggumpalan dan membentuk larutan inorganik atau komposit polimer. Proses ini akan diikuti dengan proses hidrolisis pada *associated water* dan *non-associated water* hingga seluruh kandungan air pada larutan katalis hilang. Pada saat suhu dinaikkan, maka PEG akan menjadi gas dan meninggalkan permukaan katalis dengan membentuk pori pada permukaan katalis. Pembentukan struktur pori ini dapat meningkatkan luas permukaan katalis (Guo, Liu, Hong, Jiang, & Lee, 2005). Ukuran dan banyaknya pori yang terbentuk ditentukan oleh banyaknya penambahan dan berat molekul PEG yang ditambahkan dalam katalis  $\text{TiO}_2$ . Semakin banyak penambahan PEG dan semakin besar berat molekul PEG yang digunakan maka ukuran dan jumlah pori akan semakin banyak (Yu, Zhao, Zhao, & Wang, 2000).

### 2.6.2 Aktivitas Katalis

PEG mampu meningkatkan aktivitas fotokatalis dari film  $\text{TiO}_2$  dengan meningkatkan jumlah *active site* pada katalis sehingga gugus hidroksil (-OH) yang terbentuk akan semakin banyak sejalan dengan semakin besarnya penambahan PEG atau berat molekul yang ditambahkan kedalam larutan katalis  $\text{TiO}_2$ . Sudut kontak antara air dan medium yang dilapisi  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh berbagai faktor antara lain komposisi, ukuran dan banyaknya pori, gaya kapilaritas, kekasaran permukaan, banyaknya gugus (-OH) pada film  $\text{TiO}_2$  dan sebagainya.

Dari penelitian yang dilakukan oleh Yu, et al., (2000), didapatkan bahwa sudut kontak antara air dengan permukaan yang dilapisi  $\text{TiO}_2$  akan



semakin kecil seiring dengan peningkatan jumlah PEG. Sedangkan jika katalis tidak ditambahkan PEG maka sudut kontak antara air dan medium yang dilapisi lebih besar karena gugus (-OH) yang dimiliki lebih sedikit sehingga air sulit untuk masuk ke bagian dalam lapisan film dan berikatan dengan permukaan katalis.

### 2.6.3 Proses Peretakan (*cracking*)

Secara umum, proses peretakan pada permukaan katalis sangat mudah terjadi pada saat proses pemanasan terutama jika ketebalan lapisan film sangat tipis. Namun dengan menggunakan PEG sebagai aditif, maka proses peretakan dan kerusakan permukaan katalis dapat dihindari. Hal ini dikarenakan PEG mampu untuk meningkatkan elastisitas struktur katalis film sehingga permukaan katalis tidak akan mudah rusak saat terjadinya perubahan volume katalis saat proses pemanasan. (Miki, K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato, 2004)

### 2.6.4 Interaksi antar Partikel Katalis

PEG memiliki keefektifan untuk mencegah terjadinya proses penggumpalan (*sintering*) antara partikel katalis  $\text{TiO}_2$ . Hal ini disebabkan karena PEG telah teradsorpsi pada partikel  $\text{TiO}_2$  sehingga saat terjadi interaksi antara partikel  $\text{TiO}_2$  maka partikel PEG akan menghalangi terjadinya penggumpalan.

### 2.6.5 Viskositas Larutan

Penambahan PEG kedalam katalis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan viskositas dari larutan katalis. Seiring dengan semakin meningkatnya viskositas larutan, ketebalan lapisan yang terbentuk akan semakin tebal. Kombinasi penggunaan katalis dan PEG dapat digunakan untuk mendapatkan katalis dengan porositas tinggi dengan ketebalan lapisan yang tipis. Atau dengan kata lain ketebalan lapisan katalis ikut dipengaruhi oleh jumlah PEG yang ditambahkan (Miki, K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato, 2004)



### 2.6.6 Daya Transmitan Cahaya

Semakin besar jumlah dan berat molekul PEG yang ditambahkan pada katalis, maka daya transmitan katalis akan menurun. Hal ini disebabkan adanya penghamburan atau penyebaran cahaya oleh pori yang semakin luas dan semakin banyak (Yu, Zhao, Zhao, & Wang, 2000).

## 2.7 SPIN COATING

Pelapisan dengan proses sol-gel dapat dilakukan dengan cara melapisi zat (substrat) penyangga dengan sol, kemudian partikel padat pada sol mengalami reaksi hidrolisis dan kondensasi membentuk gel. Cara pelapisan yang dilakukan sangat beragam antara lain penyemprotan (*sputtering*), pemusingan (*spin coating*) dan pencelupan (*dip coating*)

Metode pelapisan dengan pemusingan (*spin coating*) telah digunakan dalam beberapa dekade terakhir untuk aplikasi lapisan film tipis. Pelapisan dengan pemusingan dapat dibagi menjadi 4 tahap seperti diilustrasikan pada Gambar 2. 8, yaitu (Brinker, 1989):

1. **Peletakan (*deposition*)**

Tahapan ini melibatkan peletakan sejumlah kecil fluida pada bagian tengah permukaan substrat.

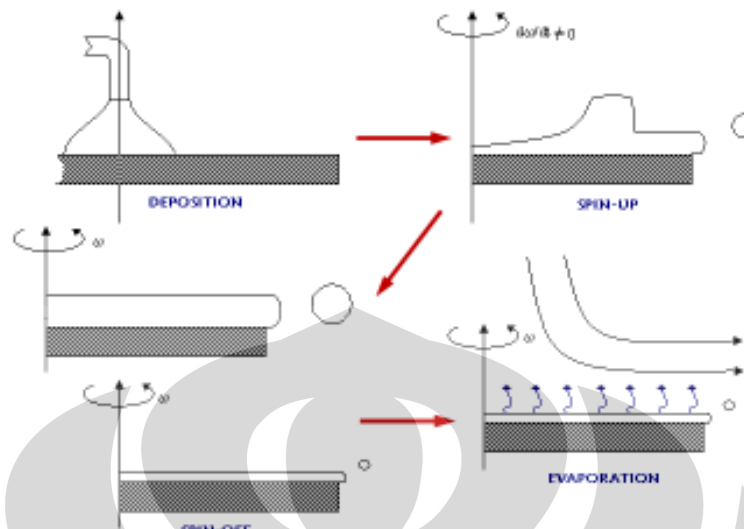
2. **Pemusingan (*spin-up*)**

Pada tahapan ini fluida akan diputar dengan kecepatan tinggi. Sebagai akibat adanya gaya sentrifugal, maka cairan akan menyebar ke luar ke arah radial.

3. **Penghentian putaran (*spin-off*)**

Ketika ketebalan lapisan film yang terbentuk sudah relatif tipis, maka laju perputaran akan semakin lambat karena semakin besar hambatan untuk mengalir

4. **Evaporasi**



Gambar 2. 8. Tahapan-tahapan dalam proses spin coating (digambar ulang dari (Brinker & Scherer, 1989))

Ketebalan film yang dihasilkan bergantung dari sifat alami fluida (viskositas, laju pengeringan, persentase padatan, tekanan pada permukaan) dan pemilihan parameter untuk proses pemusingan. Sedangkan sifat dari lapisan film yang terbentuk dipengaruhi oleh kecepatan perputaran di akhir proses, percepatan, dan sebagainya.

Keunggulan metode pelapisan ini dibandingkan metode lainnya ialah pada akhir pemusingan suatu film dalam fasa cair cenderung memiliki ketebalan yang sama. Jika ketebalan sudah seragam maka lapisan tersebut akan tetap seragam dan tidak akan berubah. Kecenderungan ini terjadi karena adanya kesetimbangan antara gaya sentrifugal (menyebabkan aliran fluida kearah luar secara radial) dan friksi (menyebabkan aliran fluida kearah dalam secara radial).

Salah satu faktor yang paling berperan dalam pelapisan dengan menggunakan metode ini ialah pengulangan (*reapeatability*). Adanya perubahan parameter walaupun dalam jumlah yang kecil akan menghasilkan variasi drastis pada lapisan film yang terbentuk.



## 2.8 APLIKASI TEKNOLOGI FOTOKATALIS $\text{TIO}_2$

Dari tahun ke tahun, teknologi fotokatalis merupakan teknologi yang sangat menjanjikan terutama dikarenakan berbagai kelebihan yang telah dikelaskan pada sub.bab 2.2. Adapun contoh penggunaannya ialah sebagai berikut:

### 2.8.1 Disinfeksi

Fotokatalis bukan merupakan material yang dapat merusak suatu substansi dalam jumlah besar sekaligus akan tetapi sangat efektif dalam menghambat pertumbuhan suatu substansi yang biasanya berupa virus ataupun bakteri. Perbedaan dengan bahan-bahan antibakteri lainnya ialah kemampuannya untuk menghancurkan bakteri yang sudah mati dan racun yang dihasilkannya yang disebut dengan endotoksik. Selain itu, kotoran juga dapat dihambat oleh reaksi fotokatalitik sehingga memberikan keuntungan dalam menjaga spektrum anti bakteri. (Licciulli, 2002)

### 2.8.2 Aplikasi dalam Pemurnian udara

Aplikasi yang paling utama adalah proses penghancuran senyawa organik volatile (VOC) dalam fasa gas. *Volatile Organic Compound* (VOCs) merupakan polutan penting yang biasa ditemukan dalam atmosfer di kota-kota dan area industri. Banyak senyawa yang dapat dianggap sebagai VOC, tetapi istilah "*volatile organic compound*" harus ditujukan untuk senyawa-senyawa yang dalam kondisi temperatur dan tekanan normal tetap ada sebagai fasa padat atau cair. Lebih umum lagi, istilah VOC digunakan untuk menggolongkan senyawa-senyawa yang mengandung karbon dan berada di atmosfer, kecuali unsur karbon yang berdiri sendiri, karbon monoksida dan karbon dioksida.

Senyawa-senyawa organik tersebut bermacam-macam seperti alkana terklorinasi dan alkana, fenol terpoliklorinasi, aromatik, aldehida, asam organik dan senyawa amin. Senyawa-senyawa tersebut dapat terdegradasi melalui proses fotokatalis heterogen dengan *hole* yang dihasilkan katalis



menjadi  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , dan asam mineral. Beberapa senyawa anorganik yang dapat diubah melalui proses ini adalah ion-ion logam transisi, sianida atau nitrat (Lee, 2006).

Beberapa senyawa organik volatil yang telah didemonstrasikan melalui proses fotokatalisis ini antara lain adalah (Sopyan, 1994): alkana, siklo alkana, propane, 1,3-butadiena, benzene, toluene, m-xylene, methanol, etanol, isopropanol, butanol, metalbutanol, formaldehida, asetaldehida, propionaldehidam butiraldehidam aseton, asam isobutirat, piridina, nitrogliserin, metal merkaptana, trikloroetilen, dan CO. Semuanya menghasilkan produk gas dengan kandungan terbesar  $\text{CO}_2$ .

### 2.8.3 Aplikasi dalam Pengolahan Air

Aplikasi proses fotokatalisis dalam pengolahan air ini meliputi pendegradasian senyawa-senyawa organik *non-biodegradable*. Aplikasi dari proses ini dapat mendukung teknik pengolahan seperti flokulasi, presipitasi, adsorpsi pada granular karbon aktif, stripping udara, atau reverse osmosis. Pengolahan limbah cair secara kimiawi ini dapat mempengaruhi tuntasnya proses mineralisasi polutan-polutan menjadi  $\text{CO}_2$  dan senyawa berhalogen menjadi ion-ion halide. Di lain pihak, dekomposisi parsial pencemar organik yang *non-biodegradable* langsung menjadi intermediet yang *biodegradable*. Oleh karena itu, aplikasi fotokatalisis sebagai proses pengolahan awal yang diikuti oleh proses biologi yang tidak mahal memang cukup menjanjikan dipandang dari sudut ekonomi (Littler, 1999).

## 2.9 HIDROFILISITAS $\text{TiO}_2$ DAN APLIKASINYA

Salah satu karakteristik dari  $\text{TiO}_2$  ialah sifatnya yang hidrofilik. Hidrofilik dapat diartikan “suka air” dan merupakan material yang dapat mengabsorb air. Sifat hidrofilik memainkan peranan yang sangat penting untuk mendapatkan sifat swa-bersih dari suatu permukaan. Contoh fenomena nyata ialah dinding gedung sangat mudah kotor jika sudut kontak dengan air besar. Akan tetapi material yang

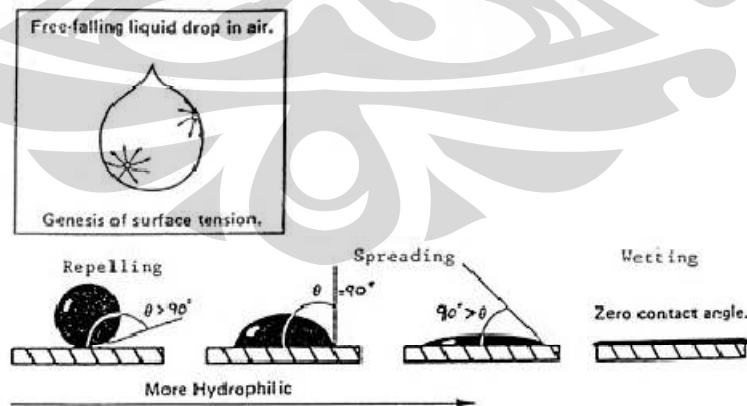


hidrofilik menunjukkan sudut  $0^{\circ}$  sehingga jauh lebih sulit kotor dibandingkan material lain (Guan, 2005).

Kimia permukaan membuat material tersebut dapat basah atau dapat dilapisi pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Material hidrofilik juga memiliki tegangan permukaan yang tinggi dan membentuk ikatan hidrogen dengan air.  $\text{TiO}_2$  menunjukkan sifat hidrofilik setelah sudah disinari sinar ultra violet (UV). Semakin lama permukaan disinari UV maka sudut kontak yang terbentuk akan semakin kecil.

### 2.9.1 Sudut Kontak dan Cara Pengukurannya

Ketika ada suatu tetesan air yang mengenai permukaan padatan maka sudut kontak dapat diukur dengan menghitung sudut yang terbentuk antara permukaan padatan dan garis tangensial jari-jari embun dari titik kontak dengan padatan. Sudut kontak ini berhubungan dengan tegangan permukaan yang digambarkan oleh persamaan Young. Sehingga interaksi antara padatan dan cairan dapat dengan mudah dihitung. Jika sudut kontak yang terjadi sebesar  $0^{\circ}$  maka akan terjadi peristiwa *wetting* (basah), sudut antara  $0^{\circ}$  dan  $90^{\circ}$  menghasilkan tetesan yang menyebar sedangkan jika sudut lebih besar dari  $90^{\circ}$  maka cairan cenderung untuk membentuk titik embun pada padatan. (Licciulli, 2002)



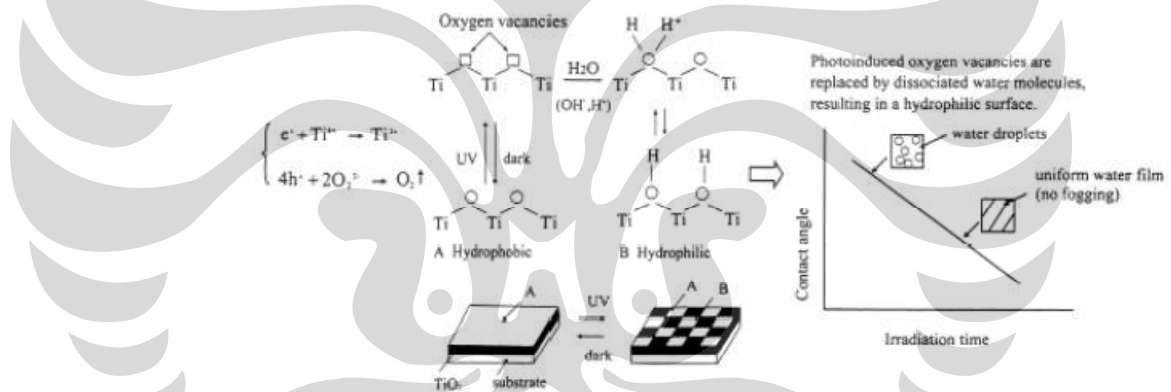
Gambar 2. 9. Sudut kontak antara air dan padatan (Sumber :Licciulli ,2002)



Untuk menentukan besarnya sudut kontak permukaan dengan cairan, maka cairan akan ditetaskan pada permukaan substrat dengan disinari cahaya UV, kemudian sudut kontak yang terbentuk diukur dengan menggunakan alat *Contact Angle Meter*. Jika sudut kontak yang terbentuk lebih besar dari  $10^0$  maka permukaan bersifat hidrofobik. Bila permukaan memiliki sudut yang lebih kecil dari  $10^0$  maka otomatis cairan akan langsung melebar dan membentuk lapisan tipis. Dengan begitu permukaan bersifat hidrofilik

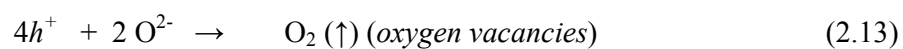
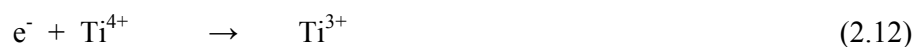
### 2.9.2 Mekanisme Hidrofilisitas TiO<sub>2</sub>

Mekanisme antikabut (*antifogging*) dan swa-bersih (*self cleaning*) sangat dipengaruhi hidrofilisitas dari katalis. Mekanisme hidrofilisitas yang terjadi dapat diilustrasikan pada Gambar 2. 10 sebagai berikut:



Gambar 2. 10. Fenomena hidrofilik pada fotokatalis TiO<sub>2</sub> (sumber: Licciulli ,2002)

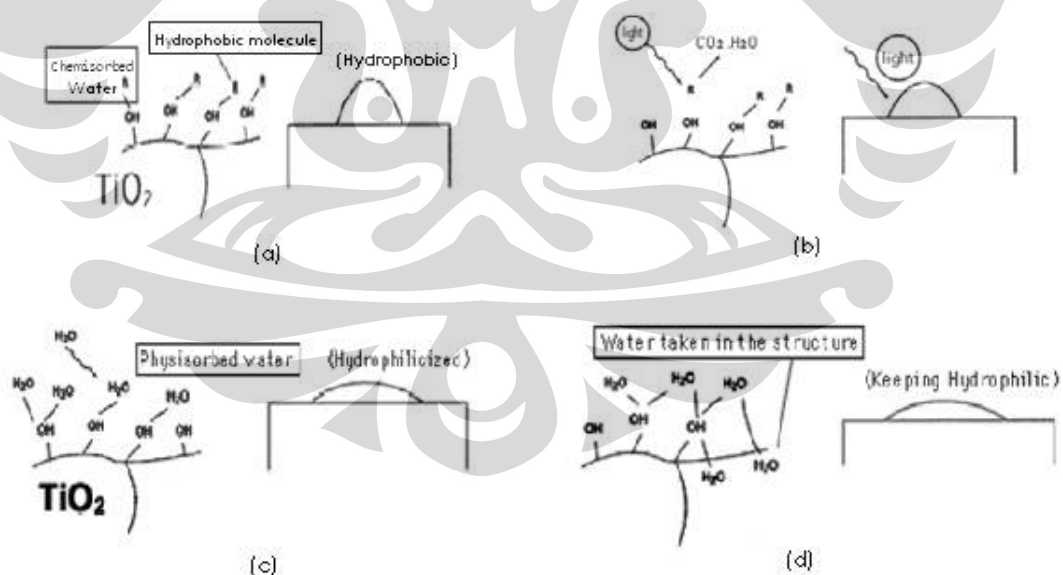
Pada proses ini elektron dan *hole* akan tetap diproduksi, jika cahaya ultraviolet mengenai permukaan katalis dengan energi yang sama atau lebih besar dari celah energi (*band gap*) katalisnya. Mekanisme reaksi secara umum ialah(Guan, 2005):



Ikatan atom Ti pada permukaan katalis terjadi melalui oksigen sebagai jembatan (*bridging site oxygen*). Fotoelektron hasil eksitasi akan mereduksi Ti (IV) menjadi Ti(III). Selama penyinaran UV,  $Ti^{3+}$  cenderung untuk bereaksi dengan molekul oksigen yang terserap di permukaan dan kembali menjadi  $Ti^{4+}$ .



*Hole* yang terbentuk akan mengoksidasi  $O_2^-$  yang berasal dari *bridging site oxygen* pada kristal  $TiO_2$ . Hasil oksidasi yaitu oksigen akan dilepas dan menghasilkan *oxygen vacancies*. Dengan adanya *oxygen vacancies* ini, permukaan menjadi hidrofilik karena air dapat dengan mudah mengisi kekosongan yang ada dan menghasilkan gugus OH yang teradsorpsi. Dan dengan adanya gaya Van der Waals dan ikatan hidrogen, maka gugus OH tersebut dapat berikatan dengan air yang berada di permukaan. Adapun tahap penyerapan air dapat dilihat pada Gambar 2. 11 dijelaskan sebagai berikut (Licciulli, 2002):



Gambar 2. 11. Tahapan penyerapan air (a) Tahap I (b) Tahap II (c) Tahap III (d) Tahap IV (Licciulli, 2002)



### Tahap 1

Air yang terdiri dari ion  $H^+$  dan  $OH^-$  akan diserap secara kimiawi (*chemisorbed*) pada permukaan  $TiO_2$  sehingga membentuk suatu lapisan tunggal (*monolayer*) dengan mekanisme sebagai berikut:



atau



Air yang diabsorpsi pada permukaan  $TiO_2$  ini sangat tidak stabil sehingga harus distabilkan dengan mengadsorpsi molekul hidrofobik (-R) seperti kontaminan maupun senyawa organik.

### Tahap 2

Dengan iradiasi cahaya, proses fotokatalitik akan mendekomposisi molekul hidrofobik dan air yang diserap secara kimia akan terekspos ke permukaan.

Reaksi fotokatalitik yang terjadi ialah:



Elektron akan mereduksi oksigen yang ada di udara, sedangkan *hole* akan mengoksidasi gugus OH yang berasal dari air. Unsur aktif yang bertanggung jawab terhadap penghancuran kontaminan biasanya ialah radikal hidroksil ( $\cdot OH$ ) dengan potensial oksidasinya yang sangat tinggi. Radikal yang tidak stabil dan sangat reaktif ini mengoksidasi hampir semua senyawa organik terutama senyawa-senyawa tak jenuh dalam larutan. Dengan kata lain adanya radikal hidroksil ( $\cdot OH$ ) menyebabkan senyawa organik yang menempel dipermukaan juga dapat teroksidasi.

### Tahap 3

Air yang diserap secara kimia (*chemisorbed water*) akan berikatan dengan air yang dekat atau terdapat pada permukaan secara fisik (*physisorbed*)



*water*). Kandungan hidroksil ini akan mengikat  $H_2O$  dengan baik karena adanya gaya Van der Waals dan ikatan hidrogen.

Gugus hidroksil yang terbentuk ini memiliki ikatan hidrogen dan Van der Waals yang mampu menarik air sehingga air dapat teradsorb dengan baik pada permukaan katalis. Jika kandungan hidroksil bertambah maka air yang dapat diadsorb akan semakin banyak. Air yang teradsorb ini akan bereaksi dengan *holes* dan menghasilkan radikal hidroksil yang bertambah jumlahnya seiring dengan meningkatnya kandungan hidroksil katalis. Seiring peningkatan jumlah air yang teradsorb maka laju rekombinasi elektron dan *hole* pada permukaan katalis akan berkurang. Hal ini dikarenakan *hole* tersebut akan bereaksi dengan air sedangkan elektron akan bereaksi dengan  $H^+$ . Dengan berkurangnya laju rekombinasi maka aktivitas katalis akan meningkat.

#### **Tahap 4**

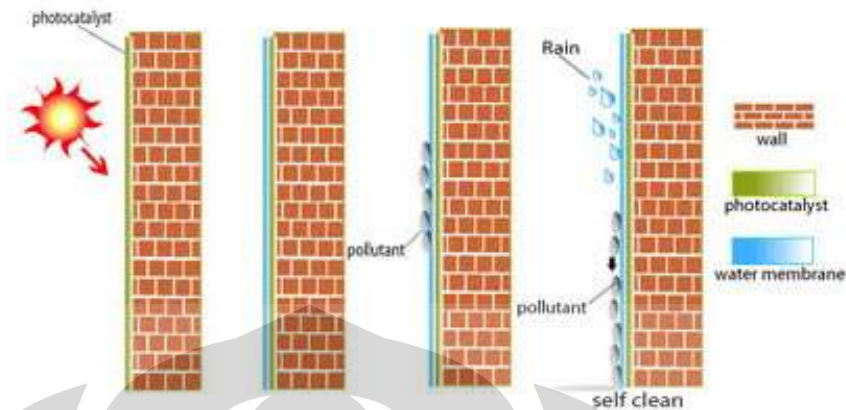
Air yang diserap secara fisis (*Physisorbed water*) berdifusi ke dalam  $TiO_2$  melalui permukaan dan ikatan air akan membentuk *multilayer* dan mulai stabil. Dengan begitu permukaan yang dilapisi katalis menjadi hidrofilik.

### **2.9.3 Aplikasi Sifat Hidrofilik**

Aplikasi yang paling banyak dalam penerapan sifat hidrofilik dari  $TiO_2$  ialah untuk swa-bersih dan anti kabut.

#### **a. Swa bersih**

Kebanyakan dinding ataupun permukaan diluar ruangan biasanya mudah berdebu dimana debu tersebut bisa berasal dari buangan kendaraan bermotor yang mengandung komponen berminyak. Ketika permukaan-permukaan tersebut dilapisi oleh fotokatalis maka kotoran yang menempel akan terbawa oleh air saat hujan dan menjaga agar permukaan tersebut tetap bersih.

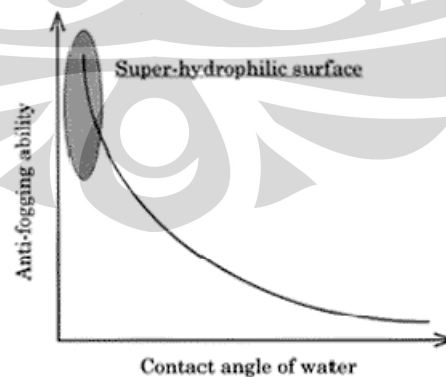


Gambar 2. 12. Aplikasi TiO<sub>2</sub> untuk swa – bersih ([www.greenmillennium.com/tio2eff1.htm](http://www.greenmillennium.com/tio2eff1.htm))

Dari Gambar 2. 12 dapat dilihat bahwa dinding yang dilapisi TiO<sub>2</sub> akan bersih dengan sendirinya. Kotoran dan polutan tidak akan merusak permukaan dinding dan akan tersapu bersih ketika hujan atau disemprot air.

#### b. Anti Kabut

Uap pada kaca atau gelas dapat dengan mudah terbentuk karena kandungan air di udara didinginkan sehingga terbentuk tetes embun dipermukaan benda tersebut. Dengan adanya lapisan yang bersifat super hidrofilik maka air tidak akan terbentuk dalam bentuk tetesan akan tetapi langsung membasahi atau menyebar secara rata pada permukaan. Keterkaitan sifat anti kabut dan sudut kontak dari air dapat dilihat pada Gambar 2. 13.



Gambar 2. 13. Hubungan kemampuan anti kabut dan sudut kontak dari air (Licciulli, 2002)



## 2.10 HUBUNGAN ANTARA FOTOKATALISIS DAN HIDROFILISITAS

Komposisi dan proses pembuatan film  $\text{TiO}_2$  akan mempengaruhi suatu permukaan dimana permukaan tersebut dapat memiliki sifat fotokatalitik yang baik tetapi kekurangan sifat hidrofilik. Sifat hidrofilik memiliki hubungan yang dekat dengan sifat fotokatalitik untuk menghilangkan atau membersihkan substansi organik dari permukaan film.

Efek sinergis dari sifat fotokatalitik dan hidrofilik dapat dijelaskan sebagai berikut. Karena semakin banyak gugus  $\cdot\text{OH}$  yang dapat diadsorb oleh permukaan karena sifat hidrofilik maka aktivitas fotokatalitik akan semakin meningkat sehingga hidrofilisitas dapat memperbaharui sifat fotokatalitik. Selain itu permukaan film dapat mengadsorb senyawa-senyawa pengotor yang cenderung merubah sifat hidrofilik menjadi hidrofobik. Fotokatalis dapat mendekomposisi senyawa organik sehingga dapat memulihkan hidrofilisitas. Dengan kata lain fotokatalisis dapat memperbaiki hidrofilisitas dan menjaga karakteristiknya untuk waktu yang relatif lama.

## 2.11 NANOTEKNOLOGI

Nanoteknologi merupakan kata gabungan yang menunjukkan terhadap material ataupun peralatan yang beroperasi pada ukuran nano. Dalam sistem metrik, “nano” sebanding dengan sepemiliyat sehingga satu nanometer sama dengan  $1/1000000000$  meter. Nanoteknologi merupakan wacana yang sedang diminati saat ini karena karakteristiknya yang mencakup seluruh cabang ilmu pengetahuan baik fisika, kimia, biologi ataupun farmasi.

Penerapan nanoteknologi pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan sifat fotokatalitiknya secara signifikan. Dalam skala nano, tidak hanya luas permukaan partikel  $\text{TiO}_2$  yang meningkat secara drastis tetapi juga menunjukkan efek-efek lain pada sifat-sifat optik dan kuantum yang dapat meningkatkan kinerja material tersebut. Dengan semakin kecilnya ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  maka potensial redoks akan semakin meningkat dan mengakibatkan laju reaksi fotokatalitik juga akan meningkat.



Untuk mendapatkan nanomaterial maka perlu dilakukan beberapa usaha. Salah satu hal yang perlu diperhatikan bahwa metode sintesis material yang digunakan sangat menentukan karakteristik material yang dihasilkan. Misalkan dengan menggunakan metode hidrosintesis maka dapat dihasilkan material dengan ukuran 1-10 nm. Cara lain yang digunakan ialah dengan metode sol-gel seperti yang telah dijelaskan sebelumnya. Disamping itu penambahan aditif seperti PEG dapat mengarahkan terbentuknya nano TiO<sub>2</sub> (Liu, 2000)

## 2.12 KARAKTERISASI KATALIS

Karakterisasi katalis dilakukan untuk mengetahui data spesifik dari katalis TiO<sub>2</sub> yang terbentuk. Karakterisasi katalis yang dilakukan pada penelitian ini adalah XRD untuk menentukan struktur, komposisi, dan ukuran kristal katalis, BET untuk menghitung luas permukaan dan ukuran pori, FTIR untuk menganalisa keadaan ikatan kimia antar molekul katalis, SEM untuk analisis morfologi permukaan katalis, ketebalan film, dan ukuran partikel dan DRS untuk mengetahui daya absorpsi katalis terhadap sinar dan menghitung energi pita fotokatalis.

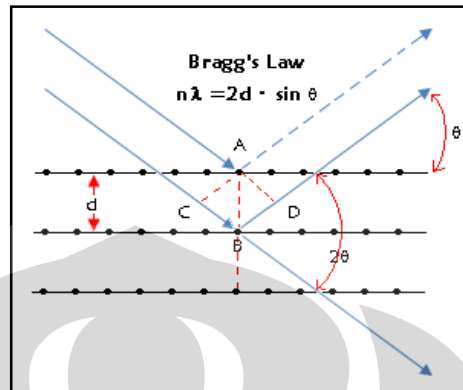
### 2.12.1 Karakterisasi XRD (*X-ray Diffraction*)

Tujuan karakterisasi dengan menggunakan XRD ialah untuk menganalisa struktur kristal serta ukuran partikel pada setiap fasa (Su,2004). Prinsip kerja karakterisasi ini ialah berdasarkan difraksi yang disebabkan adanya hubungan fasa tertentu antara dua gerak gelombang atau lebih sehingga paduan gelombang tersebut dapat saling menguatkan. Atom-atom dalam zat padat juga dapat menghamburkan sinar X ketika sinar X jatuh pada kristal, sehingga akan terjadi hamburan ke segala arah. Sinar X yang terhambur akan bersifat koheren sehingga saling menguatkan atau saling melemahkan.

Atom-atom dalam kristal dapat dipandang sebagai unsur yang dapat membentuk susunan bidang datar yang masing-masing mempunyai jarak karakteristik antara bidang-bidang komponennya. Bidang-bidang ini



dinamakan bidang Bragg yang merupakan nama penemu pertama difraksi sinar X. Gambar 2. 14. dibawah ini memperlihatkan pola difraksi sinar X.



Gambar 2. 14. Pola difraksi sinar X (www.quantachrome.com)

Hasil pengukuran XRD ini berupa harga intensitas dan nilai panjang celah pada sudut  $2\theta$  tertentu. Berdasarkan hukum Bragg, maka didapatkan (Suryanarayana & Norton, 1998):

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (2.20)$$

dimana:

$\lambda$  = panjang gelombang dari berkas sinar X yang tergantung dari tabung anoda dari generator penghasil sinar X yang dipakai

$n$  = bilangan bulat yang menyatakan fasa dimana fraksi menghasilkan terang

$d$  = lebar celah

$\theta$  = sudut pengukuran (sudut difraksi, °)

Setiap unsur atau senyawa memiliki harga lebar celah ( $d$ ) dan intensitas yang spesifik. Berdasarkan sifat ini, maka XRD dapat dipakai untuk menguji suatu zat secara kualitatif untuk mengetahui struktur dari film katalis  $\text{TiO}_2$  dengan mencocokkan pola intensitas sampel dengan pola intensitas standar yang ada.

Persentase rutil pada sampel dapat diestimasi dari intensitas *peak* hasil XRD dengan menggunakan persamaan berikut:

$$X = \left( 1 + \frac{0.8 I_A}{I_R} \right)^{-1} \quad (2.21)$$

dimana:





X = fraksi berat rutil dalam serbuk katalis

$I_A$  dan  $I_R$  = intensitas X-Ray dari puncak anatase dan rutil (a.u.)

Sedangkan ukuran kristal dapat ditentukan dengan persamaan berikut (Suryanarayan, 1998):

$$L = \frac{K\lambda}{(\beta \cos\theta)} \quad (2.22)$$

dimana:

L = ukuran kristal (nm)

$\lambda$  = panjang gelombang radiasi sinar X (Cu  $K_\alpha$ =0.15418 nm)

K = 0.89

$\beta$  = lebar setengah puncak gelombang tertinggi (rad)

$\theta$  = sudut pengukuran

#### 2.14.2 Karakterisasi BET

Tujuan utama dari karakterisasi ini ialah untuk mengukur luas permukaan katalis. Luas permukaan katalis yang terukur merupakan luas permukaan total dari katalis tersebut. Jika suatu gas dialirkan pada suatu permukaan logam bersih pada kondisi cair jenuhnya, maka sebagian gas tersebut akan menempel (terkondensasi) pada permukaan logam dan membentuk lapisan. Adanya gaya pengikat antara permukaan logam dan lapisan gas yang lemah yaitu gaya Van der Waals akan menimbulkan penyerapan secara fisika (*physical adsorption*) pada katalis. Pada fenomena ini, ikatan antara logam dan gas dapat diputuskan dengan mudah.

Pengukuran luas permukaan dengan metode BET dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu satu titik (*single point*) dan beberapa titik (*multi point*). Pengukuran satu titik dilakukan bila profil *isotherm* telah diketahui dan dilaksanakan pada suatu nilai tekanan parsial adsorbat dimana profil *isotherm*nya linier. Sedangkan pengukuran beberapa titik dilakukan jika profil *isotherm*nya belum diketahui, sehingga dilakukan variasi tekanan parsial adsorbat pada rentang  $0.05 < (P/P_0) < 0.35$ . Bila adsorbat yang digunakan



adalah gas nitrogen, maka nitrogen cair digunakan sebagai media pendinginnya.(Farida, 2003)

### 2.14.3 Karakterisasi FTIR

Spektroskopi inframerah adalah salah satu metode karakterisasi struktur yang memberikan informasi berdasarkan ikatan yang terdapat pada suatu sampel. Berdasarkan pada teori-teori molekul yang ada, didapat kesimpulan bahwa hampir semua senyawa yang memiliki ikatan kovalen, baik organik maupun anorganik, menyerap berbagai panjang gelombang radiasi elektromagnetik di daerah spektrum infra merah, pada daerah panjang gelombang 2.5 sampai 15  $\mu\text{m}$ . Prinsip kerja FTIR adalah energi sinar infra merah yang diemisikan dari sumber dan berjalan melalui bagian optik dari spektrofotometer.

Gelombang sinar kemudian melewati *interferometer* dimana sinar dipisahkan oleh *beamsplitter*. Limapuluh persen (50%) dari intensitas sinar akan dipantulkan menuju cermin dengan posisi tetap dan sisanya menuju cermin bergerak. Kemudian sinar yang dikembalikan dari tiap cermin berbalik ke *beamsplitter* dimana sebagian sinarnya dikembalikan ke sumber inframerah dan sebagian lagi diarahkan ke ruang sampel. Setelah itu panjang gelombang tersebut akan diproses hingga menghasilkan suatu *interferogram* yaitu suatu daerah waktu yang menggambarkan pola interferensi. Kemudian *Analog Digital Converter* (ADC) mengubah pengukuran tersebut menjadi suatu format digital yang dapat digunakan oleh komputer. Pada uji FTIR ini, pembuatan sampel dilakukan melalui teknik pembuatan *pellet* KBr.

### 2.14.4 Karakterisasi SEM (Scanning Electron Microscopy)

Karakterisasi SEM ini berguna untuk mengetahui struktur permukaan (morfologi), porositas serta ketebalan suatu spesimen. Prinsip dasar proses ini adalah dengan menembakkan elektron ke permukaan spesimen yang ingin dianalisis. Penembakan elektron tersebut menghasilkan sinyal berupa



transmisi elektron yang akan memberikan kondisi gambar dari daerah spesimen yang ditembakkan.

Bentuk transmisi elektron tersebut ada yang menyebar sehingga mampu menampilkan gambar yang terang. Ada juga transmisi elektron yang penyebarannya tidak elastis (elektron difraksi) sehingga menghasilkan gambar yang gelap. Untuk transmisi elektron yang penyebarannya tidak elastis masih dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan gambar dengan menggunakan alat tambahan berupa *electron spectrometer* yang digunakan untuk membuat gambaran energi dan spektra elektron. Prinsip kerja dari SEM hingga menghasilkan gambar dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Elektron ditembakkan dengan kecepatan dibawah 100 kV difokuskan pada spesimen dengan menggunakan dua lensa kondensasi dan lensa objektif.
2. Hasil tembakan tersebut kemudian di pindai dengan menggunakan dua kawat *scanning* dan transmisi elektron, lalu kemudian direkam dengan menggunakan dua rekorder yang terpisah dimana masing-masing rekorder memiliki fungsi sebagai berikut:
  - Rekorder utama mengumpulkan transmitan yang menyebar dan transmitan yang penyebarannya tidak elastis pada sudut rendah.
  - Rekorder kedua merupakan rekorder *annular* yang berfungsi untuk melewatkan elektron yang tidak menyebar dan mengumpulkan elektron difraksi.
3. Gambar secara simultan akan terbentuk dari masing-masing posisi penembakan pada spesimen berdasarkan transmitan elektron yang direkam masing-masing rekorder dan sesuai dengan kawat *scanning* pada kolom. Gambar tersebut selanjutnya ditampilkan pada dua tabung perekam *cathode-ray*.
4. Setelah gambar terbentuk, kemudian penjelasan gambar akan diberikan oleh CRT *screen area* terhadap area yang dipindai jika terdapat spesimen didalamnya.

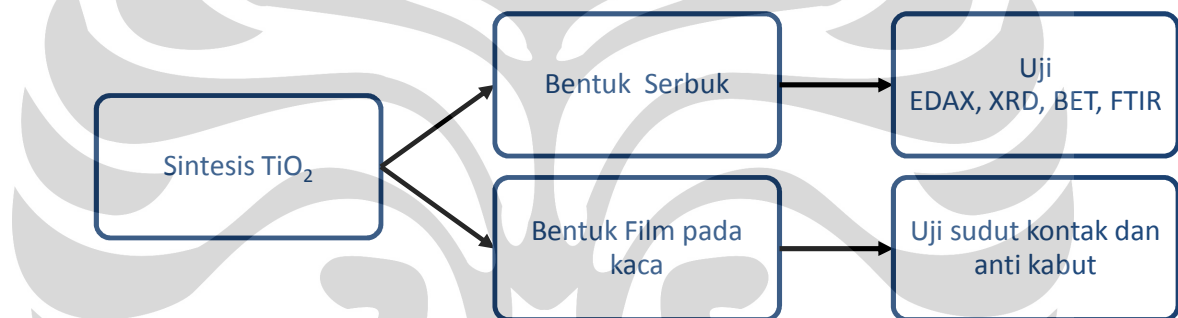


## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 DIAGRAM ALIR PENELITIAN

Penelitian ini diawali dengan tahap sintesis nano material  $\text{TiO}_2$  dan preparasi serta pelapisan sol  $\text{TiO}_2$  kemudian diikuti dengan karakterisasi dan akhirnya uji kinerja nanomaterial  $\text{TiO}_2$ . Skemanya ialah sebagai berikut:



Gambar 3. 1. Diagram Alir Penelitian

#### 3.2 LOKASI PENELITIAN

Aktivitas utama riset ini akan dilakukan di Laboratorium Rekayasa Reaksi Kimia, Departemen Teknik Kimia, Universitas Indonesia, Depok. Beberapa pengujian akan dilakukan ditempat lain, seperti karakterisasi XRD di Teknik Metalurgi FTUI, karakterisasi DRS di Fisika MIPA UI, dan pengukuran sudut kontak di Lab BATAN Pasar Jum'at.



### 3.3 PERALATAN

#### 3.3.1 Peralatan Sintesis Nanomaterial TiO<sub>2</sub>

- Breker glass 250 ml, 500 ml dan 100 ml
- Gelas ukur
- Corong
- Spatula
- Pipet tetes
- Alat pemusing (spin coating)
- Stop watch
- Cawan porselin
- Hot plate magnetic stirrer

#### 3.3.2 Peralatan Karakterisasi Katalis

- BET
- EDAX
- XRD
- FTIR

#### 3.3.3 Peralatan Uji Aktifitas dan Analisa Produk

- Lampu UV
- Pengukur sudut kontak

### 3.4 BAHAN PENELITIAN

#### 3.4.1 Bahan Sintesis Nanomaterial TiO<sub>2</sub>

- TiCl<sub>4</sub>
- Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>
- Polyethylene glycol 2000
- Air demineral
- HNO<sub>3</sub> 65%



### 3.4.2 Bahan Karakterisasi Katalis

- $\text{TiCl}_4$
- $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- Polyethylene glycol 2000
- Air demineral
- $\text{HNO}_3$  65%
- Kaca preparat

### 3.4.3 Bahan Uji Aktifitas dan Analisa Produk

- Penyemprot air
- Air

## 3.5 PROSEDUR PERCOBAAN

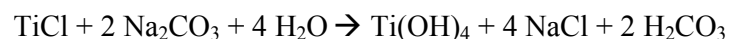
Langkah-langkah yang akan dilakukan dalam penelitian ini ialah sebagai berikut:

### 3.5.1 Sintesis nanomaterial $\text{TiO}_2$

Sintesis ini bertujuan untuk mendapatkan kristal anatase  $\text{TiO}_2$  dengan ukuran partikel nano (lebih kecil dari 20 nm).  $\text{TiO}_2$  akan disintesis dengan menggunakan metode sol gel pada suhu rendah dengan bahan dasar yang digunakan ialah titanium klorida ( $\text{TiCl}_4$ ) sebagai prekursor  $\text{TiO}_2$ , serta PEG 2000 sebagai bahan aditif. Tahapan lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 3.2 dan Gambar 3.3.

Penjelasan dari Gambar 3.2 secara rinci ialah sebagai berikut:

1. 50 ml  $\text{TiCl}_4$  dalam beaker glass diletakkan dalam ember kecil yang telah berisi es batu. Es batu berfungsi untuk menyerap kalor yang dilepaskan oleh reaksi:



25 mL larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0.5 M ditambahkan tetes demi tetes ke dalam larutan  $\text{TiCl}_4$  sambil diaduk secara manual sampai terbentuk sol  $\text{Ti}(\text{OH})_4$ .



2.  $\text{Ti(OH)}_4$  yang didapatkan kemudian dicampur dengan 208.3 mL  $\text{HNO}_3$  40% sehingga terbentuk larutan  $\text{Ti(NO}_3)_4$ .
3. Larutan  $\text{Ti(NO}_3)_4$  kemudian dicampur dengan PEG 2000 (1x, 3x dan 4x massa  $\text{TiO}_2$  yang mungkin terbentuk) dan dipanaskan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 15 menit sehingga terjadi ikatan antara  $\text{Ti(NO}_3)_4$  dan PEG.
4. Setelah pemanasan maka didiamkan dengan variasi 16 jam dan 68 jam sehingga terbentuk. Dan setelah dipanaskan pada suhu  $60^\circ$  selama 15 menit, maka akan terbentuk sol.
5. Setelah pemanasan dilanjutkan dengan pendinginan sehingga terbentuk gel.
6. Gel kemudian dipisahkan dengan dekantasi dan ditambahkan air untuk pencucian.
7. Gel dipanaskan selama 5 jam pada suhu  $50^\circ\text{C}$  sehingga terbentuk serbuk.
8. Serbuk kemudian dipanaskan kembali pada suhu  $100^\circ\text{C}$ .

Untuk pembuatan katalis dalam bentuk film, PEG dilarutkan dengan air terlebih dahulu lalu dicampur dengan larutan  $\text{Ti(NO}_3)_4$ . Campuran kemudian dilapisi pada permukaan kaca dengan cara *spin coating*.

Kaca diputar dengan kecepatan 380 rpm, sol  $\text{Ti(OH)}_4$  sebanyak 3 mL dituangkan di atas kaca. Agar lapisan katalis yang terbentuk homogen dan memiliki kekuatan yang cukup maka pemutaran dibiarkan selama 2 menit sejak penuangan campuran. Untuk pelapisan berikutnya dilakukan hal yang sama yaitu dengan menuangkan kembali sol  $\text{Ti(OH)}_4$  dan membiarkan perputaran selama 2 menit sejak penuangan. Hal ini dilakukan berulang-ulang sesuai dengan jumlah lapisan yang diinginkan. Setelah dilapiskan pada kaca, maka dilanjutkan ke langkah (4) di atas.



**Gambar 3. 2 Diagram Alir Pembuatan Serbuk TiO<sub>2</sub>**





**Gambar 3. 3. Diagram Alir Pembuatan Film TiO<sub>2</sub> pada Kaca**



### 3.5.1.1 Variabel bebas (utama)

- Komposisi PEG (1x, 3x, 4x massa)
- Variasi waktu pendinginan (16 jam dan 68 jam)
- Variasi waktu pemanasan vakum (3 jam dan semalaman (12 jam))
- Variasi kondisi pemanasan (vakum dan atmosferik)

### 3.5.1.2 Variabel terikat

- Ukuran kristal/partikel dan ukuran pori (XRD, BET)
- Luas permukaan dan ukuran pori (BET)
- Jenis ikatan (FTIR)
- Struktur dan komposisi kristal  $\text{TiO}_2$  (XRD)

## 3.5.2 Karakterisasi nanomaterial $\text{TiO}_2$

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari material yang telah dipreparasi. Data hasil karakterisasi katalis dapat digunakan sebagai parameter keberhasilan preparasi fotokatalis dan sebagai bahan optimasi fotokatalis. Karakterisasi yang dilakukan terdiri dari:

- BET untuk menghitung luas permukaan dan ukuran pori
- XRD untuk menentukan struktur, komposisi, dan ukuran kristal katalis
- FTIR untuk menganalisa keadaan ikatan kimia antar molekul katalis
- EDAX untuk mengetahui komposisi katalis.

### 3.5.2.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari serbuk katalis  $\text{TiO}_2$  dengan mengetahui *peak-peak* sampel dan dibandingkan dengan *peak-peak* standar. Hal ini sangat penting untuk diketahui mengingat bahan katalis utama yang dipakai bukan merupakan  $\text{TiO}_2$  murni, maka untuk mengetahui apakah bahan ini telah sempurna membentuk  $\text{TiO}_2$  maka karakterisasi ini dilakukan. Karakterisasi ini



dilakukan di Laboratorium Metalurgi Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok dengan menggunakan Philips Analytical X-Ray B.V dengan jenis diffraktor berupa PW1710 dan anode Cu.

Sampel yang dianalisa adalah katalis serbuk dengan variasi PEG (1x, 3x, dan 4x massa  $\text{TiO}_2$ ), variasi waktu pendinginan untuk PEG 4x massa, dan variasi kondisi pemanasan untuk PEG 4x massa. Serbuk  $\text{TiO}_2$  dilapiskan pada kaca preparat dengan ukuran 2 x 1 cm. Kemudian dilakukan analisa dengan menggunakan X-Ray Cu  $K\alpha$  dengan tabung Cu, tegangan 40 kV, kuat arus 30 mA dan jangkauan difraksi ( $2\theta$ )=  $20$ - $55^\circ$  dengan kecepatan  $0.01^\circ/\text{sekon}$ .

Proses pengujian dengan XRD ialah sebagai berikut:

- Sampel serbuk  $\text{TiO}_2$  dengan berbagai variasi PEG dipadatkan hingga membentuk lempengan lingkaran dengan diameter sekitar 2 cm dengan menggunakan alat press bertekanan  $400$ - $500 \text{ kgf/cm}^2$  sehingga dapat diletakkan dengan tegak pada tabung Cu dan tidak jatuh berserakan.
- Setelah sesuai dengan persyaratan, maka pengujian sampel dilakukan dengan diawali oleh penembakan sinar X-Ray yang dipancarkan kembali oleh sampel yang ada dan hasil pemancarannya tersebut akan dideteksi oleh detector yang bergerak mengelilingi sampel sesuai dengan jangkauan sudut yang ditentukan yaitu  $20^\circ$ - $55^\circ$ .
- Hasil pemancaran yang telah terdeteksi tersebut kemudian dikonversi oleh komputer menjadi grafik antara intensitas dan lebar celah dimana grafik tersebut identik untuk setiap struktur kristal yang terbentuk. Bentuk grafik yang terbentuk kemudian dicocokkan dengan pola grafik standar yang bentuknya mendekati dengan data yang diperoleh, kemudian akan didapatkan struktur kristal yang sesuai dengan data.



### 3.5.2.2 Karakterisasi EDAX

Model alat EDAX yang digunakan ialah EDAX LEO 420i yang dilakukan pada kondisi operasi tegangan 12-15 kV dengan tekanan 10 Pa di Departemen Metalurgi FTUI untuk mengetahui komposisi senyawa penyusun pada katalis. Adapun tahapan dalam pengujian EDAX ialah sebagai berikut:

- Karakterisasi diawali dengan pembuatan katalis serbuk  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk jika reaksi sempurna.
- Sampel kemudian dimasukkan kedalam alat pelapisan Pt-Au dengan merk Polaron SC 7610 selama  $\pm 3$  jam dengan tujuan agar sampel menjadi konduktor sehingga dapat memancarkan kembali elektron yang nantinya ditembakkan.
- Sampel yang telah menjadi konduktor kemudian dimasukkan kedalam alat EDAX dengan mengalami proses vakum terlebih dahulu selama  $\pm 15$  menit. Tujuan pemvakuman ini agar tabung EDAX dan sampel yang didalamnya terbebas dari pengaruh kontaminan dan udara luar sehingga pemancaran kembali elektron yang ditembakkan menjadi fokus dan tidak ikut teruraikan oleh kontaminan lain.
- Pancaran elektron yang berasal dari sampel kemudian akan dideteksi oleh detektor dan dikonversi oleh komputer menjadi gambar yang dapat dianalisa. Permukaan katalis yang menonjol keluar akan membentuk gambar dengan warna yang lebih putih, sedangkan permukaan yang lebih menjorok kedalam akan membentuk gambar dengan warna yang lebih gelap. Detektor untuk analisa EDAX ini menggunakan QBSD dengan energi yang tinggi yang akan memancarkan gambar tegangan dengan azas *Canon*.



### 3.5.2.3 Karakterisasi BET

Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui luas permukaan katalis  $\text{TiO}_2$  serbuk, terutama dengan penambahan luas permukaan akibat permukaan pori pada penambahan PEG dan variasi waktu pemanasan dan pendinginan. Karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan Micromeritics Instrument Corporation.

Adapun prosedur penggunaan alatnya ialah sebagai berikut:

- Pertama kali sampel ditimbang beserta cell dan sticknya. Sampel kemudian dimasukkan ke dalam cell sampel, lalu stick dimasukkan. Selanjutnya sampel dipasangkan pada degasser mengikuti prosedur. Tujuan *degassing* ialah menghilangkan pengotor yang terdapat pada sampel.
- Untuk menganalisa sampel. Sel sampel dipasang pada unit micromeritic, kemudian gas helium dan  $\text{N}_2$  dipasang pada tekanan 60 kPa dan  $\text{N}_2$  cair diisikan pada Dewar Flash untuk setiap station yang digunakan.
- Lalu menyalakan komputer dan menggunakan *software* yang sesuai. Kemudian pompa vakum dan saklar dihidupkan dan analisa luas permukaan pori padatan  $\text{TiO}_2$  akan berjalan secara otomatis yang selanjutnya akan diolah komputer yang dihubungkan langsung dengan unit Micromeritic.

### 3.5.2.4 Karakterisasi FTIR

Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium RPKA, TGP UI-FTUI dengan spektrometer FTIR model Shimadzu 8201 PC. Tahap-tahap proses karakterisasi FTIR adalah sebagai berikut:

#### a. Persiapan sampel

- 200 mg KBr diletakkan di dalam penggerus dan digerus sampai halus



- Masukkan sampel 3 mg lalu digerus hingga halus dan tercampur homogen.
- Sampel diletakkan pada cetakan sampel dan diletakkan selama 7 menit.
- Sampel yang telah berbentuk pellet siap dianalisis dengan FTIR buatan Mattson, USA, jenis *genesis sense*, 1993.

#### b. *Startup*

- Komputer dan FTIR dipasang pada sumber listrik 220 ml.
- Komputer dihidupkan dan diikuti oleh FTIR
- Membuka program *Winfirst* dan klik dua kali pada *ginbas*
- Masuk ke metode *scan*.
- Pilih metode yang diinginkan dan isi program yang dikehendaki (pada panjang gelombang 400-1200 nm, metode normal dan *high resolution*)
- Setelah selesai menjalankan program, selanjutnya disimpan dan untuk sampel lain dengan menggunakan metode yang sama, tekan *return*.

#### c. *Running Sampel*

- Sebelum *scanning*, maka layar harus di *background* (bkg) tanpa sampel. *Background* selesai setelah muncul kata *scanning done*.
- Sampel diletakkan pada tempat sampel lalu di scan, lalu ketik nama file yang ingin disimpan. Selanjutnya tekan *enter* maka grafik akan muncul secara otomatis.

#### 3.5.2.5 Variabel utama

- Komposisi PEG (1 dan 4 x massa  $\text{TiO}_2$ )
- Variasi waktu pendinginan (16 jam dan 68 jam)
- Variasi waktu pemanasan vakum (3 jam dan semalaman (12 jam))



### 3.5.2.6 Data yang diambil

- Pola difraksi sebagai fungsi sudut difraksi (XRD)
- Absorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub> sebagai fungsi tekanan parsial N<sub>2</sub> (BET)
- Absorbansi atau transmitansi sampel sebagai fungsi bilangan gelombang (FTIR).
- Sudut kontak sebagai fungsi variasi PEG (*Contact angle meter*)

### 3.5.2.7 Pengolahan data

- Komposisi kristal anatase-rutile
- Ukuran kristal anatase dan rutile
- Luas permukaan material

## 3.5.3 Uji Kinerja Nanomaterial TiO<sub>2</sub>

Bertujuan untuk mengetahui kinerja/aktivitas film TiO<sub>2</sub>, yang meliputi sifat fotokatalitik, sifat hidrofilik dan anti kabut. Disamping pengujian secara kuantitatif, kinerja material juga akan diuji secara kualitatif melalui pengamatan visual menggunakan kamera.

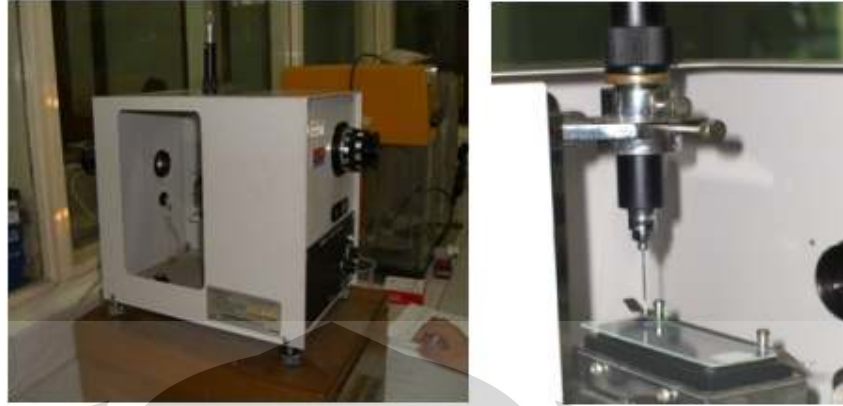
### 3.5.3.1. Metode

#### a. Pengujian Kuantitatif

Pengujian sifat hidrofilik dan anti fogging ini dilakukan dengan mengukur sudut kontak tetesan air pada permukaan film TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan *Contact Angle Meter*.

Caranya ialah dengan memasukkan air kedalam suntikan dimana diatur agar posisi suntikan benar-benar berada ditengah dan menghasilkan butiran yang sesuai. Kemudian posisi kaca diatur sedemikian rupa hingga butiran yang terbentuk berada di titik pusat ( $x,y = 0,0$ ).

Setelah posisi sesuai, maka diatur posisi pengukur agar melewati titik (0,0) dan melewati puncak tertinggi air. Sudut yang terbaca merupakan setengah dari sudut kontak.



Gambar 3. 4. Alat pengukur sudut kontak

### **b. Pengujian Anti Fogging**

Pengujian ini dilakukan dengan menyemprotkan air pada kaca yang telah dilapisi  $\text{TiO}_2$  dan meletakkan kaca tersebut di atas kertas berisi tulisan. Selanjutnya dilakukan pengamatan secara visual dan membandingkan antara hasil pembacaan tulisan pada kertas yang di atasnya terdapat kaca berlapis  $\text{TiO}_2$  dengan yang tidak berlapis  $\text{TiO}_2$ . Jika tulisan terlihat jelas pada kaca berlapis  $\text{TiO}_2$ , maka dapat disimpulkan  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan sifat hidrofilik pada permukaan kaca sehingga air yang melekat pada kaca tidak membentuk butiran tetapi membentuk lapisan.

#### **3.5.3.2. Variabel utama**

- Komposisi PEG (1x dan 4x massa  $\text{TiO}_2$ )
- Konsentrasi  $\text{TiO}_2$  (0.1 M dan 0.5 M)

#### **3.5.3.3. Pengolahan dan analisis data**

Analisis data kualitatif (gambar visual/foto) dilakukan dengan membandingkan antara uji sampel (plastik berlapis  $\text{TiO}_2$ ) dengan uji blanko (plastik tanpa film  $\text{TiO}_2$ ). Dari analisis data pada setiap variable tersebut dan didukung oleh hasil karakterisasi material (BET, FTIR,





EDAX, XRD) maka dapat dioptimasi jenis dan komposisi serta kondisi operasi/metode preparasi material fotokatalis fim yang mempunyai kinerja yang terbaik.





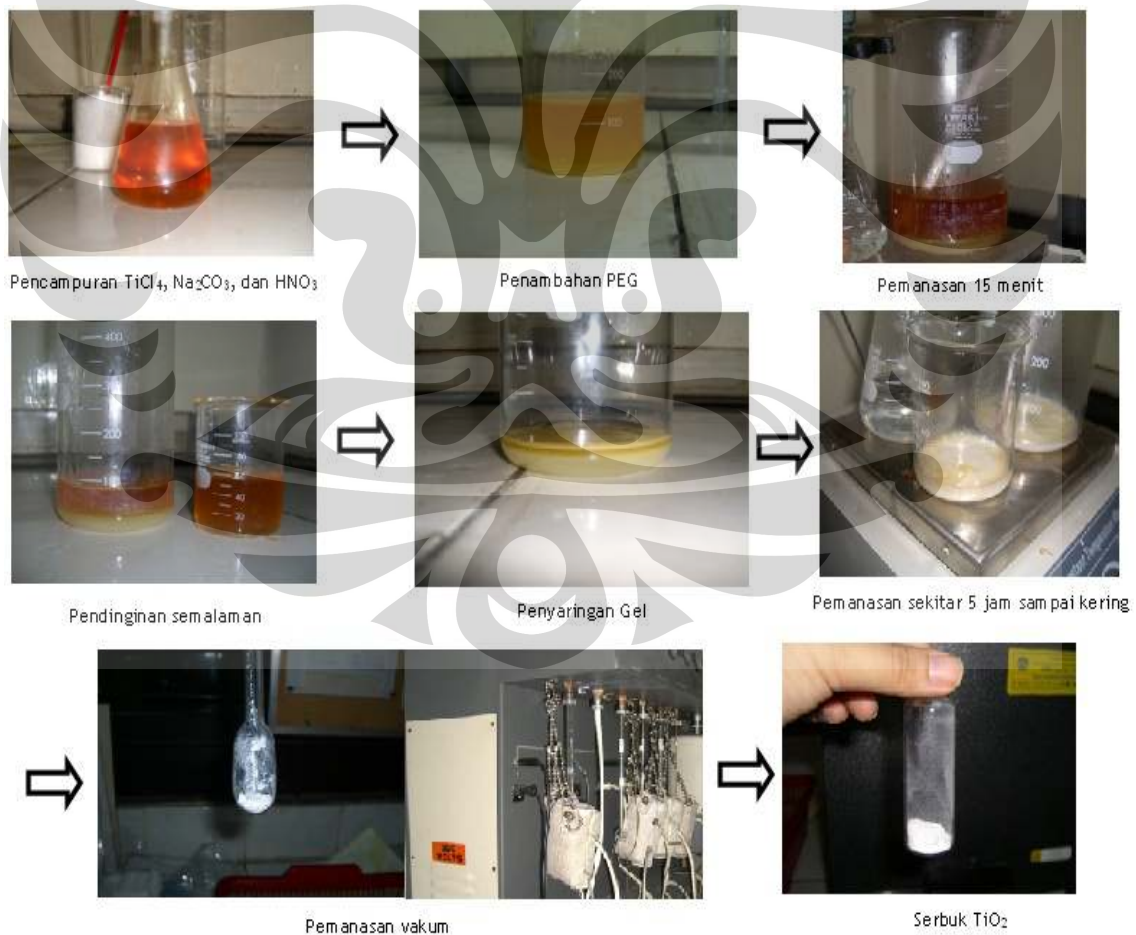
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 PREPARASI KATALIS

Preparasi katalis dilakukan meliputi pembuatan katalis  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan massa polimer PEG yang bervariasi yaitu dari 1x, 3x, dan 4x massa  $\text{TiO}_2$  dengan asumsi  $\text{TiO}_2$  terbentuk dari reaksi sempurna. Jika tidak ditambahkan PEG, maka tidak terjadi endapan sehingga tidak bisa terbentuk  $\text{TiO}_2$  pada suhu rendah.

Pengamatan setiap tahapan dapat dilihat pada gambar di bawah ini:



Gambar 4. 1. Pengamatan terhadap Percobaan



Jika tidak ditambahkan PEG, maka tidak terbentuk endapan seperti terlihat pada gambar 4.1 diatas. Selain itu dari hasil EDAX didapatkan bahwa sebagian besar serbuk sudah berupa  $\text{TiO}_2$  seperti terlihat pada Tabel 4. 1. Sedangkan grafiknya dapat dilihat pada **Lampiran 1**.

Tabel 4. 1. Hasil EDAX serbuk hasil percobaan dengan penambahan PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$

Element	% element	% atom
C	2.02	3.6
N	12.72	19.49
O	41.38	55.48
Cl	10.76	6.51
Ti	32.84	14.71

Hasil EDAX tersebut menunjukkan bahwa sebagian besar serbuk merupakan senyawa  $\text{TiO}_2$ .

## 4.2 VARIASI PEG

Dalam bervariasikan PEG, kondisi lain dijaga sama, yaitu waktu pendinginan selama 16 jam dan waktu pemanasan vakum pada suhu  $100^\circ\text{C}$  dilakukan selama 12 jam.

### 4.2.1 Pengaruh Variasi PEG terhadap Endapan Gel yang Terbentuk

Secara makro, efek penambahan PEG dalam pembuatan serbuk terlihat dari proses pembentukan endapan gel setelah melalui proses pemanasan selama 15 menit dan pendinginan semalaman. Semakin banyak PEG yang ditambahkan, maka semakin banyak gel yang terbentuk dan semakin jelas bidang batas antara gel yang terbentuk dalam campuran larutan. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar berikut ini:



Gambar 4. 2. Pengaruh variasi PEG terhadap jumlah gel yang terbentuk

Pada fenomena ini, PEG berperan membentuk ikatan dengan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  yang berbentuk gel, dimana  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  terbentuk melalui pencampuran antara  $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$  dengan PEG dan  $\text{H}_2\text{O}$  (Liu, Yang, Wang, Yang, Lu, & Wang, 2000). Sehingga semakin banyak PEG yang ditambahkan, semakin banyak gel  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -PEG yang terbentuk setelah proses pendinginan, dan semakin jelas bidang batas antara gel  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  - PEG didalam larutan.

#### 4.2.2 Pengaruh Variasi PEG terhadap Jumlah Serbuk $\text{TiO}_2$ yang Terbentuk.

Pengaruh variasi PEG terhadap jumlah serbuk  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dapat dilihat pada tabel berikut ini.

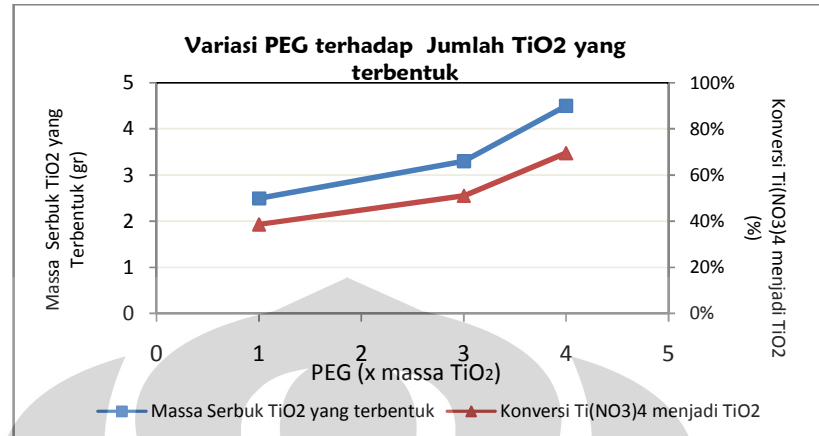
Basis massa  $\text{TiO}_2 = 0.081 \text{ mol} \times 79.91 \text{ gr/mol} = 6.47 \text{ gram}$   
 (Asumsi: reaksi sempurna)

Tabel 4. 2. Jumlah Serbuk  $\text{TiO}_2$  yang Terbentuk Akibat Variasi PEG

	PEG 1x	PEG 3x	PEG 4x
Massa PEG yang ditambahkan (gr)	6.47	19.42	25.89
Massa $\text{TiO}_2$ yang terbentuk (gr)	2.5	3.3	4.5
Konversi $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$ menjadi $\text{TiO}_2^*$	38.62%	50.98%	69.52%

- Diasumsikan reaksi pembentukan  $\text{Ti}(\text{NO}_3)_4$  berlangsung sempurna

Dari tabel diatas, maka dapat dibuat grafik sebagai berikut:



Gambar 4. 3. Grafik perubah variasi PEG terhadap jumlah TiO<sub>2</sub> yang terbentuk

Dari hasil yang ada, dapat dilihat bahwa semakin banyak PEG yang ditambahkan, maka semakin besar pula massa serbuk yang didapatkan. Hal ini bisa dijelaskan berikut. Semakin banyak PEG, maka ikatan antara PEG dan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  akan semakin banyak. Ketika dilakukan pemanasan lanjutan terhadap larutan, akan terjadi proses presipitasi dari  $\text{Ti}^{4+}$  dan akhirnya terkonversi menjadi  $\text{TiO}_2$  (Liu, Yang, Wang, Yang, Lu, & Wang, 2000).

Dengan semakin banyaknya jumlah ikatan PEG dan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , maka  $\text{Ti}^{4+}$  yang mengalami presipitasi akan meningkat, sehingga massa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk akan semakin banyak pula.

#### 4.2.3 Pengaruh Variasi PEG terhadap Ukuran dan Jenis Kristal

Dari hasil karakterisasi XRD, didapatkan bahwa semakin banyak penambahan PEG, maka ukuran kristal akan semakin kecil. Ukuran kristal yang terbentuk dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

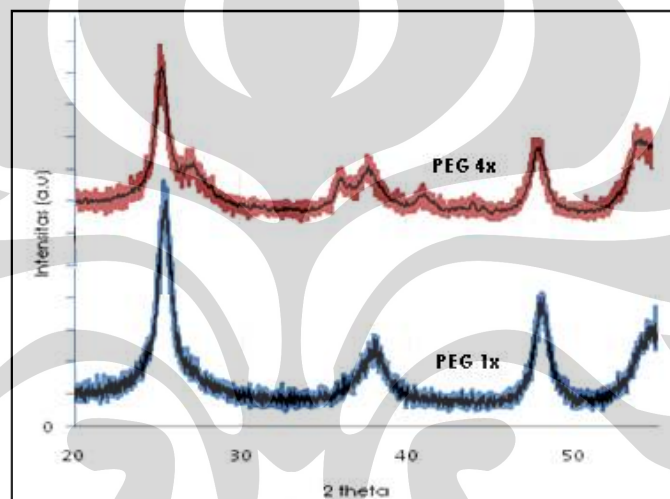
Tabel 4. 3. Pengaruh PEG terhadap Ukuran Kristal

Variasi PEG	PEG 1x	PEG 4X	PEG 4X*
Ukuran Diameter	7.9 nm	6.6 nm	5.3 nm
Fraksi rutile	0.0000	0.34	0.28

- Untuk penambahan PEG yang sama tetapi lama pendinginan yang berbeda.

Ukuran diameter Kristal yang semakin kecil seiring dengan penambahan PEG disebabkan karena PEG yang telah teradsorpsi pada partikel  $\text{TiO}_2$  akan menghalangi terjadinya penggumpalan (sintering) antar partikel (Miki, K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato, 2004). Semakin banyak PEG maka akan semakin baik penghalangan terhadap terjadinya penggumpalan sehingga ukuran diameter kristal akan semakin kecil.

Dari hasil XRD didapatkan bahwa kristal yang terbentuk sebagian besar sudah berupa anatase yang terlihat dari munculnya peak di sekitar  $2\theta=25^\circ$ . Untuk lebih jelasnya, dapat dilihat pada hasil XRD berikut ini.



Gambar 4. 4. Grafik XRD untuk PEG 1x dan PEG 4x

Akan tetapi seperti terlihat pada Gambar 4. 4, seiring dengan semakin banyak penambahan PEG fraksi rutil akan semakin banyak yang terlihat dengan adanya peak di sekitar  $2\theta=27^\circ$ . Hal ini juga dibuktikan juga dengan hasil XRD untuk jumlah PEG yang sama (PEG 4x) dengan waktu pendinginan yang berbeda dihasilkan juga fraksi rutil yang lebih banyak dibandingkan PEG 1x.

#### 4.2.4 Pengaruh terhadap Luas Permukaan

Dari hasil BET, didapatkan hasil sebagai berikut:



Tabel 4. 4. Pengaruh PEG terhadap Luas Permukaan, Total Volume, dan Diameter Pori

Variasi PEG	PEG 1x	PEG 3x	PEG 4X
Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g)	264.03	241.15	143.49
Total Volume pori (cc/gr)	0.39	0.23	0.13
Diameter pori rata-rata (A)	59.50	37.46	37.63

Hasil BET tersebut menunjukkan bahwa dengan semakin banyaknya penambahan PEG maka luas permukaan katalis yang terbentuk semakin kecil. Hal ini berlawanan dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya oleh Farida,(2001) dan Yu, et al.(1999) yang menyatakan bahwa penambahan PEG dapat meningkatkan luas permukaan katalis TiO<sub>2</sub>.

Penyebab perbedaan ini bisa disebabkan karena keterbatasan alat pemanasan vakum sehingga proses penguapan PEG tidak sempurna. Pemanasan vakum tidak dilakukan menggunakan vakum *furnace* tetapi menggunakan *degasser*, dimana serbuk dimasukkan ke dalam tabung yang kecil kemudian di vakum dan dipanaskan.

Pada penambahan PEG 1x, massa serbuk yang dipanaskan lebih sedikit sehingga dengan wadah yang sama, PEG yang menguap menjadi lebih banyak sehingga menghasilkan pori yang lebih banyak. Semakin banyak PEG yang menguap, maka diameter pori akan semakin besar sehingga volume total dan luas permukaan juga akan meningkat.

Pada PEG 4x, massa serbuk lebih banyak sehingga hanya PEG pada bagian atas saja yang mudah menguap. Dengan demikian secara rata-rata, luas permukaan tiap gramnya menjadi lebih sedikit.

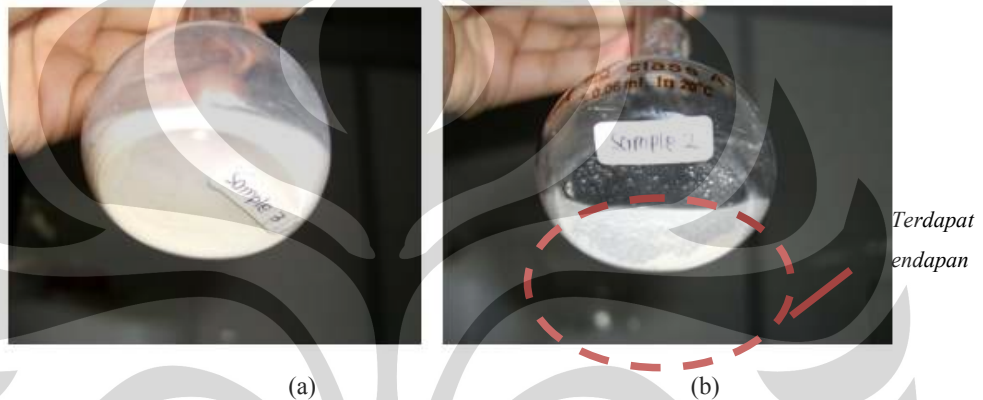
### 4.3 VARIASI LAMA PEMANASAN VAKUM 100<sup>0</sup>C

Dalam bervariasi waktu pemanasan vakum dengan suhu 100<sup>0</sup>C, kondisi lain dijaga tetap. Dimana PEG yang ditambahkan ialah 4x basis TiO<sub>2</sub>, waktu pendinginan 16 jam.

### 4.3.1 Pengaruh terhadap Kelarutan

Dengan bervariasi pemanasan vakum pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$ , akan dilihat pengaruh kelarutan serbuk yang didapat dengan air. Variasi yang dilakukan ialah pemanasan selama 3 jam seperti yang dilakukan oleh Liu (2000).

Dengan jumlah serbuk dan air yang sama, maka didapatkan perbandingan kelarutan seperti terlihat pada gambar di bawah ini.



Gambar 4. 5. Variasi Pemanasan Vakum  $100^{\circ}\text{C}$  (a) 3 jam, (b) 12 jam untuk jumlah penambahan PEG yang sama

Dari Gambar 4. 5, dapat dilihat bahwa pada pemanasan selama 3 jam, serbuk bisa dikatakan larut walaupun ada sedikit endapan. Sedangkan sampel yang dipanaskan selama 12 jam memiliki kelarutan yang lebih rendah yang ditunjukkan dari banyaknya endapan dan warna larutan yang lebih bening.

Hal ini dapat terjadi karena pada pemanasan selama 12 jam terjadi proses sintering, dimana semakin lama pemanasan proses sintering akan semakin besar terjadi yang mengakibatkan ukuran partikel membesar (Richardson, 1989). Dengan semakin besarnya ukuran partikel, maka kelarutan juga akan berkurang.

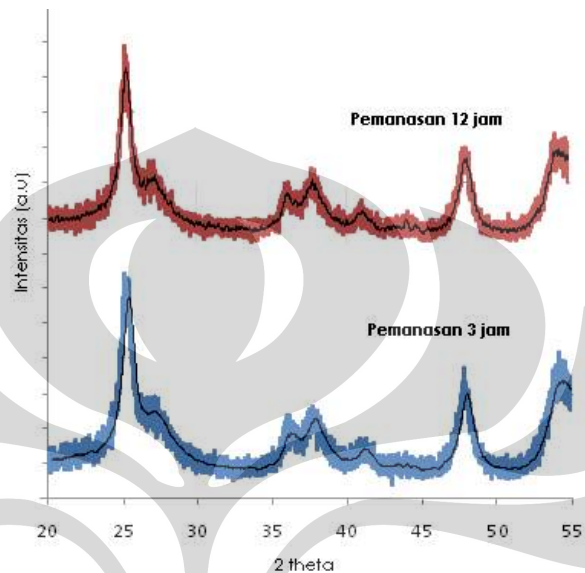
### 4.3.2 Pengaruh terhadap Ukuran Kristal

Dari hasil XRD didapatkan bahwa ukuran kristal dengan pemanasan vakum selama 3 jam atau 12 jam tidak berbeda yaitu 13,65 nm. Ini



menunjukkan bahwa lama pemanasan tidak mempengaruhi ukuran kristal yang terbentuk.

Dari grafik XRD, kita bisa membandingkan fraksi rutilite yang didapatkan hasil sebagai berikut:



Gambar 4. 6. Hasil XRD PEG 4x dengan Pemanasan Vakum selama 3 Jam dan 12 jam

Dari Gambar 4. 6 menunjukkan bahwa variasi lama pemanasan tidak terlalu merubah struktur dan ukuran kristal. Walaupun terlihat bahwa dengan semakin lama pemanasan maka fraksi rutilite akan semakin besar karena semakin banyak anatase yang berubah menjadi rutilite.

Fraksi masing-masing variasi dapat dilihat pada tabel di bawah ini:

Tabel 4. 5. Pengaruh Pemanasan terhadap Ukuran Kristal

Variasi Pemanasan vakum	3 jam	12 jam
Ukuran Diameter (nm)	6.5	6.5
Fraksi rutilite	0.32	0.34

### 4.3.3 Pengaruh terhadap Luas Permukaan dan Diameter Pori

Dengan sampel yang sama, ingin dilihat pengaruh lama pemanasan terhadap luas permukaan dan diameter pori. Hasilnya ialah sebagai berikut:

**Tabel 4. 6. Pengaruh Lama Pemanasan Vakum terhadap Luas Permukaan, Total Volume, dan Diameter Pori**

<b>Lama Pemanasan vakum</b>	<b>3 Jam</b>	<b>12 Jam</b>
<b>Luas Permukaan (m<sup>2</sup>/g)</b>	48.31	143.49
<b>Total Volume pori (cc/gr)</b>	0.11	0.13
<b>Diameter pori rata-rata (A)</b>	93.39	37.63

\* Jumlah PEG untuk masing-masing sampel ialah 4x basis TiO<sub>2</sub>

Dari Tabel 4. 6 terlihat bahwa luas permukaan dan total volume pori meningkat seiring dengan lamanya pemanasan vakum. Hal ini disebabkan karena semakin lama proses pemvakuman, semakin banyak PEG dan pengotor lain yang teruapkan sehingga banyaknya pori dan volume pori akan meningkat. Volume pori mengalami peningkatan karena dengan semakin kecilnya diameter pori, maka jumlah pori per luas tertentu akan semakin banyak sehingga volume pori akan meningkat. Dengan semakin banyaknya pori dan semakin besarnya volume pori, maka luas permukaan akan semakin besar pula.

Akan tetapi, dari Tabel 4. 6 juga terlihat bahwa diameter pori semakin kecil seiring dengan lamanya waktu pemanasan dimana seharusnya semakin lama pemanasan semakin banyak pengotor yang teruapkan sehingga diameter pori akan semakin besar. Perbedaan ini mungkin disebabkan karena diameter yang dihitung ialah diameter rata-rata. Dimana untuk pemanasan 3 jam, jumlah pori yang terbentuk hanya sedikit sehingga secara rata-rata ukuran pori lebih besar. Sedangkan pada pemanasan 12 jam, sudah banyak pori yang terbentuk, akan tetapi karena pemanasan vakum yang digunakan merupakan alat degasser dengan volume wadah yang kecil, maka pengotor kemungkinan besar kembali lagi ke sampel yang menyebabkan ukuran pori mengecil. Hal ini dibuktikan oleh banyaknya uap air dibagian dalam wadah pemanas.

#### 4.4 VARIASI WAKTU PENDINGINAN TERHADAP UKURAN KRISTAL

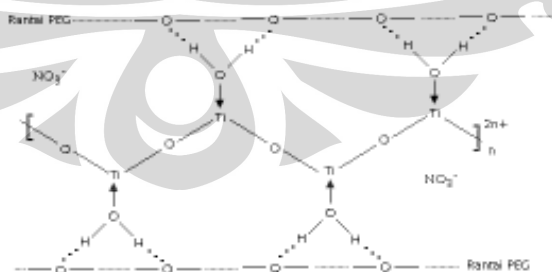
Setelah dilakukan pemanasan selama 15 menit, maka dilakukan proses pendinginan pada suhu ruang. Untuk membandingkan efek waktu pendinginan, maka kondisi yang lain, dijaga konstan. Kondisi yang tetap meliputi: PEG yang ditambahkan sebesar 4 x massa  $\text{TiO}_2$ , Pemanasan  $100^\circ\text{C}$  dilakukan pada kondisi vakum dan dengan waktu pemanasan 12 jam. Adapun pengaruh variasi waktu pendinginan pada suhu ruang ialah sebagai berikut.

Dari hasil XRD, didapatkan bahwa ukuran kristal akan semakin kecil seiring dengan semakin lamanya waktu pendinginan. Perbandingan ukuran kristal untuk variasi waktu pendinginan 16 jam dan 68 jam ialah sebagai berikut:

Tabel 4. 7. Pengaruh Waktu Pendinginan Terhadap Ukuran Kristal

Lama Pendinginan	16 Jam	68 Jam
Ukuran kristal (nm)	6.6	5.3
Fraksi rutile	0.34	0.28

Pengaruh ini disebabkan karena ikatan yang terbentuk antara PEG dan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  terjadi pada suhu rendah, dan ikatan yang terbentuk ialah ikatan hidrogen (Liu, Yang, Wang, Yang, Lu, & Wang, 2000). Bentuk ikatan yang lebih jelas dapat dilihat pada gambar berikut ini.



Gambar 4. 7. Struktur ikatan PEG dan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (Liu, Yang, Wang, Yang, Lu, & Wang, 2000)

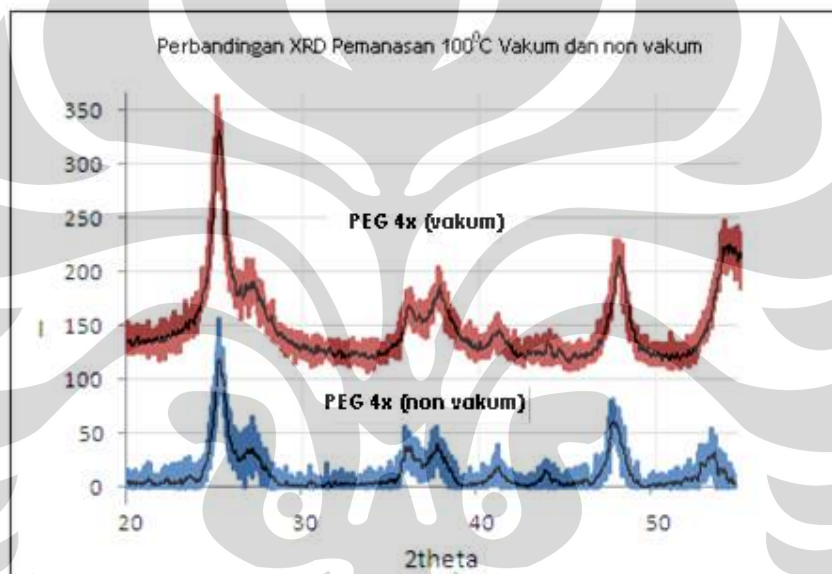
Karena ikatan antara PEG dan  $\text{TiO}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  terjadi pada suhu rendah, maka semakin lama waktu pendinginan semakin banyak ikatan yang terbentuk. Dengan semakin banyaknya ikatan ini, maka proses sintering

selama pemanasan selanjutnya akan lebih terhalangi dan pada akhirnya kristal  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk akan semakin kecil.

#### 4.5 VARIASI KONDISI PEMANASAN $100^\circ\text{C}$

Untuk mengetahui bagaimana pengaruh kondisi pemanasan  $100^\circ\text{C}$  maka dilakukan variasi pemanasan dimana kondisi lain tetap, yaitu penambahan PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$ , waktu pendinginan 16 jam dan lama pemanasan vakum 12 jam.

Dari hasil XRD didapatkan hasil sebagai berikut:



Gambar 4. 8. Hasil XRD untuk variasi kondisi pemanasan  $100^\circ\text{C}$ .

Seperti terlihat pada Gambar 4. 8, didapatkan bahwa kristal anatase bisa didapatkan walaupun dengan pemanasan pada kondisi atmosfer. Ini menunjukkan bahwa pembentukan anatase tidak dipengaruhi oleh kondisi pemanasan tetapi lebih dikarenakan penambahan PEG. Dengan kata lain, tahapan kalsinasi yang biasa digunakan untuk mendapatkan  $\text{TiO}_2$  dalam fasa anatase bisa digantikan dengan pemanasan  $100^\circ\text{C}$  dengan adanya aditif PEG.

Secara termodinamis, pembentukan kristal anatase  $\text{TiO}_2$  bisa didapatkan pada suhu rendah. Hal ini terlihat dari diagram tekanan terhadap temperatur dari kristal  $\text{TiO}_2$  seperti terlihat pada Gambar 2. 6. Dari gambar tersebut dapat



disimpulkan bahwa pada kondisi sekitar 1 atm ( $10^{-3}$ kbar), kristal anatase bisa terbentuk. Dan dari penelitian Yoo (2005) juga menunjukkan bahwa dengan pemanasan  $100^{\circ}\text{C}$  bisa terbentuk anatase walaupun jumlahnya masih sangat kecil. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada sub bab 2.5.

Jika dilihat dari ukuran kristal yang dihasilkan, maka hasilnya ialah sebagai berikut:

Tabel 4. 8. Pengaruh kondisi pemanasan terhadap ukuran kristal

Variasi Pemanasan vakum	Pemanasan Vakum	Pemanasan Non-vakum
Ukuran Diameter (nm)	6.6	9.8
Fraksi rutile	0.34	0.31

Dari Tabel 4. 8 terlihat bahwa fraksi kristal anatase pada kondisi vakum lebih kecil sedangkan fraksi rutile lebih banyak. Ini dikarenakan pada pemanasan vakum, dengan suhu  $100^{\circ}\text{C}$  maka sudah semakin banyak kristal anatase yang berubah menjadi rutil. Sedangkan pada kondisi biasa, dibutuhkan suhu yang lebih tinggi untuk mengubah anatase menjadi rutile.

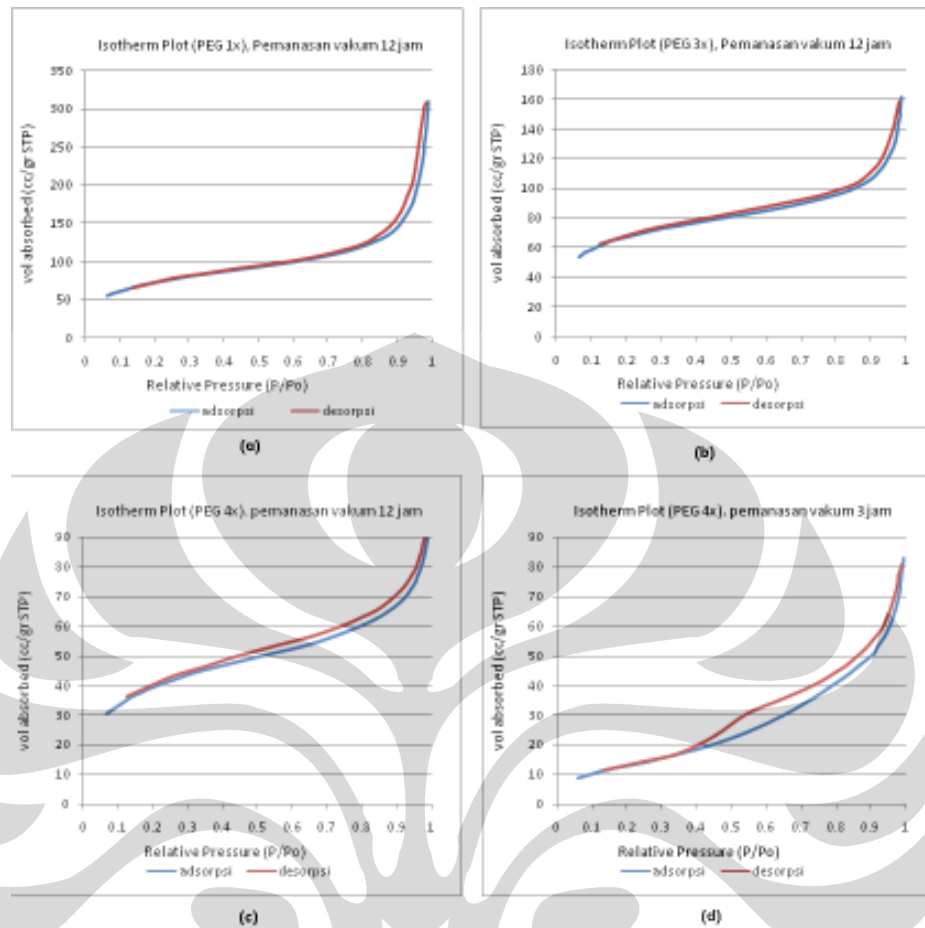
## 4.6 HASIL KARAKTERISASI

Hasil karakterisasi sebagian besar tidak dijelaskan pada sub bab sebelumnya. Akan tetapi pada sub bab ini akan dibahas lebih lanjut mengenai hasil BET yang dilihat dari bentuk pori dan ukurannya, hasil FTIR, dan uji hidrofilitas untuk aplikasi *anti fogging*.

### 4.6.1. Karakterisasi BET

Bentuk kurva untuk tiap-tiap variasi PEG dan lama pemanasan vakum dapat dilihat pada Gambar 4. 9.

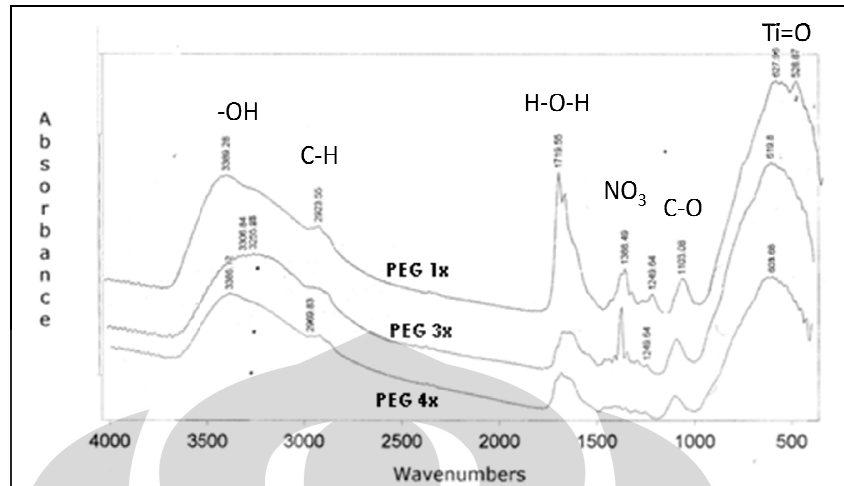
Ini menunjukkan bahwa perbedaan lama pemanasan vakum akan mempengaruhi bentuk pori. Untuk pemanasan 3 jam, bentuk pori seperti botol tinta sedangkan untuk pemanasan 12 jam bentuk pori terbuka.



Gambar 4.9. Kurva histerisis untuk variasi jumlah PEG dan waktu pemanasan vakum. (a) PEG 1x (b) PEG 3x; (c) PEG 4x; (d) Pemanasan vakum 3 jam.

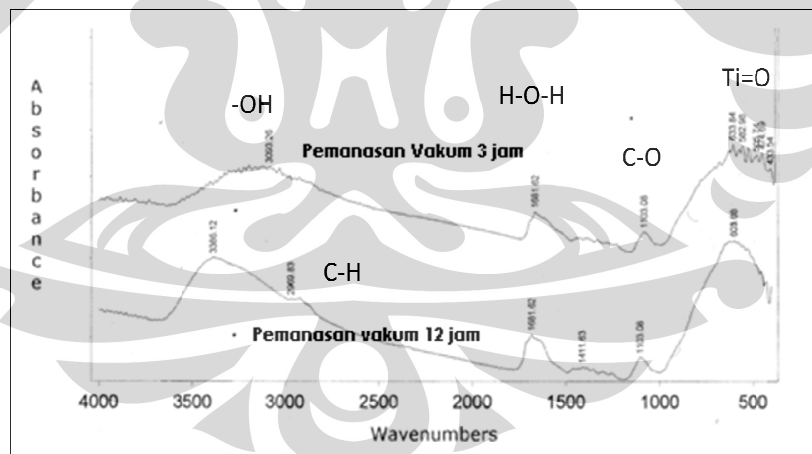
#### 4.6.2. Karakterisasi FTIR

Karakterisasi FTIR terhadap serbuk TiO<sub>2</sub> dengan berbagai variasi jumlah PEG, kondisi pemanasan, dan lama pemanasan vakum menunjukkan bahwa adanya pembentukan gugus hidroksil yang semakin banyak pada variasi PEG 1x, 3x, dan 4x. Hal ini terlihat dari meningkatnya intensitas puncak pada bilangan gelombang antara 3000-3500 cm<sup>-1</sup>. Selain itu, pada penambahan PEG 1x dan 3x terlihat munculnya peak NO<sub>3</sub> yang mengindikasikan bahwa tidak semua NO<sub>3</sub> bereaksi membentuk TiO(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O. Dengan kata lain PEG yang ditambahkan belum maksimal. Sedangkan pada penambahan PEG 4x tidak muncul peak pada daerah 1300 cm<sup>-1</sup> tersebut.



Gambar 4. 10. Hasil FTIR dengan variasi PEG

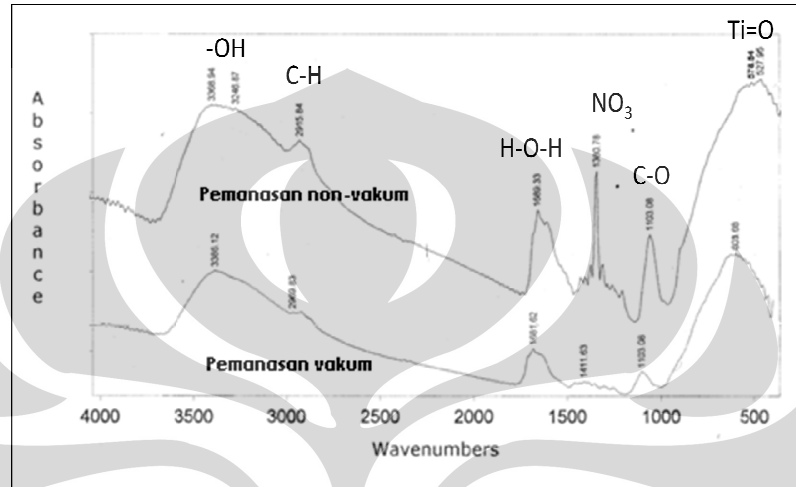
Untuk variasi lama pemanasan vakum terlihat bahwa intensitas peak pada gelombang antara  $3000\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$  lebih besar saat pemanasan selama 12 jam. Begitu juga intensitas pada gelombang antara  $1600\text{ cm}^{-1}$  (Gambar 4. 11). Dengan meningkatnya kemampuan mengabsorpsi air maka sifat hidrofil dari  $\text{TiO}_2$  akan semakin besar. Dengan kata lain semakin lama pemanasan, sifat hidrofilitas akan meningkat.

Gambar 4. 11. Hasil FTIR dengan variasi lama pemanasan vakum  $100^\circ\text{C}$ 

Pada variasi kondisi pemanasan  $100^\circ\text{C}$ , intensitas pada gelombang sekitar  $1600\text{ cm}^{-1}$  lebih besar saat kondisi non-vakum walaupun perbedaannya tidak terlalu signifikan (Gambar 4. 12). Ini menunjukkan jika hanya dilihat dari segi ikatan H-O-H, pemanasan non-vakum akan memiliki



hidrofilisitas lebih baik. Akan tetapi dari jumlah pengotornya, terlihat bahwa pada kondisi non-vakum terdapat peak pada kisaran  $1300\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus  $\text{NO}_3$  (Liu, 2000) sedangkan pada kondisi vakum tidak. Hal ini kemungkinan disebabkan pada kondisi vakum sebagian besar  $\text{NO}_3$  telah menjadi fasa uap.



Gambar 4. 12. Hasil FTIR dengan variasi kondisi pemanasan

#### 4.7 UJI KINERJA KATALIS DALAM BENTUK FILM

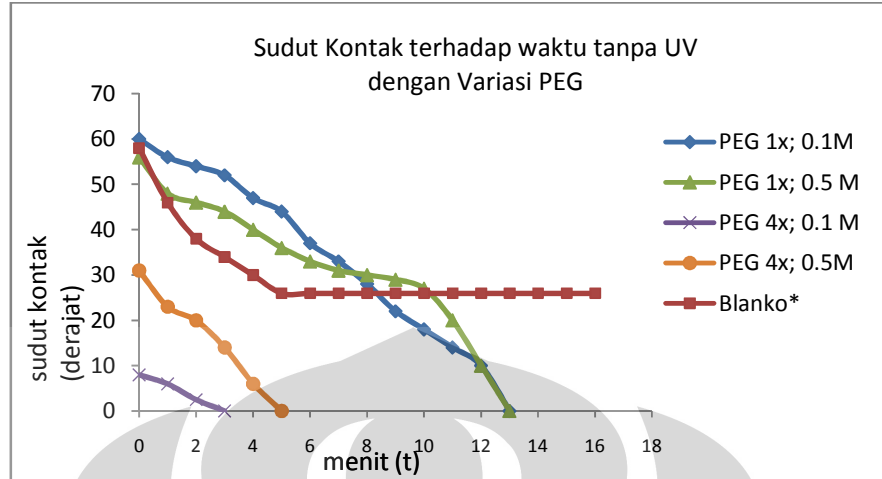
Uji aktivitas katalis dilakukan dengan menggunakan alat *contact angle meter* mengetahui sifat hidrofilik katalis.

##### 4.7.1. Pengaruh Variasi PEG

Untuk melihat bagaimana pengaruh variasi PEG terhadap penurunan sudut kontak, maka dilakukan variasi PEG 1x dan 4x massa  $\text{TiO}_2$  dengan basis  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk jika reaksi berlangsung sempurna. Selain itu divariasikan juga konsentrasi  $\text{TiO}_2$  karena saat pelapisan harus ditambahkan air agar sol tidak langsung berubah menjadi gel. Adapun konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang divariasikan ialah 0.1 M dan 0.5 M.

Dari Gambar 4. 13, terlihat bahwa kaca yang tidak dilapisi  $\text{TiO}_2$  walaupun telah disinari UV tidak mengalami penurunan sudut kontak. Hal ini disebabkan karena pada dasarnya kaca bersifat hidrofobik dimana sudut antara air dan kaca tidak akan kurang dari  $5^\circ$  dan akan terbentuk butiran-butiran air pada permukaan kaca.





Gambar 4. 13. Grafik penurunan sudut kontak akibat variasi PEG tanpa UV.

\*Data diambil dari penelitian sebelumnya . (Andani, 2006)

Dari grafik diatas terlihat bahwa tanpa menggunakan sumber cahaya UV, terjadi penurunan sudut kontak antara air dan permukaan kaca yang telah dilapisi katalis hingga mencapai  $0^0$ . Hal ini menunjukkan bahwa telah terbentuknya gugus hidroksil yang berasal dari PEG pada permukaan katalis film  $TiO_2$  pada kaca sehingga merubah sifat dasar hidrofobik kaca walaupun tanpa adanya radiasi sumber cahaya UV. Selain itu terlihat juga bahwa telah terbentuk kisi-kisi pada struktur permukaan kaca yang ditempati oleh gugus hidroksil dari air pada permukaan kaca, dimana pembentukan gugus  $-OH$  ini mampu mengurangi tegangan permukaan antara air dengan kaca (Yu, Zhao, Zhao, & Wang, 2000).

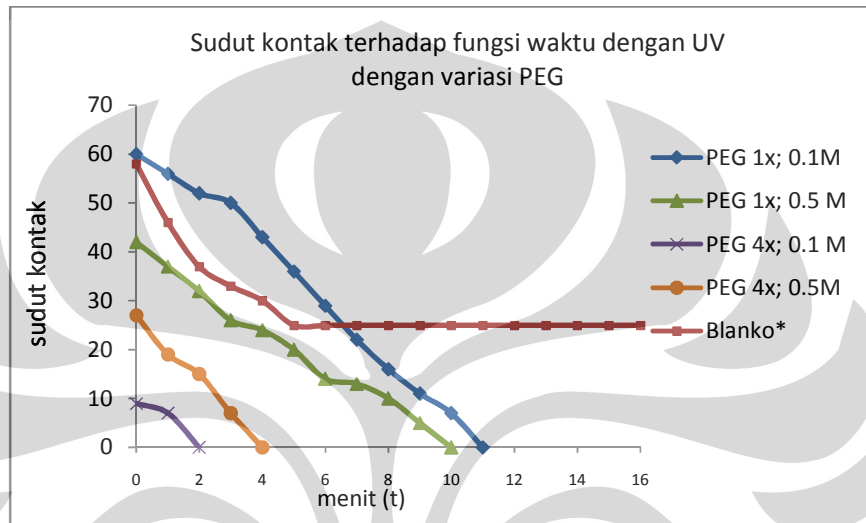
Dari grafik tersebut juga terlihat seiring kenaikan jumlah PEG, maka semakin cepat penurunan sudut kontak. Ini disebabkan semakin banyaknya PEG maka gugus hidroksil yang terbentuk akan semakin banyak. Sedangkan untuk konsentrasi  $TiO_2$  sendiri, dari grafik terlihat bahwa konsentrasi yang optimum ialah saat 0.1 M.

Pada penambahan PEG 1x terlihat bahwa semakin pekat konsentrasi  $TiO_2$ , maka sifat hidrofilik akan semakin baik. Ini disebabkan semakin besar konsentrasinya maka semakin banyak  $TiO_2$  dan PEG yang terdapat pada kaca sehingga sifat hidrofiliknya semakin baik. Akan tetapi untuk PEG 4x, pada konsentrasi 0.5 M, konsentrasi  $TiO_2$  masih sangat besar dan PEG sendiri dapat meningkatkan viskositas (Miki, K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato,



2004). Karena larutan sangat kental (*viscous*), maka akan sulit melapisi permukaan kaca secara homogen sehingga bisa terjadi kesalahan pada saat melakukan pengujian sudut kontak.

Jika menggunakan radiasi sinar UV, maka penurunan sudut kontak yang terbentuk dapat dilihat pada grafik dibawah ini:



Gambar 4. 14. Grafik penurunan sudut kontak akibat variasi PEG dengan UV

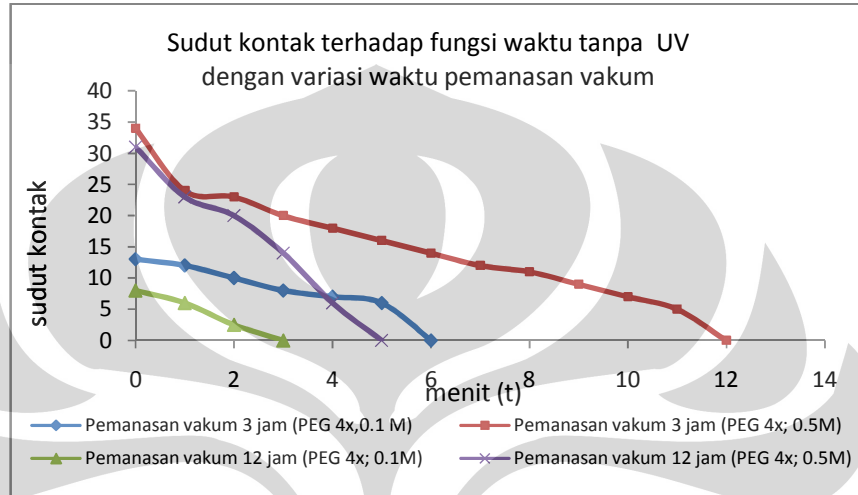
\*Data diambil dari penelitian sebelumnya (Andani, 2006).

Dari grafik pada Gambar 4. 14 diatas terlihat bahwa kecenderungan yang terjadi sama dengan sebelumnya hanya saja waktu yang dibutuhkan untuk mencapai sudut  $0^{\circ}$  lebih cepat. Hal ini dikarenakan dengan adanya sinar UV yang mengenai permukaan katalis dengan energi yang sama atau lebih besar dari celah energi (*band gap*) katalisnya maka akan menghasilkan hole dan elektron. *Hole* yang terbentuk akan mengoksidasi  $O_2^-$  yang berasal dari *bridging site oxygen* pada kristal  $TiO_2$ . Hasil oksidasi yaitu oksigen akan dilepas dan menghasilkan *oxygen vacancies*. Dengan adanya *oxygen vacancies* ini, permukaan menjadi hidrofilik karena air dapat dengan mudah mengisi kekosongan yang ada dan menghasilkan gugus OH yang teradsorpsi (Licciulli, 2002).

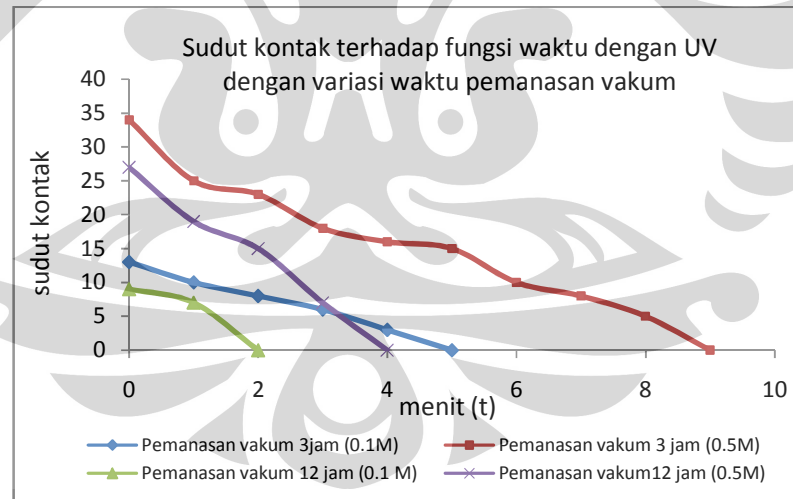


#### 4.7.2. Pengaruh Variasi Lama Pemanasan Vakum

Untuk mengetahui bagaimana pengaruh pemanasan terhadap sifat hidrofik akan dibandingkan penurunan sudut kontak yang terjadi. Adapun hasil karakterisasinya dapat dilihat pada grafik berikut ini:



Gambar 4. 15. Pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap sudut kontak (tanpa UV)



Gambar 4. 16. Pengaruh variasi waktu pemanasan terhadap sudut kontak (dengan UV)

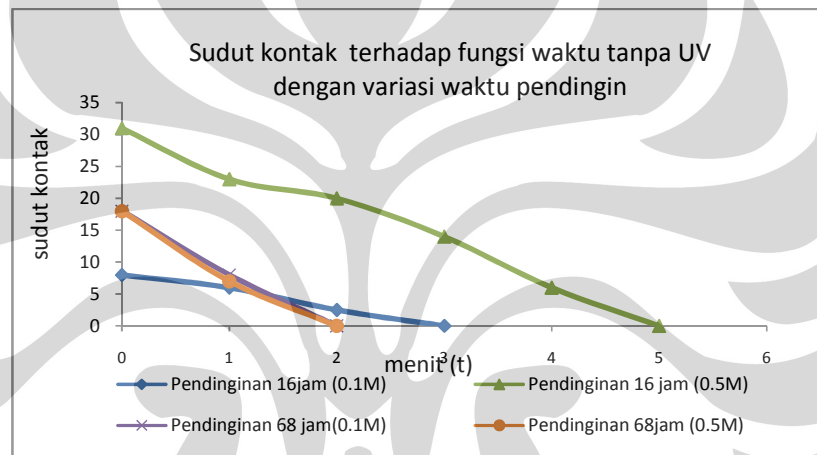
Dari Gambar 4. 15. dan Gambar 4. 16. terlihat bahwa kaca yang dilapisi  $\text{TiO}_2$  dengan pemanasan 12 jam memiliki sifat hidrofilik lebih baik yang terlihat dari penurunan sudut kontak yang lebih cepat. Ini disebabkan



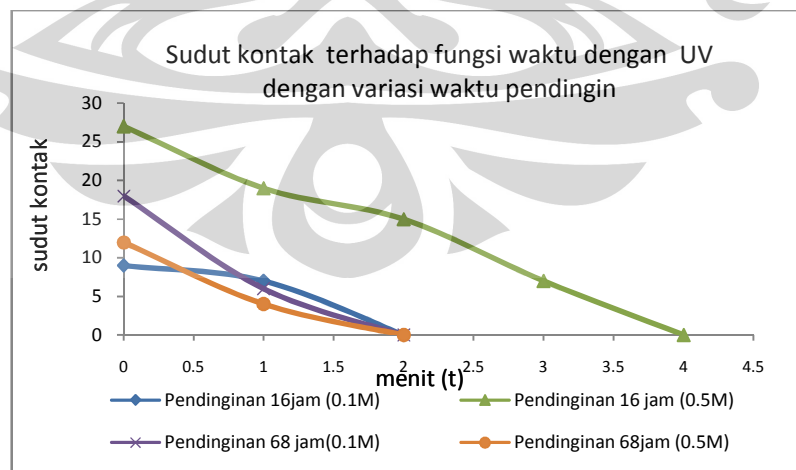
karena dari hasil BET luas permukaan katalis dengan pemanasan semalaman lebih besar. Semakin luas permukaan maka gugus OH yang teradsorpsi akan semakin banyak dan ikatan antara gugus OH tersebut dengan air yang berada di permukaan akan semakin banyak sehingga sifat hidrofiliknya akan semakin baik.

#### 4.7.3. Pengaruh Variasi Waktu Pendinginan

Adapun pengaruh variasi waktu pendinginan yang diuji melalui sudut kontak dapat terlihat pada grafik berikut ini:



Gambar 4. 17. Pengaruh waktu pendinginan terhadap sudut kontak (tanpa UV)



Gambar 4. 18. Pengaruh waktu pendinginan terhadap sudut kontak (dengan UV)



Dari grafik terlihat bahwa pengaruh perbedaan waktu pendinginan tidak terlalu menunjukkan yang signifikan karena pada dasarnya dengan pendinginan 16 jam, sifat super hidrofilik telah didapatkan dengan baik. Dan dengan peningkatan waktu pendinginan didapatkan bahwa waktu yang dibutuhkan untuk mencapai sudut  $0^0$  menjadi lebih cepat. Ini sesuai dengan hasil XRD yang menunjukkan bahwa dengan semakin lamanya waktu pendinginan maka diameter kristal  $\text{TiO}_2$  akan semakin kecil. Dengan semakin kecil diameter kristal, maka luas permukaan katalis per luasan support akan semakin besar dan pada akhirnya akan meningkatkan sifat hidrofilik dari katalis.

#### 4.7.4. Uji Aktivitas Anti Kabut

Dari pengukuran sudut kontak terlihat bahwa konsentrasi  $\text{TiO}_2$  yang baik ialah saat 0.1 M. Oleh sebab itu akan dibandingkan aktivitas katalis pada konsentrasi 0.1 M dengan berbagai variasi untuk melihat sifat anti kabut yang dimilikinya.



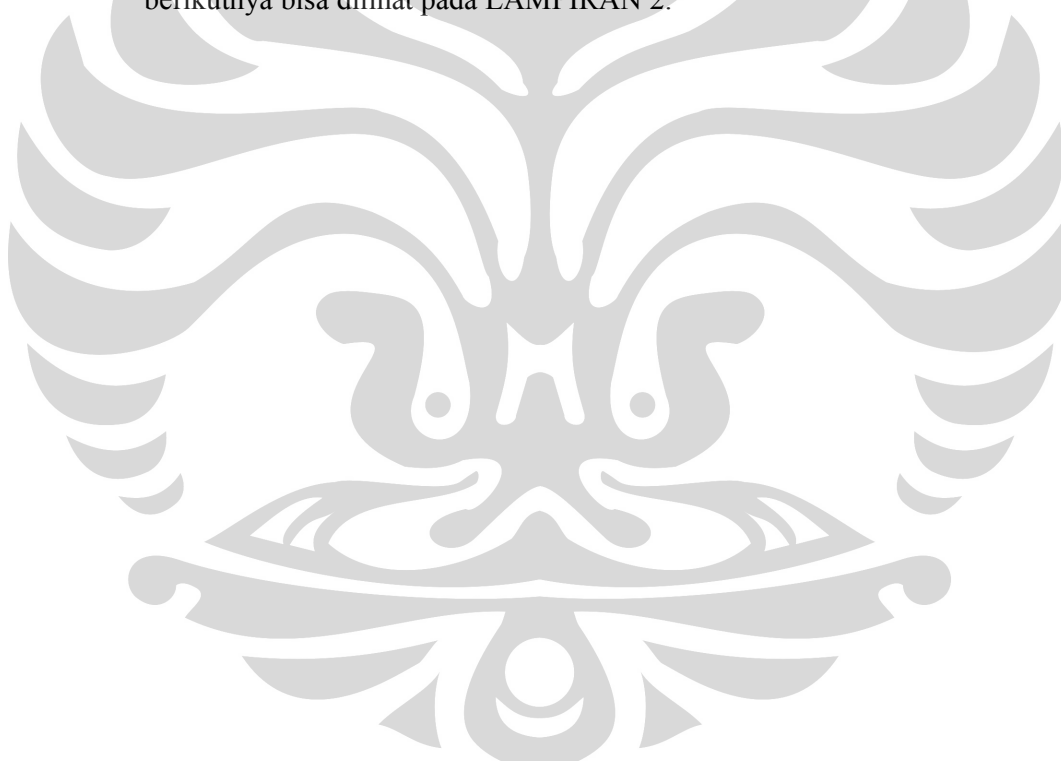
Gambar 4. 19. Hasil uji anti kabut pada film saat  $t=0$

Keterangan :

- (A) PEG 1x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 12 jam)
- (B) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 12 jam)
- (C) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 3 jam)
- (D) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 68 jam, Pemanasan vakum 12 jam)



Dari gambar diatas terlihat bahwa antara sifat hidrofilik dalam bentuk film lebih baik dengan penambahan PEG 4x massa. Sedangkan kondisi lainnya yaitu dengan pemanasan selama 12 jam dan pendinginan 16 jam lebih baik dibandingkan kondisi lainnya. Hal ini sesuai dengan hasil pengukuran sudut kontak dimana untuk waktu  $t=0$ , sudut kontak yang terjadi pada kondisi ini paling kecil. Dari hasil pengukuran sudut kontak terhadap variasi waktu pendinginan, kondisi pendinginan 68 jam lebih baik karena waktu yang dibutuhkan untuk mencapai sudut  $0^{\circ}$  paling cepat. Hanya saja pada saat  $t=0$ , sudut kontak pada pendinginan 16 jam. Akan tetapi terlihat pula pada waktu  $t=0$  sudah kurang dari  $10^{\circ}\text{C}$  yang mengindikasikan sifat hidrofilik sudah sangat baik. Hasil pengamatan untuk selang waktu berikutnya bisa dilihat pada LAMPIRAN 2.





## BAB V

### KESIMPULAN

1. Metode kristalisasi dingin dengan penambahan PEG dapat menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dalam fasa anatase. Penambahan PEG akan memperkecil ukuran kristal anatase, meningkatkan jumlah rutil, dan meningkatkan perolehan  $\text{TiO}_2$ .
2. Lama pemanasan vakum dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  tidak mempengaruhi ukuran kristal tetapi mempengaruhi luas permukaan.
3. Semakin lama waktu pendinginan akan memperkecil ukuran kristal anatase hingga mencapai 5.2657 nm dengan waktu pendinginan 68 jam (PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$ , Pemanasan vakum 12 jam).
4. Ukuran kristal anatase untuk penambahan PEG 4x, pendinginan 16 jam, dan pemanasan vakum  $100^\circ\text{C}$  selama 12 jam, ialah 6.6 nm
5. Luas permukaan katalis menurun seiring penambahan PEG. Luas permukaan yang didapat lebih dari  $143.49 \text{ m}^2/\text{gram}$ . Nilai ini lebih besar dari luas permukaan Degussa ( $\text{TiO}_2$  komersial) yang hanya sekitar  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ .
6. Ukuran pori semakin kecil seiring penambahan PEG. Ukuran pori yang dicapai pada PEG 4x mencapai 37.6 Å dan termasuk mesopores.
7. Bentuk pori pada pemanasan vakum 12 jam berupa bola terbuka sedangkan pada pemanasan vakum selama 3 jam ialah seperti botol tinta dengan ujung yang kecil.
8. Pemanasan tanpa kondisi vakum tetap akan menghasilkan kristal anatase sehingga pemanasan vakum tidak memberikan dampak yang signifikan.
9. Untuk aplikasi anti kabut dalam bentuk film, kondisi optimum ialah penambahan PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$ , pemanasan vakum 12 jam dan pendinginan 16 jam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amemiya, S. (2004, January 1). Titanium-Oxide Photocatalyst. *Three Bond Technical News*, pp. 1-8.
- Andani, A. T. (2006). *Penambahan PEG pada Fotokatalis Film TiO<sub>2</sub> untuk Aplikasi Anti Kabut*. Depok: Teknik Gas dan Petrokimia FTUI.
- Autosorb-6B. (1992). Autosorb-6B Manual Book, Quantac Corporation Gas Sorption System. -.
- Brinker, C. J., & Scherer, G. W. (1989). *Sol-Gel Science The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. New York: Academic Press.
- British Plastic Federation. (2003). Retrieved Maret 17, 2007, from [www.bpf.co.uk/directory](http://www.bpf.co.uk/directory)
- Farida. (2003). *Pengaruh Penambahan Poly Ethylene Glycol pada Fotokatalis TiO<sub>2</sub> untuk mereduksi CO<sub>2</sub>*. Depok: Teknik Gas Petrokimia, FTUI.
- Fogler, H. S. (1999). *Elements of Chemical Reaction Engineering 3th Edition*. New Jersey: Prentice Hall.
- Green Millenium Photo-Catalyst. (2003). Retrieved April 7, 2007, from [www.greenmillennium.com/tio2eff1.htm](http://www.greenmillennium.com/tio2eff1.htm)
- Guan, K. (2005). Relationship Between Photocatalytic Activity, Hydrophilicity and Self-Cleaning Effect of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Films. *Surface and Coating Technology* (191 (2005) 155-169), 155-169.
- Guo, B., Liu, Z., Hong, L., Jiang, H., & Lee, J. Y. (2005). Photocatalytic effect of sol-gel derived nanoporous TiO<sub>2</sub> transparent thin films. *Thin Solid Film*, 310-315.
- Hermann, J. (1999). Water Treatment By Heterogeneous Photocatalys. In F. a. Jassen, *Environmental Catalysis* (pp. 171-191). Singapore: Imperial College Press.



- Lee, K., N.H.Lee, Shing, S., & H.G. Kee, S. K. (2006). Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Characterizations of Transition Metals Doped Nano TiO<sub>2</sub> Sols. *J.Catal , B*, 109-115.
- Licciulli, D. A. (2002). *Self Cleaning Glass*. Universa Degli Studi di Lecce.
- Littler, M. (1999). Heterogeneous Photocatalyst: Transition Metal Ions in Photocatalytic Systems. *Appl. Catal. B. Environ. , 23:2-3:89-224*.
- Liu, X., Yang, J., Wang, L., Yang, X., Lu, L., & Wang, X. (2000). An Improvement on Sol-gel Method for Preparing ultrafine and cristallized titania powder. *A* (289).
- Miki, T., K.Nishizawa, K.Suzuki, & K.Kato. (2004). Preparation of Thick Film with Large Surface Area using Aqueous Sol with Polyethylene Glycol. *Mater.Sci. , 699-701*.
- Nicula, R., M.Stir, Traykova<sup>1</sup>, T., & E.Burkel, C. L. (n.d.). *Pressure-assisted sintering of nanostructured titanium dioxide sol-gel derived powders* . Retrieved May 19, 2007, from [http://www.swt\\_informatik\\_uni-rostock\\_de-englisch-projekte-NM\\_Uni-Reports-Nicula-fig1\\_tioag\\_gif.htm](http://www.swt_informatik_uni-rostock_de-englisch-projekte-NM_Uni-Reports-Nicula-fig1_tioag_gif.htm)
- Othmer, K. (1997). *Encyclopedia of Chemical Technology* (4th Edition ed., Vol. 24). (Kroschwitz, Ed.) U.S.A: John Wiley & Sons.
- Richardson, J. T. (1989). *Principle of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Slamet, Arbianti, R., & Farida. (2003). Pengaruh Penambahan PEG pada Fotokatalis TiO<sub>2</sub>. *Prosiding Seminar Nasional RKP 2003* (pp. G-11.1-G-11.6). Semarang: Teknik Kimia UNDIP.
- Sopyan, I., Murasawa, S., Hashimoto, K., & Fujishima, A. (1994). Highly Efficient TiO<sub>2</sub> Film Photocatalyst. *Journal of Photochemistry and Photobiology A:Chemistry , 723-726*.
- Su, C., B.-Y.Hong, & Tseng, C.-M. (2004). Sol-Gel prepatarion and photocatalysis of titanium dioxide. *Catalyst Today , C* (96).

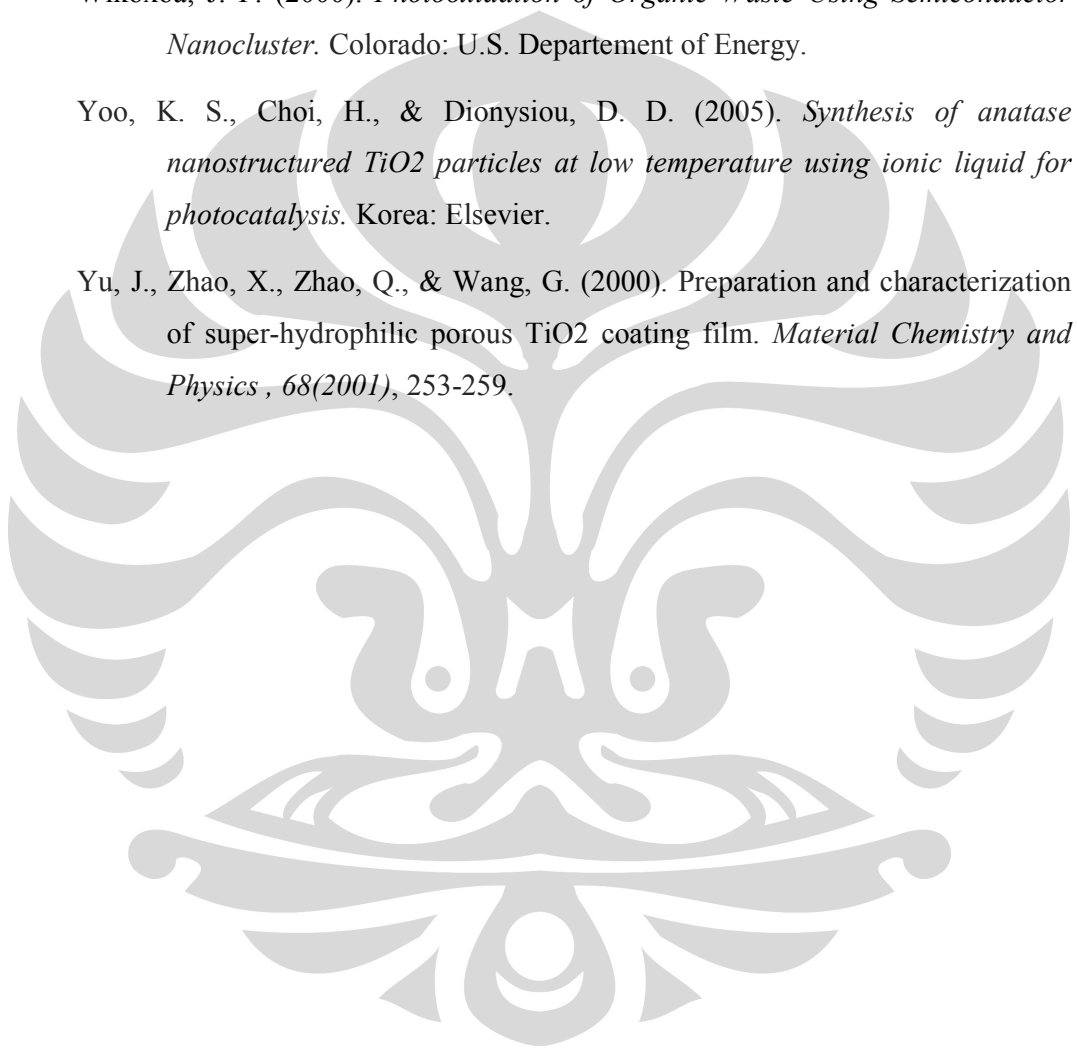
Sun, R.-D., Nakajima, A., & Toshiya Watabe, K. H. (2003). Decomposition of gas-phase octamethyltrisiloxane on TiO<sub>2</sub> thin film photocatalyst-catalytic activity, deactivation, and regeneration. *Thin Solid Film*, A (203-209).

Suryanarayana, C., & Norton, M. G. (1998). *X-ray Diffraction*. New York: Plenum Press.

Wikoxoa, J. P. (2000). *Photooxidation of Organic Waste Using Semiconductor Nanocluster*. Colorado: U.S. Departement of Energy.

Yoo, K. S., Choi, H., & Dionysiou, D. D. (2005). *Synthesis of anatase nanostructured TiO<sub>2</sub> particles at low temperature using ionic liquid for photocatalysis*. Korea: Elsevier.

Yu, J., Zhao, X., Zhao, Q., & Wang, G. (2000). Preparation and characterization of super-hydrophilic porous TiO<sub>2</sub> coating film. *Material Chemistry and Physics*, 68(2001), 253-259.



**LAMPIRAN 1.**  
**EDAX SERBUK (PEG 4X MASSA TiO<sub>2</sub>)**



**LAMPIRAN 2.**  
**HASIL UJI AKTIVITAS PENURUNAN SUDUT KONTAK**  
**AIR DENGAN *CONTACT ANGLE METER***

**1. Blank Test**

Waktu	Tanpa UV (derajat)	Dengan UV (derajat)
0	58	58
1	46	46
2	38	37
3	34	33
4	30	30
5	26	25
6	26	25
7	26	25
8	26	25
9	26	25
10	26	25
11	26	25

**2. Variasi penambahan PEG**

enit	PEG 1 x				PEG 4x			
	0.1 M		0.5 M		0.1 M		0.5 M	
	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV
0	60	60	56	42	8	9	31	27
1	56	56	48	37	6	7	23	19
2	54	52	46	32	2.5	0	20	15
3	52	50	44	26	0		14	7
4	47	43	40	24			6	0
5	44	36	36	20			0	
6	37	29	33	14				
7	33	22	31	13				
8	28	16	30	10				
9	22	11	29	5				
10	18	7	27	0				
11	14	0	20					
12	10		10					
13	0		0					

### 3. Variasi waktu pemanasan

Menit	Pemanasan vakum 3 jam				Pemanasan vakum semalaman			
	0.1 M		0.5 M		0.1 M		0.5 M	
	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV
0	13	13	34	34	8	9	31	27
1	12	10	24	25	6	7	23	19
2	10	8	23	23	2.5	0	20	15
3	8	6	20	18	0		14	7
4	7	3	18	16			6	0
5	6	0	16	15			0	
6	0		14	10				
7			12	8				
8			11	5				
9			9	0				
10			7					
11			5					
12			0					

### 4. Variasi waktu pendinginan

Menit	Pendinginan 16 jam				Pendinginan 68 jam			
	0.1 M		0.5 M		0.1 M		0.5 M	
	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV	Tanpa UV	Dengan UV
0	8	9	31	27	18	18	18	12
1	6	7	23	19	8	6	7	4
2	2.5	0	20	15	0	0	0	0
3	0		14	7				
4			6	0				
5			0					

### LAMPIRAN 3.

#### UJI AKTIVITAS ANTI KABUT

- (A) PEG 1x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 12 jam)
- (B) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 12 jam)
- (C) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 16 jam, Pemanasan vakum 3 jam)
- (D) PEG 4x massa  $\text{TiO}_2$  (Pendinginan 68 jam, Pemanasan vakum 12 jam)

T= 0



T= 2 menit



T= 3 menit



T= 4 menit



T = 5 menit



**LAMPIRAN 4.**

**HASIL BET**

