



UNIVERSITAS INDONESIA

**PENGEMBANGAN NANOMATERIAL TiO_2 PADA MEDIA
KERAMIK UNTUK APLIKASI *SELF CLEANING***

SKRIPSI

MUHAMMAD ARIEF WIDYATMOKO

0606043175

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM EKSTENSI TEKNIK KIMIA
DEPOK
DESEMBER 2008**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Muhammad Arief Widyatmoko

NPM : 0606043175

Tanda Tangan :

Tanggal :

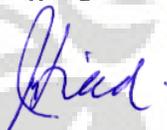
HALAMAN PENGESAHAN

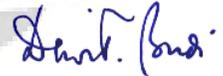
Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Muhammad Arief Widyatmoko
NPM : 0606043175
Program Studi : Ekstensi Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pengembangan Nanomaterial TiO₂ pada Media
Keramik untuk Aplikasi *Self Cleaning*

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Ekstensi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. Slamet, MT ()

Penguji : Ir. Setiadi, MEng ()

Penguji : Ir. Dewi Trisnantini, MT., PhD ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 22 Desember 2008

KATA PENGANTAR

Bismillaahirrohmaanirrohiim,

Alhamdulillah serta puji dan syukur tak hentinya penulis panjatkan kepada Allah SWT serta shalawat dan salam kepada Nabi besar Muhammad SAW atas segala rahmat dan Hidayah-Mu sehingga penulis dapat menyelesaikan makalah seminar ini dengan sebaik-baiknya.

Seminar dengan judul “Pengembangan Nanomaterial TiO₂ pada Media Keramik untuk Aplikasi *Self Cleaning*” ini disusun sebagai salah satu prasyarat dalam menyelesaikan studi program sarjana pada Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak **Dr.Ir. Slamet,MT** selaku pembimbing tugas akhir yang telah memberikan bimbingan dan arahan selama proses penyusunan. Selain itu juga, penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada:

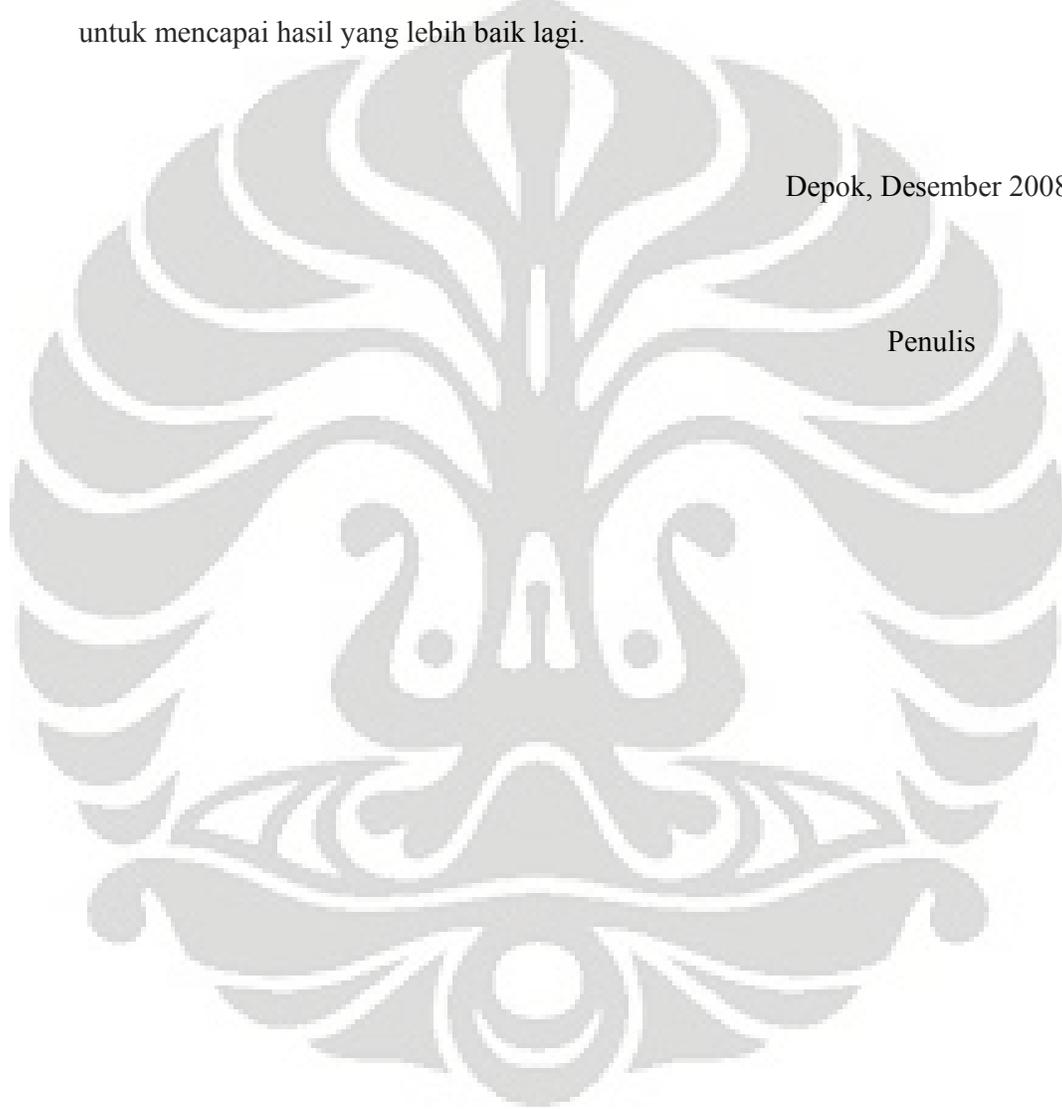
1. Bapak Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA selaku ketua Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia.
2. Bapak Ir. Yuliusman, M.Eng. selaku pembimbing dan koordinator mata kuliah Spesial atas segala ide, kritikan, serta sarannya kepada penulis.
3. Bapak Ir. Bambang Heru, MT selaku Pembimbing Akademik penulis.
4. Bapak dan Ibu serta kakak dan adik tersayang atas semua dukungan doa dan kasih sayang serta segala yang telah diberikan baik secara moril dan materil.
5. Melati rachmah sari, mbak ririn, mbak fifin, dan adik dinta yang selalu memberikan cinta dan kasih sayang.
6. Pito, Rai, Nodi dan seluruh teman-teman kimia terapan UI 2002.
7. Aprizul, Dinan, Riyan, Tari dan seluruh teman-teman ekstensi Teknik Kimia 2006.
8. Kang Jajat, Mang Izal, dan Mas Eko sebagai teknisi laboratorium yang telah membantu saya secara teknis.

9. Serta berbagai pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu untuk segala kontribusinya.

Penulis berharap bahwa makalah ini dapat berguna suatu saat kelak bagi setiap orang yang membacanya. Kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan oleh penulis agar perbaikan demi perbaikan dapat terus dilakukan untuk mencapai hasil yang lebih baik lagi.

Depok, Desember 2008

Penulis



HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Muhammad Arief Widyatmoko

NPM : 0606043175

Program Studi : Ekstensi Teknik Kimia

Departemen : Teknik Kimia

Fakultas : Teknik

Jenis Karya : Skripsi

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Pengembangan Nanomaterial TiO₂ pada Media Keramik untuk Aplikasi *Self Cleaning*

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 22 Desember 2008

Yang menyatakan

(Muhammad Arief Widyatmoko)

ABSTRAK

Nama : Muhammad Arief Widyatmoko
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Pengembangan Nano Material TiO₂ pada Media Keramik untuk Aplikasi *Self-Cleaning*

Pengembangan nanomaterial TiO₂ pada media keramik untuk aplikasi *self cleaning* telah dilakukan. Preparasi katalis dilakukan dengan metode *sol-gel* dengan variasi volume TiAcAc/H₂O dan dilapiskan pada permukaan keramik dengan *spray coating*, kemudian dikalsinasi pada suhu 100°C-1180°C selama 30 menit. Keramik yang telah dilapisi katalis menunjukkan penurunan sudut kontak air, dan sifat *self cleaning* yang aktif. Penambahan katalis pada permukaan keramik tidak mempengaruhi sifat mekanik dan *matching color* dibandingkan keramik standar. Hasil karakterisasi dengan alat XRD menunjukkan adanya TiO₂ dengan fasa *rutile* dengan ukuran kristal antara 60 nm – 77 nm.

Kata Kunci : TiO₂, variasi volume, *self cleaning*, sifat mekanik, *matching color*

ABSTRACT

Name : Muhammad Arief Widyatmoko
Study Program: Chemical Engineering
Title : Nanomaterial Development of TiO₂ at Ceramics for Self Cleaning Application

Nanomaterial development of TiO₂ at ceramic media for self cleaning application has been studied. Catalyst was prepared using sol-gel method with volume variation of TiAcAc/H₂O and coated at ceramic surface with spray coating method, then calcinated at temperature from 100°C-1180°C for 30 minutes. Ceramic that has been coated shown a decreasing in contact angle water and active for self cleaning characteristic. Catalyst addition at ceramic surface didn't influence mechanical characteristic and matching color compared to ceramic standard. Characterization result using XRD showed TiO₂ content in rutile phase with crystal size between 60 nm – 77 nm.

Keyword : TiO₂, volume variation, self cleaning, mechanical characteristic, matching color

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	Error! Bookmark not defined.
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	vii
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Sistematika Penulisan	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Prinsip Dasar Fotokatalisis	6
2.2 Fotokatalis Semikonduktor TiO ₂	8
2.3 Fotokatalis Bentuk Film.....	10
2.4 Dopan pada Katalis TiO ₂	11
2.4.1 Penambahan Aditif SiO ₂	11
2.4.2 Penambahan Aditif PEG	12
2.5 Metode Sol-Gel.....	14
2.6 Sifat <i>Hidrofilik</i>	15
2.6.1 Mekanisme <i>Hidrofilitas</i> TiO ₂	16

2.7 Firing.....	20
2.8 Karakterisasi Katalis	25
2.8.1 Karakterisasi XRD (<i>X-ray Diffraction</i>)	25
2.9 Contact Angle Meter	27
2.10 Uji Kekuatan Mekanik Lapisan TiO ₂ Pada Keramik.....	27
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN.....	29
3.1 Diagram Alir Penelitian	29
3.2 Lokasi penelitian.....	30
3.3 Peralatan Penelitian.....	30
3.3.1 Peralatan Sintesis Nanomaterial TiO ₂	30
3.3.2 Peralatan Karakterisasi.....	30
3.3.3 Peralatan Uji Kinerja Nanomaterial	31
3.4. Bahan penelitian.....	31
3.5. Prosedur Percobaan.....	31
3.5.1. Sintesis Nanomaterial TiO ₂	31
3.5.1.1 Variabel utama:	34
3.5.1.2 Variabel terikat:.....	34
3.5.2 Karakterisasi nanomaterial TiO ₂	34
3.5.2.1 Karakterisasi XRD	35
3.5.2.2 Variabel utama	35
3.5.2.3 Data yang diambil	36
3.5.2.4 Pengolahan data	36
3.5.3 Uji Kinerja Nanomaterial TiO ₂	36
3.5.3.1 Metode uji kinerja	36
3.5.3.2 Variabel utama	42
3.5.3.3 Data yang diambil	42
3.5.4 Pengolahan dan Analisis Data	43
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	44
4.1 Preparasi Katalis	44

4.2 Karakterisasi Katalis	44
4.2.1 Karakterisasi XRD	45
4.3 Pengaruh Rasio Volume TiAcAc/H ₂ O	46
4.4 Uji Aktivitas Katalis	48
4.4.1 Uji Sudut Kontak Keramik Non Katalis	49
4.4.2 Uji Sudut Kontak untuk Variasi Volume TiAcAC/H ₂ O	50
4.4.3 Uji Aktivitas <i>Self Cleaning</i>	55
4.4.3.1 Pengujian di luar ruangan	56
4.4.3.2 Pengujian di dalam ruangan	57
4.4.3.3 Pengujian di dapur	58
4.4.4 Pengujian Kekuatan Mekanik	59
4.4.4.1 Pengujian Ketahanan Asam-Basa	60
4.4.4.2 Pengujian Kelicinan (<i>Sliperness</i>)	61
4.4.4.3 Pengujian Ketahanan Abrasi	62
BAB 5 KESIMPULAN	63
5.1 Kesimpulan	63
5.2 Saran	63
DAFTAR REFERENSI	65
LAMPIRAN 1 : Uji aktifitas <i>self Cleaning</i>	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)	7
Gambar 2. 2 Posisi energi potensial beberapa semikonduktor dalam kontak.....	7
Gambar 2. 3 Struktur kristal <i>rutile</i> TiO ₂ (Licciulli, 2002).	9
Gambar 2. 4 Struktur kristal <i>anatase</i> TiO ₂ (Licciulli, 2002).	9
Gambar 2. 5 Fenomena <i>hidrofilik</i> pada fotokatalisis TiO ₂ (Licciulli, 2002).	17
Gambar 2. 6 Bentuk dari tetesan air pada permukaan kaca, resin, dan resin hidrofobik (www.toto.com/super-hydrophilic photocatalyst, 2007)	18
Gambar 2. 7 <i>Adsorpsi</i> molekul <i>hidrofobik</i> (Licciulli, 2002).....	18
Gambar 2. 8 Dekomposisi molekul <i>hidrofobik</i> (Licciulli, 2002).....	19
Gambar 2. 9 Terjadinya ikatan antar air dengan air (Licciulli, 2002).	20
Gambar 2. 10 Difusi air ke dalam TiO ₂ (Licciulli, 2002).	20
Gambar 2. 11 Tahapan pembakaran keramik	21
Gambar 2. 12 Pola difraksi sinar X (Buhrke, 1998).	26
Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian	29
Gambar 3. 2 Tahapan sintesis material nano dan pelapisan pada keramik.....	34
Gambar 3. 3 Skema pengukuran sudut kontak dari droplet (Guan 2005).....	37
Gambar 3. 4 Alat Contact Angle Meter	38
Gambar 3. 5 Ilustrasi uji kualitatif <i>self-cleaning</i>	38
Gambar 4. 1 Grafik XRD untuk variasi volume TiAcAc/H ₂ O (1/5, 1/10, 1/15) dan non katalis.	45
Gambar 4. 2 Perbandingan warna antara keramik dengan tanpa katalis dengan keramik dengan penambahan katalis TiO ₂	47
Gambar 4. 3 Grafik penurunan sudut kontak pada media keramik tanpa penambahan katalis.	50
Gambar 4. 4 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik Untuk Menentukan Rasio Volume Maksimum.	51

Gambar 4. 5 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik pada Waktu menit ke 6	52
Gambar 4. 6 Kurva Sudut Untuk Mencari Volume Spray TiAcAc/H ₂ O (1/15) yang Optimum	54
Gambar 4. 7 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik pada Waktu menit ke 6	54
Gambar 4. 8 Uji self-cleaning pada keramik di luar ruangan dengan penambahan SiO ₂ dan PEG selama 2 bulan	56
Gambar 4. 9 Uji self-cleaning pada keramik di dalam kamar mandi selama 2 minggu	58
Gambar 4. 10 Uji self-cleaning pada keramik di dalam kamar mandi selama 2 bulan.....	58
Gambar 4. 11 Uji self-cleaning pada keramik di dalam dapur selama 2 bulan	59



DAFTAR TABEL

Tabel 3. 1 Ukuran bola-bola yang digunakan pada alat abrasi	39
Tabel 3. 2 Tingkat kegagalan terhadap abrasi berdasarkan CLASS.....	40
Tabel 3. 3 Tabel klasifikasi floor tile berdasarkan data koefisien gesek (μ).....	41
Tabel 4. 1 Pengaruh Variasi Volume TiAcAc/H ₂ O terhadap ukuran kristal	46
Tabel 4. 2 Hasil Uji <i>Matching Color</i> Keramik	47
Tabel 4. 3 Nilai sudut kontak keramik non katalis dan nilai rata-rata sudut kontak keramik non katalis	49
Tabel 4. 4 Hasil Uji Sudut Kontak Untuk Menentukan Rasio Volume yang Maksimum.	51
Tabel 4. 5 Hasil Uji Sudut Kontak Untuk Mencari Volume Spray TiAcAc/H ₂ O (1/15) yang Optimum.....	53
Tabel 4. 6 Hasil Uji Kekuatan Mekanik	60

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pembangunan perkantoran dan apartemen dewasa ini berkembang sangat pesat, seiring dengan pertumbuhan tersebut maka kebutuhan akan keramik untuk eksterior apartemen dan perkantoran juga meningkat. Pembangunan yang meningkat, menyebabkan polusi udara (debu dan partikulat) juga meningkat setiap harinya. Keramik yang terdapat pada eksterior apartemen dan perkantoran menjadi mudah kotor dan terlihat kusam karena seringnya bersentuhan dengan polusi udara (debu dan partikulat), oleh karena itu untuk menjaga kebersihan keramik eksterior tersebut akan membutuhkan bahan-bahan kimia dan air bertekanan. Membersihkan dengan cara seperti itu tidak efisien dan biayanya mahal, sebab bahan-bahan tersebut harus diganti secara periodik dan juga dapat merusak lapisan atas keramik. Untuk mengatasi permasalahan tersebut cara yang paling menarik perhatian ialah menggunakan teknologi *self cleaning*, yaitu teknologi yang dapat membersihkan dengan sendirinya, sehingga dapat menjaga kebersihan suatu material lebih lama, dengan memanfaatkan sifat *hidrofilik* dan sifat fotokatalisis suatu katalis.

Fotokatalisis yang digunakan adalah semikonduktor TiO_2 sebab semikonduktor ini relatif lebih murah (material tidak perlu diganti) dan dapat mendegradasi senyawa organik (Su, 2004; Guo, 2005) dan bakteri tanpa merusak lapisan atas keramik. Fotokatalisis memiliki sifat *hidrofilik* bila dikenai cahaya UV (Kata, 2000) dengan sifat tersebut tetesan air yang jatuh ke permukaan yang dilapisi katalis tidak membentuk butiran (dropet) melainkan terdispersi sehingga sudut kontak air dengan permukaan hampir mencapai 0° (Guan, 2005). Dengan fenomena seperti itu, keramik yang terdapat pada dinding luar perkantoran dan apartemen yang mudah terkena debu dan partikulat, maka debu dan partikulat dapat dengan mudah dibersihkan, bila tersiram oleh air hujan atau penyemprotan

biasa, maka air hujan dengan mudah membawa kotoran yang menempel pada permukaan keramik yang telah dilapisi fotokatalisis TiO₂.

Fotokatalisis TiO₂ dalam bentuk film adalah katalis film TiO₂ yang dibutuhkan dalam aplikasi keramik, penelitian yang sebelumnya digunakan katalis TiO₂ dalam bentuk serbuk. Katalis dalam bentuk serbuk bila di aplikasikan pada permukaan keramik akan sulit dipisahkan dari partikel tersuspensinya, sehingga pada permukaan keramik akan terbentuk bercak atau kerak. Dengan demikian katalis yang digunakan katalis dalam bentuk film, yang mempunyai ukuran partikel materialnya nanometer dan memiliki porositas yang tinggi. Dengan mengecilnya ukuran partikel materialnya dari serbuk hingga nanometer maka akan meningkatnya luas permukaan partikel katalis. Katalis TiO₂ dalam bentuk film yang transparan, sehingga tidak merusak tampilan permukaan keramik dan katalis TiO₂ dalam bentuk yang aktif sehingga memiliki sifat *hidrofilik* untuk aplikasi *self cleaning*.

Material berkemampuan *self cleaning* dapat diperoleh dengan melapisi permukaan keramik dengan katalis TiO₂ berbentuk film. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mendapatkan keaktifan atau meningkatkan kinerja katalis TiO₂ dengan cara menambahkan PEG yang diketahui dapat meningkatkan luas permukaan katalis film dan juga dapat menurunkan kemungkinan terjadinya peretakan (*cracking*) yang dapat menurunkan aktifitas inti aktif katalis pada saat proses kalsinasi berlangsung (Guo, 2005; Guan,2005; Miki dkk, 2004), karena sifat materialnya yang sangat *porous* disamping kemampuannya dalam memperkecil ukuran kristal katalis. Dan telah diteliti sebelumnya, penambahan SiO₂ dapat meningkatkan keasaman katalis film sehingga katalis akan lebih suka menyerap air dibandingkan menyerap kontaminan, sehingga material yang dilapisi katalis film TiO₂ akan lebih bersih (Guan, 2003), dan juga dapat meningkatkan aktivitas *hidrofiliknya* khususnya untuk aplikasi *self cleaning*. Untuk memperluas aplikasinya, lapisan film TiO₂ yang telah dilakukan penelitian pada skala laboratorium maka dalam penelitian ini akan dilakukan dalam skala kecil didalam industri keramik.

Pembuatan film TiO₂ dengan variasi volume TiO₂ berbanding H₂O dengan perbandingan 1/5, 1/10, 1/15, kemudian dengan menambahkan SiO₂ dan

PEG dilakukan agar mendapatkan film TiO_2 yang transparan dengan ukuran material nanometer dan bersifat *hidrofilik* dan aktif sebagai *self cleaning*. Dalam penelitian ini juga dilakukan pengujian terhadap kekuatan mekanik, pengujian kekuatan mekanik terdiri dari pengujian kekuatan gesekan, uji kelicinan dan pengujian terhadap asam-basa.

1.2 Rumusan Masalah

Katalis TiO_2 berbentuk film dengan ukuran nanometer yang mempunyai sifat *hidrofilik* dan transparan dibutuhkan untuk permukaan keramik untuk aplikasi *self cleaning*. Pelapisan pada permukaan keramik dengan katalis TiO_2 tersebut telah dilakukan pada skala laboratorium, namun untuk skala kecil didalam industri keramik belum dilakukan. Dalam rangka untuk pengembangan dan usaha untuk mengaplikasikan suatu percobaan dari skala laboratorium ke skala kecil didalam industri keramik. Permasalahan utamanya adalah kondisi laboratorium berbeda dengan kondisi lapangan, pengembangan yang dilakukan dalam laboratorium menggunakan suhu kalsinasi 500°C - 600°C , sedangkan dalam industri mempunyai suhu kalsinasi 1000°C - 1180°C , dengan demikian belum diketahui apakah cocok mengaplikasikan metode laboratorium ke skala industri. Penelitian ini juga mempelajari bagaimana pengaruh variasi rasio volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$, sehingga akan dihasilkan katalis dengan aktivitas *self cleaning* yang baik.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mendapatkan kristal TiO_2 dengan ukuran nanometer yang mempunyai sifat *hidrofilik* dan fotokatalitik yang aktif.
2. Mengetahui kinerja dan sifat *self cleaning* pada permukaan keramik yang telah dilapisi katalis TiO_2 .
3. Mengetahui kekuatan mekanik pada permukaan keramik yang telah dilapisi katalis TiO_2 .

4. Menghasilkan material yang memiliki kemampuan *self cleaning* yang dapat diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari.

1.4 Batasan Masalah

Inti dari penelitian ini adalah mengembangkan nanomaterial yang berbasis TiO₂ dalam bentuk film yang memiliki sifat fotokatalitik dan super *hidrofilik*. Nanomaterial TiO₂ ini akan dimodifikasi untuk mengoptimalkan performanya untuk aplikasi *self cleaning* dan mengetahui pengaruh film TiO₂ terhadap kekuatan sifat mekanik pada media keramik yang telah dilapisi. Berikut ini adalah penjabaran ruang lingkup penelitian ini:

- Bahan awal yang akan digunakan ialah Ti(AcAc) dan bahan aditif yang ditambahkan adalah PEG 2000 dan SiO₂ (TEOS), penambahan SiO₂ sebesar 30% berat katalis.
- Volume TiO₂ (TiAcAc) terhadap H₂O sebesar 1/5, 1/10, 1/15.
- Bahan yang akan dilapisi film TiO₂ adalah keramik PT. KIA SERPIH MAS.
- Metode preparasi katalis ialah metode *sol gel*, sedangkan metode pelapisan katalis pada permukaan keramik adalah metode *spray coating*
- Karakterisasi katalis yang akan dilakukan ialah XRD, sedangkan untuk uji aktivitas yang akan dilakukan ialah, pengukuran sudut kontak antara kaca berlapis TiO₂ dan air (uji sifat hidrofilik).
- Sedangkan uji aktifitas *self cleanig* permukaan keramik yang telah dilapisi oleh TiO₂ dilakukan dengan melakukan pengamatan secara kualitatif pengotor, debu atau kontaminan yang menempel dalam rentang waktu tertentu.
- Untuk permukaan keramik dilakukan pengujian mekanik yaitu kelicinan, gesekan, asam-basa dan *matching color*.

1.5 Sistematika Penulisan

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

BAB I : PENDAHULUAN

Bab ini berisi latar belakang penelitian dan penulisan, perumusan masalah yang dibahas, tujuan dilakukannya penelitian, batasan masalah, ruang lingkup penelitian, serta sistematika penulisan.

BAB II : TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang prinsip dasar fotokatalisis, proses fotokatalitik pada bahan semikonduktor, fotokatalis semikonduktor TiO_2 , fotokatalitik bentuk film, efek penambahan aditif PEG dan SiO_2 , metode sol-gel sebagai metode preparasi katalis, mekanisme *self cleaning* dan pengujian mekanik.

BAB III : METODE PENELITIAN

Berisi diagram alir penelitian, peralatan percobaan, bahan percobaan dan prosedur yang dilakukan dalam penelitian, karakterisasi, uji mekanik serta uji aktivitas katalis.

BAB IV : HASIL dan PEMBAHASAN

Bab ini berisi hasil dari penelitian yang dilakukan beserta pembahasan mengenai hasil tersebut.

BAB V : KESIMPULAN dan SARAN

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

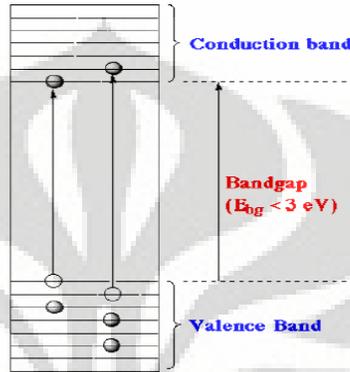
2.1 Prinsip Dasar Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan suatu gabungan dua proses antara proses fotokimia dan katalis, proses fotokimia adalah suatu proses transformasi atau sintesis kimia dengan menggunakan cahaya sebagai pemicunya, sedangkan katalis merupakan suatu proses sintesis (transformasi) kimiawi yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa ikut terkonsumsi dalam reaksi. Katalis yang digunakan disebut fotokatalis karena mempunyai kemampuan dalam mengadsorpsi energi foton (yang juga merupakan fungsi dari fotokatalis). Hal ini dikarenakan bahan-bahan yang dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis adalah bahan yang memiliki daerah energi yang kosong yang disebut celah pita energi (*energy bandgap*) dimana bahan yang dimaksud adalah semikonduktor. Dengan demikian dari pengertian tersebut dapat disimpulkan bahwa fotokatalisis adalah suatu proses transformasi kimia yang melibatkan unsur cahaya dan menggunakan katalis secara bersamaan dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi tersebut (Sopyan, 1998).

Bedasarkan jenis katalis yang digunakan, fotokatalitik terdiri dari proses fotokatalitik homogen dan proses fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik yang berlangsung dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen merupakan suatu proses yang berdasarkan pada iradiasi fotokatalisis semikonduktor seperti titanium oksida (TiO_2), seng oksida (ZnO) atau kadmium sulfida (CdS). Suatu semikonduktor dapat berfungsi sebagai katalis jika cahaya mengenainya memiliki energi yang sama atau lebih dari celah pita energi semikonduktor tersebut sehingga induksi oleh sinar tersebut menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Richardson, 1989).

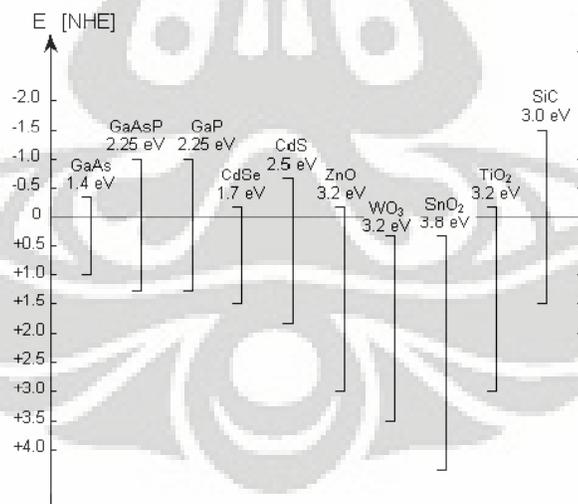
Semikonduktor dapat dimanfaatkan fotokatalis karena memiliki daerah energi yang kosong (*void energy region*) yang disebut celah pita energi (*energy*

band gap), yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi dimana tidak tersedia tingkat energi untuk mempromosikan rekombinasi elektron dan hole yang diproduksi oleh suatu fotoaktivasi dalam semikonduktor tersebut. Gambar 2.1 di bawah ini memperlihatkan secara skematis celah pita energi di antara batas pita konduksi dan pita valensi:



Gambar 2. 1 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)

Pada gambar 2.2 memperlihatkan besarnya celah pita energi dan posisi pita pada beberapa bahan semikonduktor. Data tersebut disusun pada kondisi dimana semikonduktor berada dalam kontak dengan larutan elektrolit pada pH 1.



Gambar 2. 2 Posisi energi potensial beberapa semikonduktor dalam kontak dengan elektrolit pada pH =1(Sopyan,1998).

Energi pita valensi dan pita konduksi semikonduktor akan mengontrol kemampuan transfer muatan yang diinduksi radiasi pada molekul teradsorpsi pada permukaan semikonduktor. Molekul penerima muatan (akseptor) harus memiliki tingkat potensial yang lebih positif (terletak lebih di bawah pada kurva energi potensial) daripada tingkat energi potensial pita konduksi semikonduktor. Sedangkan untuk molekul donor muatan harus memiliki tingkat potensial yang lebih negative (lebih atas pada kurva energi potensial) dari pada tingkat potensial pita valensi semikonduktor tersebut.

2.2 Fotokatalis Semikonduktor TiO₂

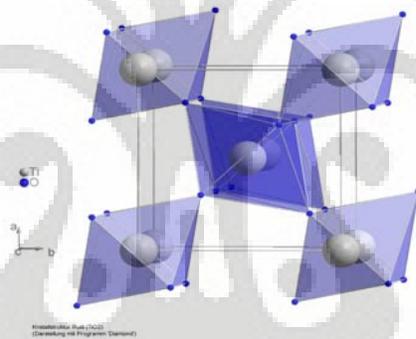
Bahan semikonduktor yang menjadi perhatian dalam penelitian ini adalah titanium dioksida (TiO₂). TiO₂ dipilih sebagai fotokatalis berdasarkan pertimbangan sifat-sifat fisika dan kimia yang dimilikinya antara lain (Sopyan,1998):

1. Mempunyai celah pita (*band gap*) yang sesuai untuk proses fotokatalisis sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan *hole* pada pita valensi saat terjadi induksi cahaya UV.
2. TiO₂ bersifat stabil terhadap cahaya (fotostabil) dan tahan terhadap *photocorrosion*.
3. Mampu menyerap dengan baik cahaya dengan panjang gelombang dekat ultraviolet.
4. Bersifat *inert* sehingga relatif tidak bereaksi dengan senyawa lain dan tidak larut dalam reaksi baik secara biologis maupun kimiawi. TiO₂ juga tidak menghasilkan produk samping berbahaya selama proses katalitik sehingga ramah terhadap lingkungan.
5. Reaksi fotokatalitik dengan TiO₂ sudah dapat berjalan pada temperatur ruangan sehingga tidak diperlukan energi tambahan untuk reaksi. Dengan kata lain, proses fotokatalitik berbasis TiO₂ merupakan proses

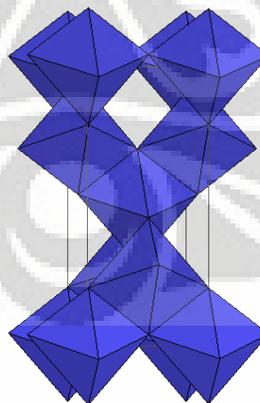
yang hemat energi karena tidak diperlukan energi tambahan dari luar untuk aktivasi katalis.

6. Memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibanding fotokatalis lain seperti ZnO, CdS, WO₃ dan SnO₂.
7. Dapat mereduksi senyawa organik merugikan lewat mekanisme

Katalis TiO₂ memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite*. Untuk reaksi fotokatalitik, struktur *anatase* memberikan aktivitas yang lebih baik dibandingkan jenis kristal *rutile* (Sudik, 2004). dan selain itu, struktur *anatase* juga memiliki luas permukaan yang lebih besar dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Aktivitas *anatase* dirasakan lebih baik karena energi *band-gap* *anatase* lebih besar dari *rutile* sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Licciulli, 2002). Gambar struktur *anatase* dan *rutile* dapat dilihat pada gambar 2.3 dan gambar 2.4



Gambar 2. 3 Struktur kristal *rutile* TiO₂ (Licciulli, 2002).



Gambar 2. 4 Struktur kristal *anatase* TiO₂ (Licciulli, 2002).

Kedua bentuk kristal TiO_2 yaitu *anatase* dan *rutile* dapat menyerap sinar ultraviolet. Jangkauan sinar yang 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 pita valensi sehingga kekuatan reduksi dari kristal *anatase* ini menjadi lebih besar dibandingkan *rutile* (Amemiya, 2004). Dengan adanya perbedaan pita konduksi inilah maka secara keseluruhan aktivitas fotokatalitik dari kristal *anatase* lebih besar dibandingkan dengan kristal berbentuk *rutile*.

Pengaruh struktur fotokatalisis terhadap aktivitas/laju reaksi fotokatalitik sangat bergantung dari struktur fotokatalitik itu sendiri. Sehingga untuk memperoleh struktur fotokatalitik *anatase* dan *rutile* perlu diperhatikan *treatment* yang dilakukan pada pemilihan bahan awal dan metode pembuatan fotokatalisis.

2.3 Fotokatalis Bentuk Film

Penggunaan fotokatalis TiO_2 umumnya berada dalam bentuk serbuk. Hal ini didasarkan pada kemudahan dalam preparasinya serta aktivitas fotokatalitiknya memang lebih tinggi karena luas permukaan yang lebih besar. Pada kenyataannya, penggunaan katalis dalam serbuk memiliki berbagai keterbatasan teknis antara lain (Wikoxoa, 2000):

1. Kesulitan pada proses pemisahan katalis dari suspensi reaksi fotokatalitik berakhir
2. Partikel-partikel yang tersuspensi cenderung menggupal terutama pada konsentrasi tinggi.
3. Suspensi-suspensi partikel serbuk sulit diaplikasikan ke dalam system aliran kotinyu.
4. Kedalam penetrasi sinar UV dalam suspensi TiO_2 terbatas.

Berbagai keterbatasan tersebut mendorong untuk dikembangkannya katalis dalam bentuk lain misalnya dalam bentuk film. Penelitian dalam mengembangkan

katalis berbentuk film telah dilakukan oleh banyak dilakukan misalnya oleh Guo et al. (2004), Slamet et al. (2003) serta Yu et al. (2001). Dalam penelitiannya, Slamet et al. (2003) menemukan bahwa aktivitas pada fotokatalis film lebih baik daripada fotokatalis jenis serbuk. Hal ini disebabkan karena pada fotokatalis film terjadi interaksi yang lebih baik antara permukaan katalis dengan reaktan. Guo et al. (2004) dalam penelitiannya mengungkapkan bahwa sifat-sifat optik serta aktivitas fotokatalitik berbentuk film dari TiO_2 sangat bergantung pada struktur kristal, ukuran kristal, ketebalan serta porositas dari lapisan film yang terbentuk. Dalam percobaan tersebut, Guo et al. (2004) menggunakan senyawa organik polimer yakni PEG (*Poly Ethylene Glycol*) yang merupakan aditif multifungsi, dimana aditif ini sangat berperan penting dalam proses preparasi fotokatalis dalam bentuk film. Preparasi fotokatalis dalam bentuk film juga tidak terlepas dari aplikasi teknologi pelapisan (*coating*) yang ada. Berbagai jenis teknik pelapisan yang berbeda-beda akan menghasilkan ketebalan lapisan fotokatalis yang berbeda pada *support* yang digunakan, sehingga akan mempengaruhi aktivitas fotokatalis itu sendiri.

2.4 Dopan pada Katalis TiO_2

Dengan adanya beberapa kelemahan dari fotokatalis berbentuk film terutama dari segi luas permukaan yang lebih kecil dibanding dengan fotokatalis berbentuk serbuk maka pada perkembangannya, digunakan beberapa jenis dopan yang dapat memperbaiki ukuran, porositas dan hidrofilitas serta keaktifan dari fotokatalis. Beberapa jenis dopan yang akan digunakan dalam percobaan ini adalah SiO_2 (Guan dkk, 2003) yang dapat meningkatkan hidrofilitas fotokatalis TiO_2 serta PEG yang dapat membentuk partikel TiO_2 yang tipis dan berporositas baik serta mencegah terjadi keretakan (*cracking*) pada saat kalsinasi (Guo dkk, 2005)

2.4.1 Penambahan Aditif SiO_2

Salah satu usaha untuk meningkatkan aktivitas katalis adalah dengan penambahan aditif ke dalam katalis. Penambahan aditif dapat merubah morfologi katalis, menurunkan tingkat agregasi, memperbesar luas permukaan, dan

memperkecil ukuran partikel serta menurunkan kandungan *rutile* (Guo, 2005). Keuntungan penambahan aditif pada TiO_2 yang utama adalah untuk meningkatkan penangkapan elektron (*electron trapping*) untuk menghambat terjadinya recombinasi elektro *hole* selama proses fotokatalitik. Efek yang ditimbulkan oleh aditif tergantung pada tipe dan konsentrasinya. Akan tetapi penambahan aditif pada konsentrasi tinggi dapat menghalangi pertemuan antara elektron dengan senyawa yang akan direduksi.

Campuran oksida logam yang terbentuk akibat penambahan silika pada TiO_2 menyebabkan permukaan katalis menjadi asam. Penambahan aditif SiO_2 akan menyebabkan keasaman katalis menjadi meningkat. Hal ini dikarenakan kation aditif silika yang memasuki kisi-kisi oksida dari TiO_2 masih terikat pada jumlah oksigen yang sama namun atom oksigen memiliki koordinasi baru sehingga terjadi ketidaksetimbangan muatan. Silika memiliki nomor koordinasi +4. Empat muatan Si akan didistribusikan untuk setiap ikatan, sedangkan oksigen yang memiliki nomor koordinasi -2 harus membagi untuk 3 ikatan. Dengan permukaan yang asam, gugus hidroksil akan lebih banyak dan lebih suka diserap dibandingkan kontaminan atau senyawa organik. Dengan sifat ini, *kehidrofilikan* katalis dapat meningkat dan dapat juga dijaga meski dalam keadaan gelap (Guan, 2005).

2.4.2 Penambahan Aditif PEG

Luas permukaan katalis merupakan salah satu faktor penting dalam pemilihan jenis katalis. Jika katalis yang digunakan memiliki luas permukaan yang kecil maka secara tidak langsung, luas kontak reaktan akan berkurang. Luas kontak yang minimum akan menghasilkan katalis dengan aktivitas yang minimum (Richardson, 1989) Walaupun fotokatalis film memiliki keunggulan operasional dibandingkan dengan fotokatalis serbuk namun luas permukaan fotokatalis film masih lebih buruk dibanding dengan fotokatalis serbuk. Usaha meningkatkan luas permukaan dapat dilakukan dengan penambahan dopan PEG (*Poly Ethylene*

Glycol). PEG dapat meningkatkan keunggulan fotokatalis TiO_2 yang akan disintesis dengan memperbaiki beberapa aspek pada katalis diantaranya:

1. Luas Permukaan

Dengan penambahan PEG pada temperatur tinggi, senyawa polimer yang terdapat pada PEG akan terlepas dan menimbulkan cekungan. Cekungan ini akan membentuk pori-pori sehingga meningkatkan porositas dari katalis dan meningkatkan luas permukaan dari katalis (Miki, 2004) Proses terbentuknya pori ini dimulai dengan terjadinya ikatan antara beberapa molekul air dengan PEG (*associated water*) melalui ikatan hidrogen, sehingga ikatan murni PEG akan hilang dan berubah menjadi ikatan kompleks antara air dengan PEG. Selanjutnya ikatan PEG kompleks akan mengalami penggumpalan dan membentuk larutan inorganik atau komposit polimer. Proses ini akan diikuti dengan proses hidrolisis pada *associated water* dan *non-associated water* sehingga seluruh kandungan air pada larutan katalis hilang. Proses kalsinasi pada temperatur tinggi akan menyebabkan komposit polimer dari PEG tersebut berubah menjadi gas dan meninggalkan permukaan katalis dengan membentuk struktur pori pada permukaan katalis (Guo, 2005). Semakin banyak penambahan PEG yang ditambahkan ke dalam katalis maka ukuran dan banyaknya pori yang terbentuk akan semakin banyak (Yu, 2001)

2. Aktivitas Katalis

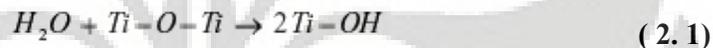
Penambahan PEG mampu meningkatkan aktivitas katalis TiO_2 dengan meningkatkan jumlah *active site* pada katalis. Dengan meningkatnya jumlah *active site*, maka jumlah gugus hidroksil yang terbentuk akan semakin banyak sejalan dengan semakin banyaknya penambahan PEG atau berat molekul PEG yang ditambahkan ke dalam larutan katalis (Guo, 2005). Gugus hidroksil diperoleh dari luasan pori yang semakin besar sehingga makin mudah diserang oleh air. Dengan meningkatnya jumlah gugus hidroksil, maka permukaan katalis akan semakin bersifat *hidrofilik* atau suka air.

3. Pencegahan *Cracking* (Peretakan)

Pada saat kalsinasi pada temperatur tinggi berlangsung, proses peretakan pada permukaan katalis sangat mudah terjadi terutama dengan ketebalan katalis yang semakin tipis. Penambahan PEG ke dalam katalis TiO₂ dapat mengurangi kemungkinan terjadinya peretakan (*cracking*) pada permukaan katalis ini. Hal ini disebabkan karena PEG mampu meningkatkan sifat elastis pada struktur katalis sehingga tidak akan mudah retak saat terjadinya perubahan volume katalis saat proses kalsinasi berlangsung (Miki, 2004)

4. Daya Adsorpsi Air dan Oksidasi Senyawa Organik

Dengan bertambah *porous*-nya katalis maka molekul air akan lebih cenderung untuk menyerang permukaan katalis (*hidrophil*) sehingga menghasilkan reaksi:



Sinar UV yang diberikan pada permukaan katalis akan membuat katalis menghasilkan elektron dan *hole* tereksitasi. *Hole* yang dihasilkan dapat bermigrasi ke permukaan katalis dan bereaksi dengan gugus hidroksil teradsorpsi sehingga membentuk radikal hidroksil.

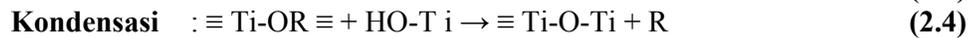
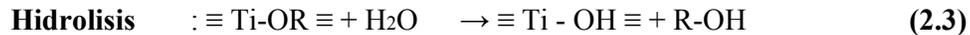


Gugus hidroksil yang terbentuk pada TiOH akan mengoksidasi polutan organik yang terdapat dalam sistem sehingga senyawa organik akan terdegradasi sehingga semakin banyak radikal hidroksil yang dihasilkan maka kemampuan degradasi polutan organik diharapkan akan semakin baik.

2.5 Metode Sol-Gel

Diantara beberapa jenis jenis metode preparasi seperti hidrolisis, mikro emulsi, dan sintesis hidrotermal, hidrolisis *sol-gel* merupakan yang paling luas penggunaannya, karena kapabilitasnya dalam mengontrol tekstural dan sifat-sifat permukaan *mixed oxides*. *Sol-gel* merupakan teknik yang paling sukses digunakan pada preparasi *nanosized catalyst* dengan aktifitas fotokatalitik yang tinggi, proses *sol-gel* itu sendiri meliputi reaksi hidrolisis dan kondensasi yang berlangsung

secara simultan selama sintesis, tetapi ada kemungkinan satu tahapan berlangsung lebih dominan dari tahapan yang lain.



Sol adalah suatu sistem yang memungkinkan spesies kimia padat-tersuspensi stabil dalam larutan. Sedangkan gel merupakan cairan yang terjebak dalam jaringan partikel padat. Pembentukan gel terjadi ketika sol terdestabilisasi. Keadaan sol yang tidak stabil ini juga dapat membentuk endapan spesies sol sebagai partikel agregat maupun endapan sol sebagai partikel bukan agregat. Proses *sol-gel* dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti konsentrasi dan tipe *precursor* yang digunakan, temperature, bentuk geometrid dan ukuran bejana, serta ada tidaknya pengadukan (Brinker, 1989). Pembentukan, gel dari sol dapat berlangsung hanya dalam beberapa detik, namun ada pula yang berlangsung hingga beberapa hari. Dengan melakukan *sol-gel*, diharapkan jaringan anorganik yang diperoleh melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi dapat dikontrol dan dimodifikasi. Keuntungan dari proses ini antara lain: materi yang terbentuk memiliki homogenitas dan kemurnian yang tinggi, proses pembentukan struktur dapat diatur, kondisi sintesis dapat diaplikasikan untuk pembuatan katalis film.

Pada proses ini 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 (*spray coating*), pemusingan (*spin coating*) dan pencelupan (*dip coating*) (Brinker, 1989).

2.6 Sifat Hidrofilik

Hidrofilik adalah karakteristik dari suatu material yang memiliki afinitas terhadap air. *Hidrofilik* secara harfiah berarti menyukai air dan material yang memiliki sifat tersebut secara cepat dapat menyerap air, Material yang hidrofilik

mempunyai sudut kontak yang relatif kecil (mendekati 0°). Permukaan material seperti ini secara kimia permukaan dapat dibasahi membentuk water film atau coating. Material hidrofilik juga memiliki nilai tegangan permukaan yang tinggi dan memiliki kemampuan untuk membentuk ikatan hidrogen dengan air. TiO_2 memperoleh sifat superhidrofilik setelah diiluminisasi dengan UV, semakin lama permukaan disinari UV maka sudut kontak yang terbentuk akan semakin kecil.

2.6.1 Mekanisme *Hidrofilitas* TiO_2

Mekanisme *self cleaning* sangat dipengaruhi sifat Hidrofilik dari katalis. Mekanisme TiO_2 menunjukkan sifat *hidrofilik* setelah disinari UV. Berikut merupakan mekanisme proses terjadinya *hidrofilitas* tersebut (Licciulli, 2002):

1. Terjadi eksitasi ketika sinar *ultraviolet* yang mengenai permukaan katalis mempunyai energi yang sama atau lebih besar dari bandgap semi konduktor. Maka akan terjadi eksitasi yang menyebabkan terjadinya perpindahan electron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga terbentuklah electron pada pita konduksi dan hole pada pita valensi. Hal ini berlangsung selama penyinaran berlangsung.



2. Elektron pada pita konduksi akan mereduksi Ti(IV) menjadi Ti(III) menurut reaksi :



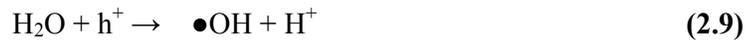
Selama proses penyinaran berlangsung, maka Ti^{3+} akan cenderung untuk bereaksi dengan molekul oksigen, dan kembali menjadi Ti^{4+} seperti reaksi berikut :



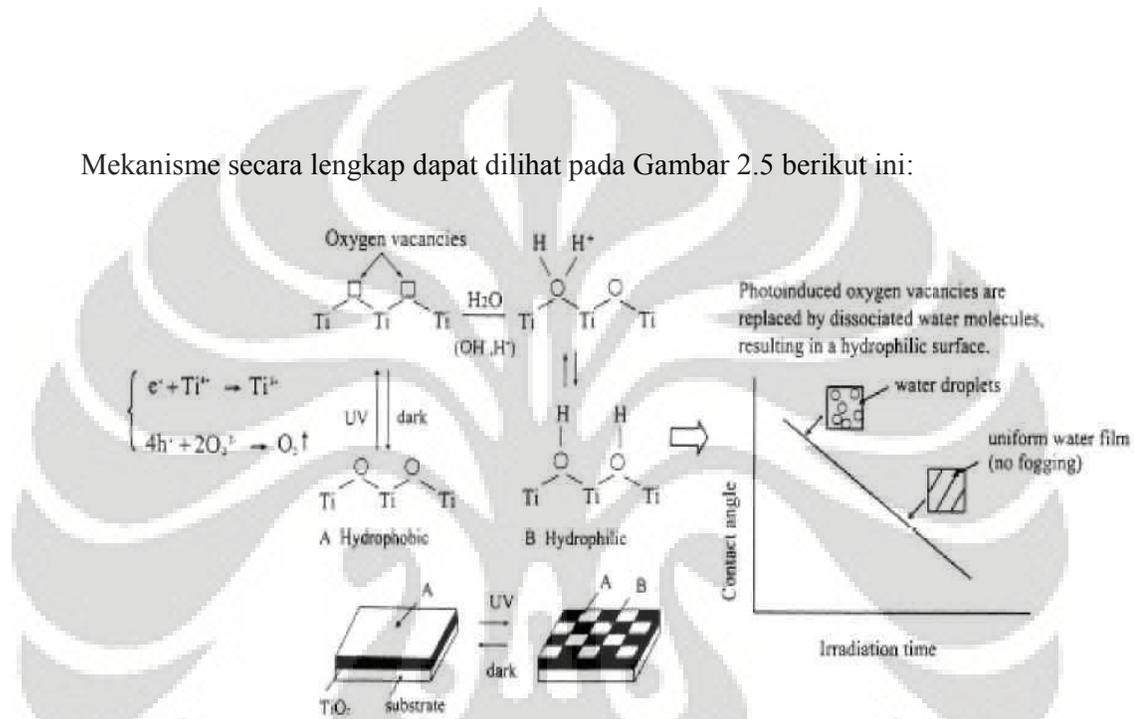
3. Hole kemudian mengoksidasi oksigen yang berasal dari *bridging site oxygen* pada kristal TiO_2 . Hasil oksidasi yaitu oksigen akan dilepas dan menghasilkan *oxygen vacancies*



4. Karena adanya *oxygen vacancies*, maka permukaan menjadi hidrofilik, karena air dapat dengan mudah mengisi tempat kosong dan menghasilkan gugus OH teradsorpsi (chemisorb water) yang membentuk monolayer pada permukaan TiO₂.



Mekanisme secara lengkap dapat dilihat pada Gambar 2.5 berikut ini:



Gambar 2.5 Fenomena *hidrofilik* pada fotokatalisis TiO₂ (Licciulli, 2002).

Dengan adanya gaya *Van der Waals* dan ikatan hidrogen maka grup OH teradsorpsi dapat berikatan dengan air yang datang ke permukaan. Mekanisme penyerapan air yang terjadi ditunjukkan oleh Gambar 2.7 sampai Gambar 2.10. Dalam lingkungan yang biasa, permukaan dari suatu material menolak air dalam luasan tertentu. Gambar 2.6 menunjukkan bentuk tetesan air pada permukaan kaca, resin, dan resin *hidrofobik*.



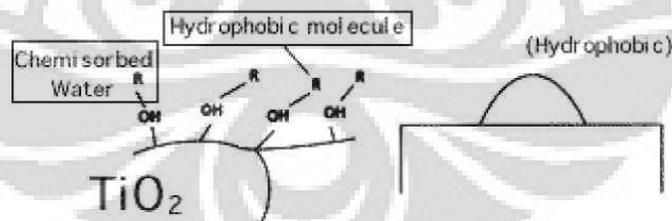
Gambar 2. 6 Bentuk dari tetesan air pada permukaan kaca, resin, dan resin hidrofobik
(www.toto.com/super-hydrophilic photocatalyst, 2007)

Ketika fotokatalis TiO_2 menguraikan molekul *hidrofobik* yang berada pada permukaan suatu material, suatu lapisan film yang sangat tipis dari absorpsi fisik air terbentuk pada permukaan. Lapisan film inilah yang dianggap sebagai asal sifat superhidrofilik. Berikut ini adalah skema dari mekanisme superhidrofilik :

Tahap 1: Air yang terdiri dari ion H^+ dan OH^- akan diserap secara kimiawi (*chemisorbed water*) pada permukaan TiO_2 membentuk mono layer dengan mekanisme sebagai berikut:



Gugus OH diabsorpsi pada *oxygen vacancies* katalis. Gugus OH ini tidak stabil sehingga perlu di stabilkan dengan adanya adsorpsi molekul hidrofobik (-R) seperti kontaminan atau senyawa organik seperti gambar 2.7.

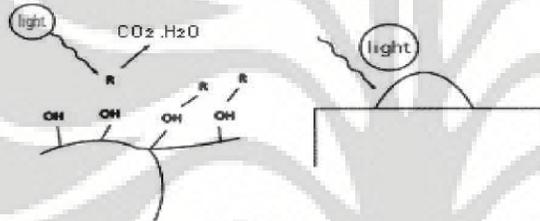


Gambar 2. 7 Adsorpsi molekul *hidrofobik* (Licciulli, 2002).

Tahap 2: Dengan iluminasi cahaya, fotokatalis menguraikan molekul *hidrofobik*, reaksi fotokatalitik yang terjadi adalah:

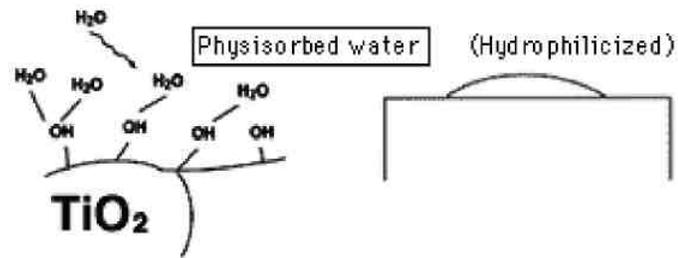


Electron akan mereduksi oksigen yang ada di udara sedangkan *hole* akan mengoksidasi gugus OH yang berasal dari air. Unsur aktif yang bertanggung jawab terhadap penghancuran kontaminan dalam banyak kasus adalah radikal *hidroksil* $\bullet OH$ dengan potensi oksida yang sangat tinggi. Radikal yang tidak stabil dan sangat reaktif ini mengoksidasi hampir semua senyawa organik, dengan adanya radikal OH maka senyawa organik yang menempel dipermukaan akan dioksidasi, seperti Gambar 2.8.



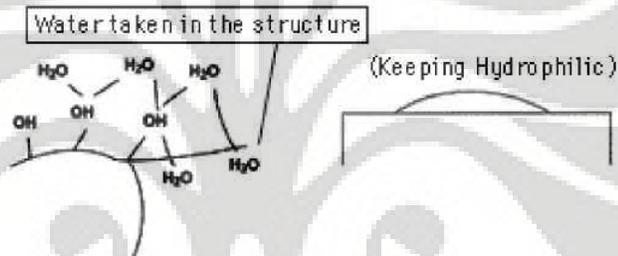
Gambar 2. 8 Dekomposisi molekul *hidrofobik* (Licciulli, 2002).

Tahap 3: *chemisorbed water* akan berikatan dengan air yang sampai atau dekat dengan permukaan secara fisik (*physisorbed water*). Kandungan hidroksil-hidroksil ini mengikat H_2O dengan baik dengan adanya ikatan *Van Der Waals* dan ikatan hydrogen. Dari kandungan hidroksil yang semakin bertambah seiring meningkatnya komposisi silika pada katalis (Guan, 2005). Gugus hidroksil memiliki ikatan hydrogen dan *Van der Waals* yang mampu menarik air sehingga teradsorb pada permukaan katalis dengan lebih baik. Semakin banyak gugus hidroksil, maka air yang teradsorb semakin banyak, seperti Gambar 2.9.



Gambar 2. 9 Terjadinya ikatan antar air dengan air (Licciulli, 2002).

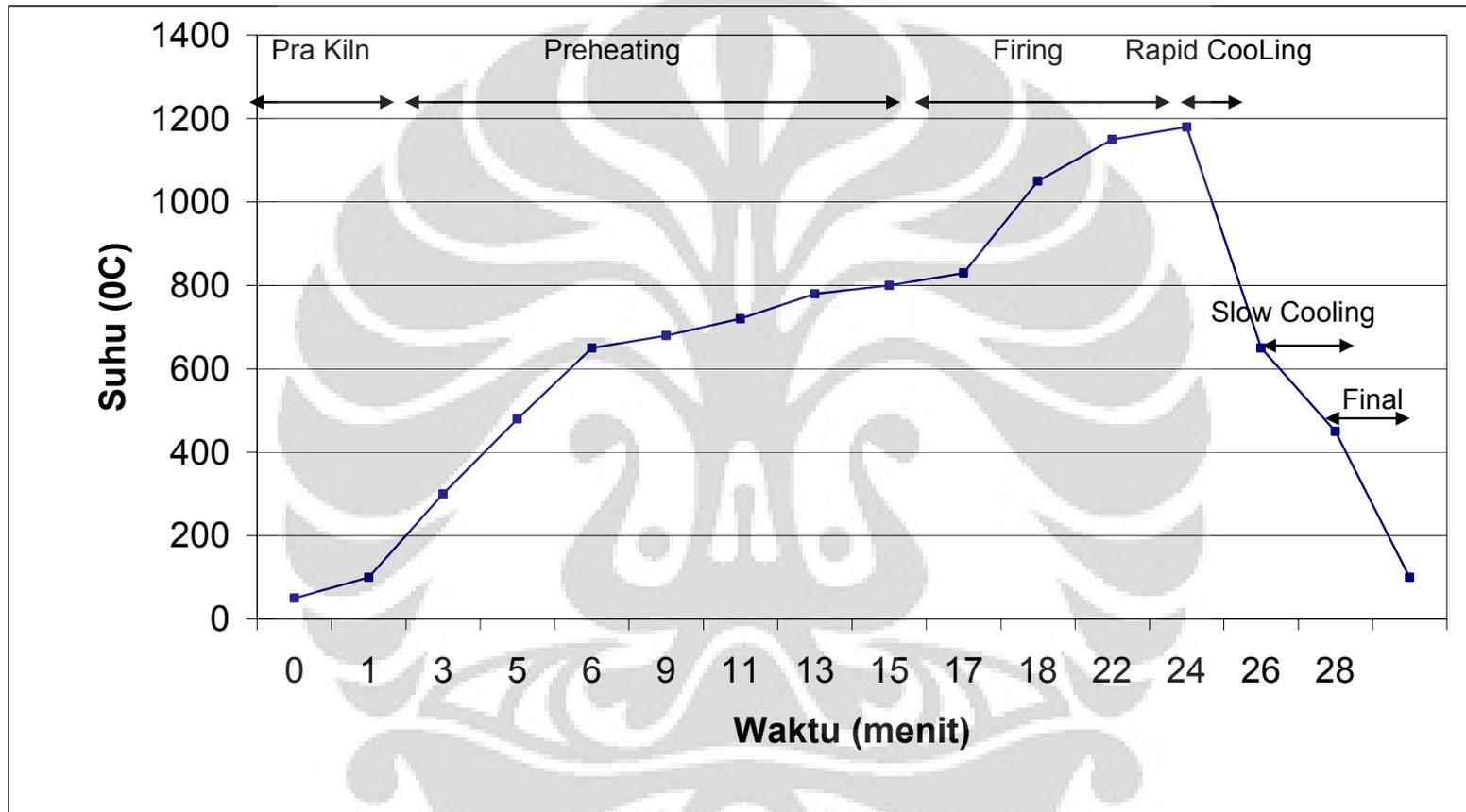
Tahap 4: *Physisorbed water* berdifusi ke dalam TiO_2 melalui permukaan dan ikatan air akan membentuk dan mulai stabil. Karena hal ini permukaan yang dilapisi menjadi semakin hidrofilik, seperti Gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Difusi air ke dalam TiO_2 (Licciulli, 2002).

2.7 Firing

Proses pembakaran merupakan tahap yang paling penting dan sangat menentukan terhadap mutu ubin keramik yang dihasilkannya. Oleh karena itu, para pekerja yang menangani proses ini haruslah dipilih orang-orang yang menguasai teori dan teknik perpindahan panas, aliran gas dalam tungku, trayek pembakaran dan lain-lain.



Gambar 2. 11 Tahapan pembakaran keramik

Tahap-tahap yang terjadi pada saat pembakaran pada Kiln secara garis besar adalah sebagai berikut :

1. **Drying zone / prakiln (100-180 °C)**

Zona ini dipanasi oleh hasil pembakaran yang di dapat dari *pre heating zone* dengan menggunakan *smoke fan*. Tujuan dari zone ini adalah untuk mengurangi kadar air dari 4-6% sampai 0,5-1%. Sehingga pada saat memasuki proses pembakaran tidak terjadi *thermal shock*.

2. **Preheating Zone (300°C-900 °C)**

Peristiwa yang terjadi:

a. **Pelepasan Air Terabsorpsi**

Setelah pengeringan, masih terdapat sisa air terabsorpsi (air pori) sebesar 1-3 %. Ini akan dilepaskan pada daerah pemanasan antara 25-200 °C. Tahap ini harus dilakukan hati-hati.

b. **Inverse kuarsa**

Tahap ini merupakan transformasi allotrope kuarsa dari α quartz menjadi β quartz.

c. **Peruraian Zat-Zat Organik (200-300 °C)**

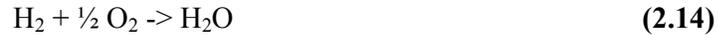
Pada daerah suhu ini, zat-zat organik yang sering terdapat dalam ball clay mengalami peruraian secara pirolisa. Suatu rangkaian proses fisik dan kimia terjadi selama proses pirolisis yang dimulai secara lambat pada $T < 350$ °C reaksi terbakarnya zat organik menjadi gas CO, CO₂, dan H₂O. Pembakaran akan terjadi pada tahap berikutnya.

d. **Pembakaran Zat-Zat Organik (300-500 °C)**

Zat-zat organik seperti bahan perekat organik atau lainnya akan terbakar pada zone ini dan kekuatan ubin pada tahap ini akan menurun sehingga pada zone ini kerusakan ubin mudah terjadi. Selang pada temperatur antara 300-500 °C komponen organik dan pengotor (biasanya karbon atau gugus CH dari jenis bituminus, selulose, grafit, dll) akan terbakar menjadi Hasil reaksi tersebut adalah CO₂ dan H₂O yang secara berurutan direduksi ketika kontak dengan arang yang diproduksi pada pirolisis. Reaksi yang terjadi pada proses pembakaran adalah:



Reaksi pembakaran lain yang berlangsung adalah oksidasi hidrogen yang terkandung dalam bahan bakar membentuk kukus. Reaksi yang terjadi adalah:



e. Pelepasan Air Kristal (450-700 °C)

Air kristal (air konstitusi) dari mineral-mineral lempung akan terlepas pada daerah suhu ini. Reaksi pelepasan air kristal ini menyerap banyak panas (sangat endotermik), sehingga suhu dalam tungku hampir konstan dan perbedaan suhu ubin dengan gas cukup besar.

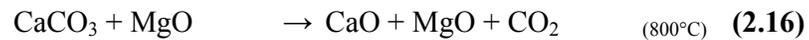
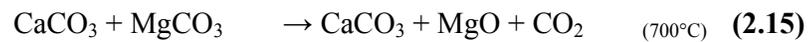
f. Perubahan Sisa-Sisa Karbon dan Belerang (700-800 °C)

Pada daerah suhu ini belerang dan sisa-sisa karbon yang belum terbakar menjadi CO₂ dan SO₂ atau SO₃. Kalau perlu pembakaran ditahan pada suhu 800 °C dan dengan supply udara berlebih, agar seluruh gas-gas tersebut benar-benar telah keluar. Kalau tidak, maka akan terjadi kendala yang tak diharapkan. Hal ini terjadi karena pada suhu di atas 800 °C vitrifikasi akan mulai terjadi, sehingga kemungkinan gas-gas yang belum keluar akan terkurung karena bagian luar tak dapat ditembus lagi. Ini akan menyebabkan body ubin akan mengembang. Dan jika karbon dan belerang itu belum terbakar habis, maka dibagian tengah akan menimbulkan inti hitam (black core). Ini dapat dilihat jelas pada hasil bakaran biskuit yang kurang sempurna jika biskuit itu dipecahkan.

Penguraian karbonat kalsit, magnetit dan dolomit terjadi juga pada selang temperature ini. Mineral-mineral tersebut terurai menjadi oksida murni CaO dan / atau MgO plus gas CO₂. Temperatur disosiasi berikut ini dapat diberikan untuk mineral murni :

- Kalsium Karbonat (CaCO₃): pada suhu ± 800 °C menjadi CaO + CO₂
- Magnesium Karbonat (MgCO₃): pada suhu ± 350 °C menjadi MgO + CO₂ .

- Kalsium dan Magnesium Karbonat (CaCO_3 dan MgCO_3): pada suhu $\pm 700\text{ }^\circ\text{C} - 800\text{ }^\circ\text{C}$:



3. Firing Zone ($900\text{-}1.080\text{ }^\circ\text{C}$)

Fungsi utama dari firing zone ini adalah membentuk keramik dengan:

- Kedataran yang diinginkan.
- Dimensi yang diinginkan.
- Kehomogenan.

Peristiwa yang terjadi :

Tahap Vitrifikasi ($800\text{ }^\circ\text{C}$ ke atas)

Setelah suhu pembakaran melewati $800\text{ }^\circ\text{C}$, maka feldspar-feldspar alkali mulai melebur dan melarutkan sebagian kuarsa bebas. Larutan akan mengisi pori-pori atau ruang-ruang antar partikel. Body ubin akan mengalami penyusutan banyak. Oleh karena itu kita harus hati-hati agar tidak terjadi perubahan bentuk. Diatas suhu $1.100\text{ }^\circ\text{C}$ mulai terbentuk mullit sebagai hasil reaksi suhu tinggi dari kaolinit. Kristal mullit ini berbentuk jarum-jarum yang halus dan akan memperkuat badan ubin.

4. Rapid Cooling.

tahap ini meliputi interval antara temperatur maksimum pembakaran dan bersuhu sekitar $600\text{ }^\circ\text{C}$. Proses ini dirancang untuk mendinginkan ubin sesegera mungkin, tetapi tidak boleh berlanjut ke titik dimana proses transformasi alotropi quartz berlangsung ($573\text{ }^\circ\text{C}$). Karena tahap ini melibatkan penurunan temperatur yang tajam dan kembalinya body dan glaze ke keadaan padatnya, maka tidak diragukan lagi tahap ini merupakan tahap yang sangat kritis di seluruh proses pembakaran.

5. Slow cooling ($450\text{ }^\circ\text{C}$)

Tahap ini merupakan tahapan dimana transformasi alotropi quartz yang sangat lembut terjadi, sebuah peristiwa yang melibatkan penurunan yang tajam dalam volume body keramik. Proses pendinginan harus berlangsung secara lambat

dan perlahan agar proses transformasi berlangsung secara serempak di seluruh keramik, atau kecenderungan yang terjadi pada keramik yang sudah keras akan dengan mudah menghasilkan karakteristik cracking yang tampak seperti retakan yang halus, berkilaunan dengan ujung yang tajam.

6. Final (100 °C).

Tahap ini merupakan proses pendinginan, yang memberikan pengaruh yang besar terhadap warna dan penampakan hasil bakaran. Ini berkaitan dengan ukuran butir dan pemuai termal dari body. Pada umumnya tak ada masalah dalam mutu kalau periode pendinginan cukup panjang, tetapi itu tidak ekonomis. Kerenanya semakin cepat hasil bakaran didinginkan, akan semakin efisien, tetapi hendaknya dalam daerah yang tidak menimbulkan efek yang buruk terhadap ubin.

2.8 Karakterisasi Katalis

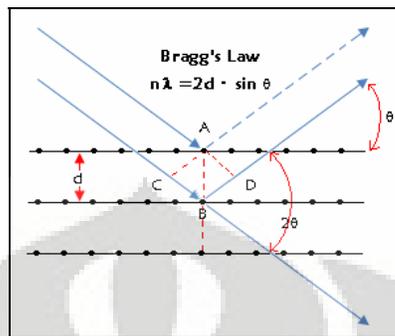
Karakterisasi katalis bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik dari katalis TiO₂ yang terbentuk. Karakterisasi katalis yang dilakukan pada penelitian ini adalah XRD. Karakterisasi ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang terbentuk.

2.8.1 Karakterisasi XRD (*X-ray Diffraction*)

Tujuan karakterisasi dengan menggunakan XRD ialah untuk menganalisa struktur kristal serta ukuran kristal pada setiap fasa tersebut (Slamet, 2005). 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.

Menurut Bragg, didalam atom-atom yang 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 2.12 memperlihatkan pola difraksi sinar X.



Gambar 2. 12 Pola difraksi sinar X (Buhrke, 1998).

Hasil pengukuran XRD ini berupa harga intensitas dan nilai panjang celah pada sudut 2θ tertentu. Berdasarkan hukum Bragg, maka didapatkan (Buhrke, 1998).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.17)$$

dimana:

λ = 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

θ = sudut pengukuran (sudut difraksi, $^{\circ}$)

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 TiO_2 dengan mencocokkan pola intensitas sampel dengan pola intensitas standar yang ada.

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

$$X = \left(1 + \frac{0.8I_A}{I_R} \right)^{-1} \quad (2.18)$$

dimana:

X = fraksi berat rutile 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 Scherrer (Suryanarayana, 1998).

$$L = \frac{0.89\lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (2.19)$$

dimana:

L = ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X (Cu K_{α} =0.15418 nm)

β = lebar setengah puncak gelombang tertinggi (rad)

θ = sudut pengukuran

2.9 Contact Angle Meter

Salah satu karakterisasi dari TiO₂ adalah sifatnya yang hidrofilik. Sifat hidrofilik mempunyai peranan yang sangat penting untuk mendapatkan sifat self cleaning pada permukaan keramik. Sifat hidrofilik ditentukan dengan pengukuran sudut kontak. Dengan demikian penentuan sudut kontak suatu permukaan dengan cairan dilakukan untuk mengetahui adanya sifat hidrofilik dari permukaan yang dilapisi katalis (Kata, 2000). Dalam pengukuran, cairan ditetaskan pada permukaan substrat dengan disinari cahaya UV, kemudian sudut kontak yang terbentuk diukur dengan menggunakan alat yang bernama Contact Angle Meter. Jika sudut kontak > 10 ° maka permukaan bersifat hidrofobik sedangkan bila permukaan memiliki sudut kontak < 10 ° maka bersifat hidrofilik.

2.10 Uji Kekuatan Mekanik Lapisan TiO₂ Pada Keramik

A. Ketahanan Terhadap Asam dan Basa

Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui apakah keramik memiliki ketahanan terhadap asam dan basa. Keramik diberikan asam dan basa dengan konsentrasi tinggi pada bagian atas permukaan keramik lalu didiamkan selama 24 jam. Apabila terdapat bercak bekas asam atau basa maka keramik tersebut tidak tahan terhadap asam dan basa.

B. Ketahanan terhadap gesekan

Ketahanan keramik terhadap gesekan. Pengujian dilakukan dengan menempatkan keramik pada mesin abrasi yang dilengkapi dengan bola besi dan pengatur kecepatan putaran. Keramik diputar pada putaran kecepatan tertentu dengan berat bola besi yang disesuaikan sampai terdapat tanda gesekan pada permukaan.

C. Pengujian Ketahanan Asam-Basa

Untuk mengetahui ketahanan keramik terhadap asam-basa maka dilakukan pengujian dengan mengkontakkan cairan asam atau basa dengan permukaan keramik dalam wadah tertutup selama 24 jam. Keramik dinyatakan tahan terhadap asam atau basa jika setelah 24 jam dilakukan pengujian kembali dengan menarik garis dengan pensil pada permukaan keramik, garis-garis tersebut dapat dihapus.

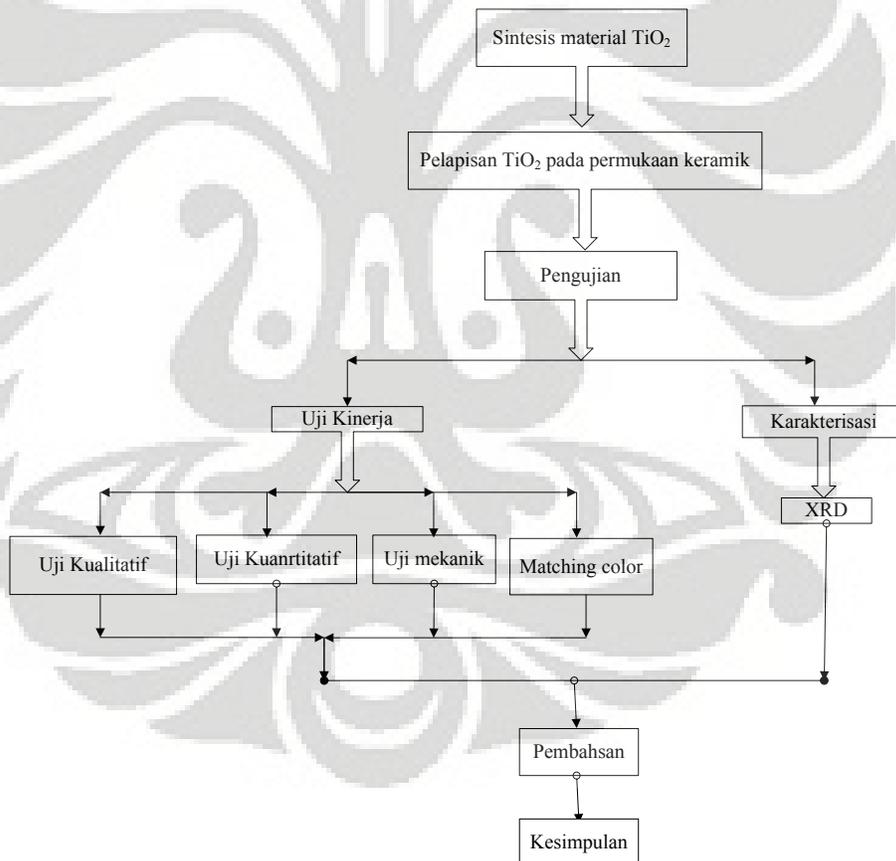
D. Pengujian Matching Colour

Untuk mengetahui apakah pelapisan TiO_2 pada keramik akan menyebabkan perbedaan penampakan warna antara keramik standar dengan keramik yang dilapisi, maka dapat digunakan pengujian matching colour dengan menggunakan ACS (Applied Colour System).

BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Secara umum, tahapan dari penelitian yang dilakukan terdiri dari tahapan sintesis nanomaterial TiO₂, tahap pelapisan film TiO₂ pada media keramik, karakterisasi material fotokatalis, uji material untuk *self-cleaning*, uji kekuatan mekanik dan pengujian *matching color*. Secara keseluruhan tahapan tersebut dapat digambarkan pada Gambar 3.1 berikut ini. Pelapisan TiO₂ pada permukaan keramik



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3. 2. Lokasi penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Alam (RPKA) Departemen Teknik Kimia FT-UI dan R & D PT. KIA SERPIH MAS. Penelitian ini diawali dengan tahap preparasi katalis yang dilakukan di laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Alam (RPKA) Departemen Teknik Kimia FT-UI, dilanjutkan dengan pelapisan, kalsinasi, pengujian mekanik dan *matching color* dilakukan di R & D PT. KIA SERPIH MAS. Sedangkan uji *self-cleaning* dilakukan di dalam ruangan (kamar mandi dan dapur), untuk luar ruangan dilakukan di atap rumah. Beberapa jenis pengujian dan karakterisasi dilakukan di tempat lain seperti:

1. Karakterisasi XRD : Departemen Teknik Metalurgi FT-UI
2. Pengukuran sudut kontak : Laboratorium P3TIR BATAN Pasar Jumat

3.3 Peralatan Penelitian

3.3.1 Peralatan Sintesis Nanomaterial TiO₂

- Gelas Beaker (wadah dan tempat mereaksikan zat).
- Gelas ukur
- Corong (alat untuk menuang atau menyaring zat).
- Spatula (alat untuk mengaduk larutan).
- Pipet tetes (alat untuk mengambil larutan).
- *Stop watch*
- Cawan porselin (alat untuk menimbang zat).
- Oven (alat untuk pemanasan katalis).
- Alat ultrasonifikasi (cole-parmer ultrasonic cleaner 8848)
- Alat *reflux*

3.3.2 Peralatan Karakterisasi

- XRD

3.3.3 Peralatan Uji Kinerja Nanomaterial

- Pengukuran sudut kontak
- Peralatan penggetesan kekuatan gesek, kelicinan dan asam-basa

3. 4. Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

A. Preparasi katalis

- Keramik
- Titanium Isopropoxide bis Acetic Acetonat ($\text{Ti}(\text{OPr})_4 \text{AcAc}$)
(Aldrich-75% berat)
- Polyetylen glycol (PEG) BM 2000 (MERCK – Schuchardt)
- TEOS 98%
- Etanol (*analytical grade*)
- H_2O (*demin Milipore*)
- HCl (37% berat)
- HNO_3
- Tissue.

3. 5. Prosedur Percobaan

3.5.1. Sintesis Nanomaterial TiO_2

Tahapan ini bertujuan untuk mendapatkan fotokatalis film TiO_2 dalam ukuran nano (<20 nm). Fotokatalis TiO_2 disintesis dari TiAcAc dengan metode sol-gel. Aditif yang digunakan adalah poliethylene glycol (PEG) 2000 dan SiO_2 . Larutan utama untuk pelapisan TiO_2 pada kaca dilakukan dengan menggunakan campuran antara *Titanium Isopropoxide bis acetic acetone* [$\text{Ti}(\text{OPr})_4 \text{AcAc}$] (Aldrich, 75%), etanol (*analytical grade*), H_2O (*demin Milipore*), HCl (37%), serta HNO_3 . Preparasi katalis untuk menghasilkan nanomaterial dengan penambahan dopan PEG serta SiO_2 dengan kondisi optimum yang didapat dari penelitian sebelumnya (Mustikasari, 2007). Penjelasannya adalah sebagai berikut.

A. Pembuatan sol

Pembuatan sol diawali dengan cara melarutkan *titanium isopropoxide bis acetic acetонат* [Ti(OPr)₄ AcAc] (12.3 ml) ke dalam etanol (30 ml). Selanjutnya dibuat pula larutan kedua yaitu campuran antara H₂O (0.9 ml) yang telah melalui proses demineralisasi menggunakan *milipore*, HCl (0.1 ml) dan etanol (20 ml). Larutan pertama dan kedua ini kemudian dicampur dan dilakukan variasi penambahan H₂O terhadap volume penggunaan *titanium isopropoxide bis acetic acetонат* [Ti(OPr)₄ AcAc]. Untuk larutan yang digunakan untuk penelitian variasi rasio volume TiAcAc/H₂O, rasio volume yang digunakan adalah 1/5, 1/10 dan 1/15.

Pada masing-masing larutan ditambahkan PEG 2000 dengan komposisi 15% berat. Untuk percobaan yang menggunakan SiO₂ dilakukan sintesis SiO₂ terlebih dahulu dari larutan TEOS. Larutan Si ini merupakan campuran dari larutan TEOS 98% (20 ml) dengan air (3 ml), HNO₃ (0,26 ml) dan etanol (80 ml). Larutan Si ini kemudian direfluks selama kurang lebih 2 jam pada *hot plate* menggunakan skala 1 (75°C). Refluks dilakukan untuk mempercepat proses hidrolisis TEOS. Setelah itu kedua larutan yaitu larutan Ti yang telah ditambah PEG dan larutan Si dicampurkan bersama membentuk sol katalis dengan komposisi persen berat yang diinginkan. Pada penelitian ini, penambahan Si yang dilakukan adalah 30% dari berat katalis yang dihasilkan. Larutan yang telah divariasikan komposisinya tersebut selanjutnya disonikasi dengan *cole-parmer ultrasonic cleaner 8848* selama 30 menit supaya larutan yang terbentuk menjadi lebih homogen. Larutan yang terbentuk berwarna kekuning-kuningan dan transparan. Semakin besar penambahan H₂O ke dalam larutan, maka larutan yang terbentuk pun warnanya semakin bening dan transparan. .

B. Pelapisan Keramik untuk Menentukan Variasi Rasio TiAcAc/H₂O yang Optimum

Prosedur yang dilakukan yaitu :

1. Keramik mentah ukuran 30 x 30 cm lalu dispray larutan TiAcAc/H₂O 1/5, 1/10 dan 1/15 , dengan volume spray sebanyak 10 mL.

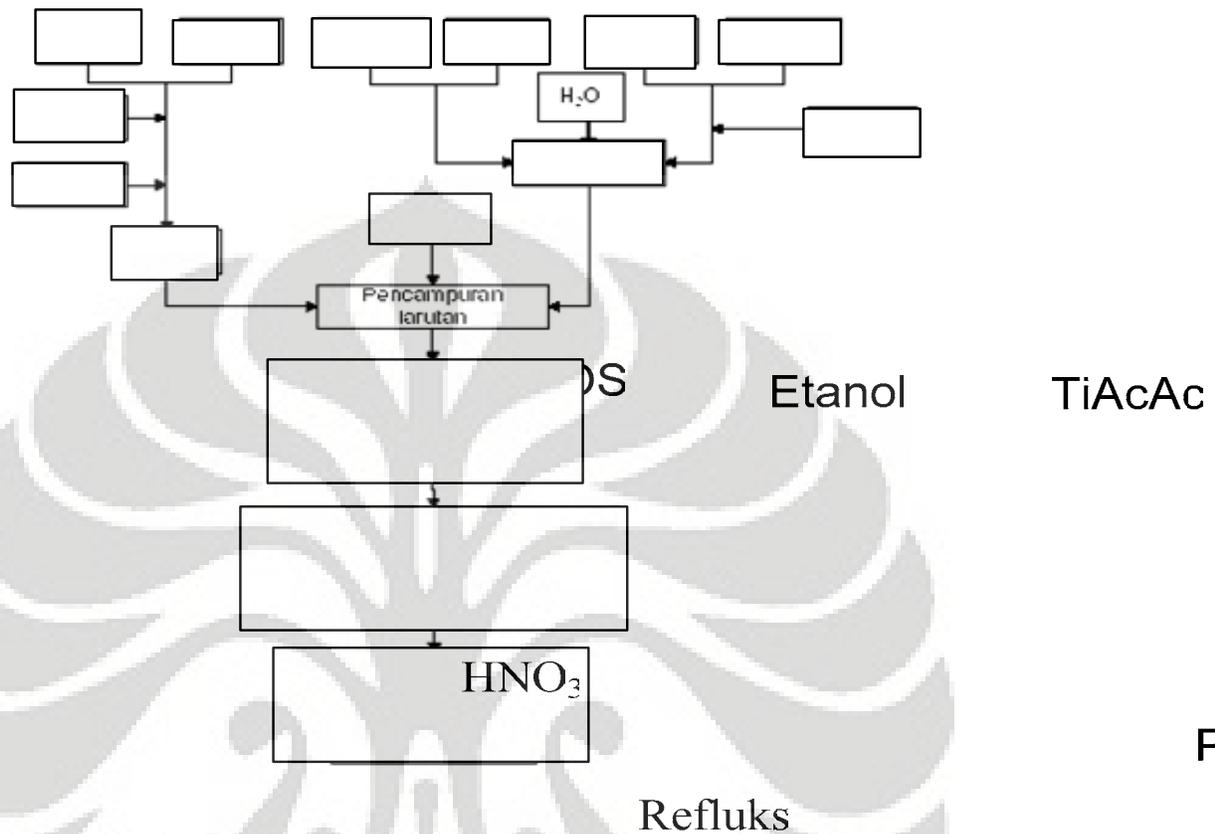
2. Keramik tersebut lalu dipotong-potong menjadi potongan keramik berukuran 2.5 x 6.5 cm.
3. Keramik tersebut lalu dibakar di Kiln selama 30 menit pada suhu 1000°C-1180°C, sampai menjadi keramik jadi.
4. Keramik yang sudah jadi kemudian diukur sudut kontaknya untuk mengetahui konsentrasi TiO₂ yang memberikan nilai sudut kontak yang optimum.

C. Pelapisan Keramik Untuk Menentukan Volume Spray TiO₂ Optimum

Prosedur yang dilakukan yaitu :

1. Keramik mentah ukuran 30 x 30 cm dispray larutan TiO₂ dengan variasi volume spray sebanyak 10, 15, 20, dan 25 mL.
2. Keramik tersebut lalu dipotong-potong menjadi potongan keramik berukuran 2.5 x 6.5 cm.
3. Keramik tersebut lalu dibakar di Kiln selama 30 menit pada suhu 1000°C-1180°C, sampai menjadi keramik jadi.
4. Keramik yang sudah jadi kemudian diukur sudut kontaknya untuk mengetahui volume spray TiO₂ yang memberikan nilai sudut kontak yang optimum.

Tahapan sintesis material nano dan pelapisan pada keramik tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.2 berikut ini:



Gambar 3. 2 Tahapan sintesis material nano dan pelapisan pada keramik.

3.5.1.1 Variabel utama:

- Jenis aditif (PEG, SiO₂)
- Rasio Volume TiAcAc/H₂O

3.5.1.2 Variabel terikat:

- Struktur dan ukuran kristal TiO₂ (XRD)

3.5.2 Karakterisasi nanomaterial TiO₂

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari material yang telah dipreparasi. Data hasil karakterisasi katalis dapat digunakan sebagai

Masukan Ke dalam (Kiln) selama 35 maksimum

Universitas Indonesia

parameter keberhasilan preparasi fotokatalis dan sebagai bahan optimasi fotokatalis. Karakterisasi yang dilakukan terdiri dari:

3.5.2.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dari katalis TiO_2 yang berada pada permukaan keramik dengan mengetahui *peak-peak* sampel dibandingkan dengan *peak-peak* standar. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia Depok. Sampel yang dianalisa adalah keramik dengan ukuran dengan diameter 1 cm, yang telah diberikan katalis TiO_2 dengan penambahan 15% PEG 30% SiO_2 (%berat). Analisis dilakukan dengan menggunakan X-Ray $\text{Cu K}\alpha$ dengan menggunakan tabung Cu, tegangan 40 kV, arus 35 mA dan jangkauan sudut difraksi $2\theta = 20^\circ\text{-}55^\circ$.

Proses pengujian dengan XRD sebagai berikut :

- Sampel keramik dengan ukuran diameter 1 cm diletakkan dengan tegak pada tabung Cu yang digunakan.
- Pengujian sampel dapat diawali oleh penembakan sinar X-Ray yang akan dipancarkan kembali oleh sampel dan hasil pemancarannya tersebut akan dideteksi oleh detektor yang bergerak mengelilingi sampel sesuai dengan jangkauan sudut yang telah ditentukan sebelumnya. Jangkauan sudut yang digunakan adalah $20^\circ\text{-}55^\circ$.
- Hasil pemancaran yang telah terdeteksi tersebut kemudian akan 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 di peroleh, kemudian akan didapatkan struktur kristal yang sesuai dengan data.

3.5.2.2 Variabel utama

- Jenis aditif (PEG, SiO_2)

- Rasio Volume TiAcAc/H₂O

3.5.2.3 Data yang diambil

- Pola difraksi sebagai fungsi sudut difraksi (XRD)

3.5.2.4 Pengolahan data

- Struktur kristal *anatase-rutile*
- Ukuran kristal *anatase-rutile*

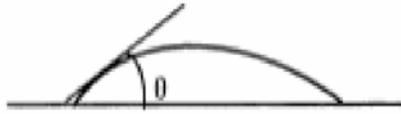
3.5.3 Uji Kinerja Nanomaterial TiO₂

Tujuan dari tahapan ini adalah untuk mengetahui kinerja atau aktivitas dari film TiO₂ yang meliputi sifat fotokatalitik, sifat *hidrofilik* dan efek *self cleaning*. Pengujian akan dilakukan secara kuantitatif dan kualitatif melalui pengamatan visual menggunakan kamera.

3.5.3.1 Metode uji kinerja

1. Uji Kuantitatif

Sifat *hidrofilik* diuji dengan cara mengukur sudut kontak tetesan air pada permukaan film TiO₂ dengan *contact angle meter*. Penentuan sudut kontak air dengan permukaan dilakukan untuk mengetahui adanya efek *hidrofilik* atau *hidrofobik* suatu permukaan. Satu tetes cairan atau *droplet* ditetaskan pada permukaan substrat kemudian ditentukan sudut kontak yang terbentuk (Gambar 3.3). Jika sudut yang terbentuk besar, maka permukaan bersifat *hidrofobik*. Sedangkan jika *droplet* langsung menyebar membasahi permukaan dan sudut yang terbentuk kecil ($< 5^\circ$) maka permukaan dapat dikatakan *hidrofilik*. Besarnya sudut kontak yang terbentuk dapat dipengaruhi oleh banyak faktor antara lain: komposisi, ukuran dan jumlah pori, *capillary force*, geometri permukaan, dan jumlah .OH teradsorb pada film.



Gambar 3. 3 Skema pengukuran sudut kontak dari droplet (Guan 2005).

Analisa sudut kontak dilakukan pada keramik yang dilapisi TiO_2 diberikan penambahan PEG dan SiO_2 dan tidak dilapisi dengan TiO_2 . Pengukuran sudut kontak ini menggunakan alat yang dinamakan *contact angle meter* merek FACE milik BATAN Ps. Jumat. Sudut kontak diukur dengan mikroskop yang dipasang secara horizontal terhadap sampel pada temperatur ruang ($\pm 25^\circ\text{C}$). Tahap-tahap pengujian katalis film dengan alat *contact angle meter* adalah sebagai berikut:

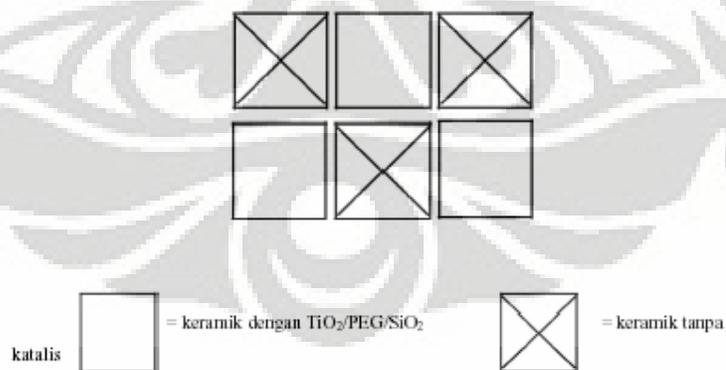
- Memasang tabung injeksi dan mengisinya dengan air untuk digunakan pada droplet regulator.
- Menyalakan tombol ON dan mengeset knob pada skala antara 40-50.
- Tabung injeksi kemudian dipasangkan ke dalam droplet regulator dan diatur fokus dan ketinggiannya hingga ujung jarum yang terlihat dari kaca optik berada pada skala 40.
- Meletakkan sampel pada piringan sampel dan mengatur ketinggian levelnya pada skala 0.
- Memutar droplet regulator searah jarum jam hingga terlihat butiran air pada kaca optik hingga berada pada skala 20.
- Mengangkat piringan sampel hingga menyentuh droplet dan droplet akan berpindah ke permukaan sampel.
- Mengatur fokus dan mengukur sudut kontak air selama selang waktu tertentu.



Gambar 3. 4 Alat Contact Angle Meter

2. Uji kualitatif

Uji kualitatif terhadap efek *self cleaning* dilakukan dengan cara meletakkan sejumlah bahan keramik berlapis film TiO_2 dan keramik tanpa pelapis TiO_2 sebagai pembanding. Keramik yang telah dan tidak dilapisi katalis TiO_2 diletakkan secara selang-seling untuk mengevaluasi sejauh mana kemampuan *self-cleaning* dari katalis $\text{TiO}_2/\text{PEG}/\text{SiO}_2$ yang akan dibandingkan dengan keramik tanpa katalis. Keramik diletakkan di tempat terbuka, kamar mandi dan dapur selama 2 bulan. Selama kurun waktu tersebut, akan diamati secara visual permukaan kedua jenis keramik tadi (diambil gambar dengan kamera) untuk mengetahui ada tidaknya kotoran yang menempel.



Gambar 3. 5 Ilustrasi uji kualitatif *self-cleaning*

3. Uji kekuatan terhadap goresan/gesekan

Pengujian kekuatan terhadap goresan/gesekan dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis TiO_2 pada media keramik. Pada dasarnya pengujian ini bertujuan untuk mengetahui ketahanan permukaan keramik dengan penambahan katalis dengan keramik tanpa katalis terhadap pengaruh gesekan beban berat.

Pengukuran uji kekuatan keramik terhadap gesekan menggunakan alat menggunakan PEI method (Wet Abrasive Load) milik PT. KIA Karawang. Tahap-tahap pengujian dilakukan sebagai berikut:

- menggunakan PEI method (Wet Abrasive Load) dengan komposisi bola-bola baja (abrasive) sebagai berikut :

Tabel 3. 1 Ukuran bola-bola yang digunakan pada alat abrasi

Diameter (mm)	Berat (gram)
5	70
3	52,5
2	43,75
1	8,75

Toleransi ukuran bola-bola baja 10%

- komponen lai yang digunakan adalah 3 gram campuran Al_2O_3 putih dan 20 ml aquadest.
- siapkan tile yang bersih tidak ada cacat permukaan.
- bersihkan permukaan tile dengan larutan pembersih (alkohol/methanol), lalu lap sampai kering.
- letakan bola-bola baja (abrasive) diatas permukaan tile yang akan di uji, kemudian lakukan putaran dengan jumlah putaran masing-masing 150, 300, 450, 600, 750, 900, 1200, dan 1500.
- setelah selesai cuci tile yang di uji dengan air mengalir dan keringkan dengan dryer pada 100^0C , jika kotor oleh oksida besi, bersihkan dulu dengan HCL 10% sebelum dicuci dengan air.

- Data yang diambil adalah tingkat ketahanan gesekan, dengan istilah CLASS.
- Penentuan CLASS didasarkan pada tingkat kegagalan terhadap abrasi, seperti tertera dalam tabel berikut :

Tabel 3. 2 Tingkat kegagalan terhadap abrasi berdasarkan CLASS

Tingkat Abrasi, permukaan keramik terlihat buram dalam putaran	CLASS
150	1
300,450,600	2
750,900,1200	3
> 1500	4

4. Uji koefisien gesek/ *slipperness*

Pengujian koefisien gesek/ *slipperness* dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis TiO₂ pada media keramik. Pada dasarnya pengujian ini bertujuan untuk mengetahui tingkat keamanan tegel terhadap pijakan pada permukaan keramik dengan penambahan katalis dengan keramik tanpa katalis.

Pengukuran uji koefisien gesek/ *slipperness* keramik menggunakan alat *slipperness* meter DIN 51130 milik PT. KIA Karawang. Tahap-tahap pengujian dilakukan sebagai berikut:

- alat yang digunakan adalah alat pengukur koefisien gesek/ *slipperness* meter DIN 51130
- siapkan sampel yang akan di ukur (produksi floor tile) sesuai kebutuhan.
- bersihkan permukaan sampel dengan spon atau lab basah dan biarkan sampai kering, jangan sampai ada kotoran seperti debu atau minyak, karena akan mempengaruhi koefisien gesek.
- letakan sampel pada tempat yang datar dan susun rapat-rapat

- letakan instrument *slipperness* diatas sampel yang akan diukur, dengan posisi kaki *slipperness* di atas nat, tetapi harus berada di atas permukaan tegel.
- *setting* waktu *integerasi* yang diinginkan (1,2,5,10 atau 15 detik)
- hidupkan *slipperness* maka akan mterlihat di display angka yang menunjukan koefisien geseknya.

Tabel 3. 3 Tabel klasifikasi floor tile bedasarkan data koefisien gesek (μ)

koefisien gesek (μ)	Keterangan
$(\mu) < 0,19$	sangat jelek (berbahaya atau tidak aman)
$0,20 < (\mu) < 0,39$	Jelek (Standart keamanan yang normal)
$0,40 < (\mu) < 0,74$	Bagus (aman dalam kondisi normal)
$0,75 < (\mu)$	Bagus sekali (tetap aman dalam kondisi basah)

5. Uji pengaruh katalis terhadap *matching color*

Pengujian pengaruh katalis terhadap warna keramik, dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis TiO_2 pada media keramik, terhadap kestabilan warna produk keramik yang diberikan katalis dan tanpa katalis.

Pengukuran uji pengaruh katalis terhadap warna keramik menggunakan alat ACS milik PT. KIA Karawang. Tahap-tahap pengujian dilakukan sebagai berikut:

- aplikasikan glaze dengan penambahan katalis dengan tanpa penambahan katalis diatas keramik berengobe
- bakar bersama dengan satu kondisi *kiln*
- bersihkan permukaan sampel dengan spon atau lab basah dan biarkan sampai kering
- nyalakan alat ACS kemudian kalibrasi
- masukan sampel non katalis lalu tekan enter
- kemudian masukan sampel dengan penambahan katalis lalu tekan enter
- maka akan keluar nilai L,a,b dan (ΔE)

- dengan ACS tentukan hasil warna tes bakar, sampel dinyatakan ”pass” adalah yang mempunyai perbedaan warna (ΔE) kurang dari 0,5

6. Uji pengaruh katalis terhadap ketahanan bahan-bahan kimia

Pengujian pengaruh katalis terhadap ketahanan bahan-bahan kimia, dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis TiO_2 pada media keramik, terhadap ketahanan bahan-bahan kimia produk keramik yang diberikan katalis dan tanpa katalis.

Pengukuran uji pengaruh katalis terhadap ketahanan bahan-bahan kimia menggunakan bahan penguji yaitu larutan Asam yaitu asam klorida (3% dan 18%) dan asam sitrat (10%) sedangkan larutan Basa yang digunakan KOH (3% dan 18%). Tahap-tahap pengujian dilakukan sebagai berikut:

- Siapkan keramik yang bersih, tidak ada cacat permukaan untuk masing-masing test 5 buah keramik.
- Bersihkan permukaan keramik dengan larutan pembersih (alkohol), lalu lap sampai kering.
- Letakan cylinder glass atau pipa diatas permukaan keramik yang akan diuji
- Masukkan larutan penguji tersebut kedalam cylinder glass atau pipa, hingga tinggi permukaan 20 cm
- Biarkan tertutup rapat selama 24 jam
- Kemudian lakukan test pencil, setelah test pencil bersihkan keramik
- Jika tidak ada bekas guratan pencil, maka dinyatakan (tidak ada efek) begitu pula sebaliknya

3.5.3.2 Variabel utama

- Jenis aditif (PEG, SiO_2)
- Rasio Volume $TiAcAc/H_2O$

3.5.3.3 Data yang diambil

- Sudut kontak tetesan air (dengan *contact angel meter*)

- Gambar kotoran pada keramik (dengan kamera)
- Kekuatan terhadap abrasi
- Pengujian koefisien gesek/ *slipperness*
- kekuatan terhadap asam basa
- Pengaruh warna terhadap keramik (ACS)

3.5.4 Pengolahan dan Analisis Data

Mengacu pada masing-masing data kalibrasi standar maka hasil uji kinerja material dapat dianalisis melalui tabulasi dan regresi (grafik). Analisis data kualitatif (foto/gambaran visual) dilakukan dengan cara membandingkan antara uji sampel (penyangga berlapis TiO₂) dengan uji blangko (penyangga tanpa TiO₂). Analisis kuantitatif dengan mengacu pada keluaran masing-masing uji atau karakterisas.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Katalis

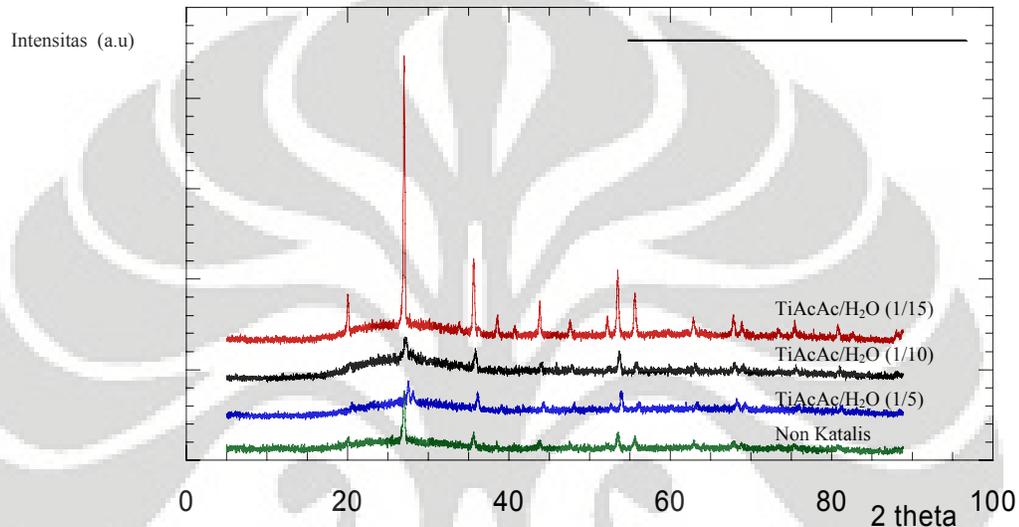
Pada penelitian ini, preparasi katalis $\text{TiO}_2/\text{PEG}/\text{SiO}_2$ dilakukan dengan metode sol-gel pada preparasi awal, untuk menghasilkan larutan yang akan di-*coating* pada media keramik sesuai dengan prosedur yang dijelaskan pada bab sebelumnya. Untuk melapiskan larutan pada media keramik digunakan metode *spray coating*. Katalis yang dipersiapkan antara lain $\text{TiO}_2/\text{PEG}/\text{SiO}_2$, dengan kondisi optimum PEG 15% dengan berat molekul 2000, dan kondisi optimum SiO_2 30% (Mustika, 2007), dengan perbandingan volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ sebesar 1/5, 1/10 dan 1/15. Suhu kalsinasi yang dilakukan penelitian sebelumnya dilakukan pada suhu 520°C selama 2 jam karena pada suhu tersebut dapat memicu terbentuknya fase *anatase* yang merupakan fasa kristal yang paling baik untuk TiO_2 dibandingkan fasa *rutile* dan *brookite*. Pada penelitian ini dilakukan Kalsinasi pada suatu pembakaran (Klin) pada industri keramik dengan suhu awal 100°C - 180°C kemudian suhu maksimal pada pembakaran 1000°C - 1180°C dan suhu pendinginan 450°C - 100°C , proses pembakaran dilakukan selama 30 menit. Pada proses ini diharapkan dapat terbentuknya fase *anatase* yang merupakan fasa kristal yang paling baik dibandingkan fasa *rutile* dan *brookite*, dan juga bertujuan agar alkoksida awal (TiAcAc dan TEOS) dapat berubah menjadi nanomaterial TiO_2 dan SiO_2 . Dengan demikian diharapkan katalis yang terbentuk dapat berupa lapisan film yang tipis pada media keramik, namun dapat menunjukkan performa yang memuaskan.

4.2 Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis yang dilakukan karakterisasi XRD ini bertujuan untuk mengetahui struktur kristal dari katalis TiO_2 yang berada pada permukaan keramik dengan mengetahui *peak-peak* sampel dibandingkan dengan *peak-peak* standar.

4.2.1 Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD ini dilakukan untuk mengetahui struktur kristal yang meliputi jenis kristal dan diameter kristal yang terbentuk, dengan menggunakan media keramik 1cm X 1cm, media keramik tersebut telah dilapisi katalis $\text{TiO}_2/\text{PEG}/\text{SiO}_2$ dengan variasi volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ 1/5, 1/10 dan 1/15. Hasil yang didapatkan dari karakterisasi ini dapat dilihat pada Gambar 4.1 berikut ini :



Gambar 4. 1 Grafik XRD untuk variasi volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/5, 1/10, 1/15) dan non katalis.

Dari karakterisasi XRD dapat dilihat jenis kristal yang dihasilkan dari semua sampel adalah fasa *rutile* (yang terlihat dengan kemunculan *peak* disekitar $2\theta=27^\circ$). Keramik tanpa penambahan katalis mempunyai fasa *rutile*, hal ini disebabkan campuran bahan baku pada pembuatan keramik sudah mengandung TiO_2 , sehingga pada karakterisasi dengan XRD didapat fasa *rutile*.

Hal ini berbeda dengan peneliti sebelumnya (Widuri, 2008) yang mendapatkan fasa *anatase* dari karakterisasi XRD (yang terlihat dengan kemunculan *peak* disekitar $2\theta=25^\circ$). Preparasi pembuatan *sol-gel* dan bahan baku yang digunakan sama, tetapi suhu kalsinasi yang digunakan (Widuri, 2008) berkisar 520°C selama 1 jam dan suhu kalsinasi yang digunakan pada penelitian mulai dari 100°C - 1180°C selama 30 menit. Dengan menggunakan metode dan

bahan baku yang sama, namun jika suhu kalsinasi berbeda, maka akan diperoleh fasa kristal yang berbeda. Suhu kalsinasi pembentukan fasa *anatase* biasanya pada pemanasan TiO_2 mulai dari suhu 120°C dan mencapai sempurna pada 500°C . Pada suhu 700°C mulai terbentuk fasa *rutile* (Tjahjanto, 2001), dengan prekursor TiO_2 yang digunakan titanium (IV) isopropoksida dan suhu kalsinasi 550°C .

Dari hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa struktur kristal yang dihasilkan pada variasi rasio volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ mempunyai ukuran kristal nanometer (nm) antara 60 nm – 77 nm, dan ukuran kristal untuk keramik tanpa penambahan katalis 31 nm. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 4.1:

Tabel 4. 1 Pengaruh Variasi Volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ terhadap ukuran kristal

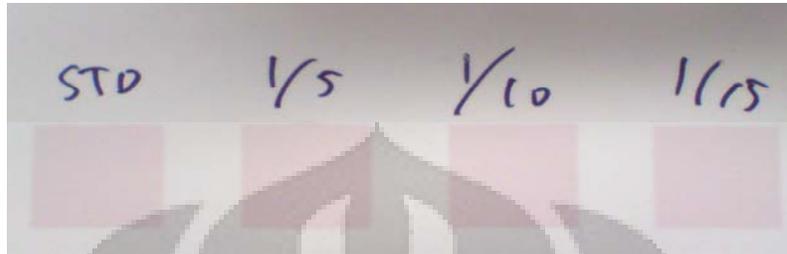
Sampel	Ukuran kristal rutile (nm)
Keramik non katalis	31
$\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/5)	60
$\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/10)	65
$\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/15)	77

4.3 Pengaruh Rasio Volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$

H_2O merupakan komponen yang sangat penting dalam sintesis nanomaterial TiO_2 terutama dengan metode *sol-gel*. Proses *hidrolisis* digunakan dalam metode *sol-gel* karena mampu mengontrol tekstur dan sifat permukaan. Selain itu *alkoksida* dalam *prekursor*, umumnya akan menjadi hambatan dalam aktivitas katalis, sehingga untuk menghilangkannya diperlukan metode *hidrolisis* yang tepat.

Dengan meningkatnya jumlah H_2O pada larutan katalis maka jumlah Ti yang terdapat pada lapisan katalis film TiO_2 akan berkurang, sehingga transparansi katalis pada keramik akan meningkat. Pengaruh rasio volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ terlihat pada awal percobaan, yakni larutan yang terbentuk akan lebih kental atau pekat warnanya. Setelah pelapisan pada keramik kemudian di kalsinasi, maka perbedaan warna tidak terlalu terlihat.

Katalis yang dibuat dengan rasio volume tersebut tidak terlihat perbedaan yang signifikan, jika dilihat secara visual menggunakan kamera *digital* seperti pada gambar 4.2.



Gambar 4. 2 Perbandingan warna antara keramik dengan tanpa katalis dengan keramik dengan penambahan katalis TiO_2 .

Dari gambar 4.2 terlihat penambahan katalis pada keramik tidak ada perbedaan warna dengan keramik standar, untuk membuktikannya maka dalam penelitian ini dilakukan pengujian dengan menggunakan alat spectro color meter SE 2000 untuk melihat dengan analisa spektrometer yang disebut uji *matching color*. Berikut ini adalah data dari perbandingan warna dengan variasi volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ yang berbeda:

Tabel 4. 2 Hasil Uji *Matching Color* Keramik

Variasi $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$	ΔL	Δa	Δb	ΔE
(1/5)	0,09	-0,33	-0,06	0,35
(1/10)	-0,19	-0,17	-0,02	0,26
(1/15)	-0,2	0,04	0,12	0,23

Parameter ΔL menunjukkan perbedaan warna terang atau gelap keramik standar dengan keramik contoh, ΔL yang lebih positif menunjukkan warna yang lebih terang dibandingkan dengan warna standar. Sebaliknya ΔL yang lebih negatif menunjukkan warna yang lebih gelap dibandingkan dengan warna standar.

Parameter Δa menunjukkan perbedaan warna dari merah menuju ke hijau antara keramik standar dengan keramik contoh. Δa yang lebih positif menunjukkan bahwa warna contoh lebih merah dari warna standar, sebaliknya Δa

yang lebih negatif menunjukkan bahwa warna contoh lebih hijau dari warna standar.

Parameter Δb , nilai yang dihasilkan akan menunjukkan perbedaan warna dari kuning menuju ke biru antara keramik standar dengan keramik contoh. Δb yang lebih positif menunjukkan bahwa warna contoh lebih kuning dari warna standar, sebaliknya Δb yang lebih negatif menunjukkan bahwa warna contoh lebih biru dari warna standar.

Bila nilai ΔL , Δa dan Δb semakin mendekati nol maka intensitas warna keramik dengan penambahan katalis makin mendekati intensitas keramik standar. Dari tabel 4.2 dapat dilihat bahwa penambahan konsentrasi TiAcAc/H₂O tidak terlalu mempengaruhi nilai warna dibandingkan dengan warna keramik standar (tanpa penambahan katalis).

Pada tabel 4.2 terlihat nilai ekuivalen ΔE (menunjukkan akumulasi dari parameter ΔL , Δa , dan Δb yang dibandingkan terhadap warna standar) dibawah nilai 0,5. Syarat nilai ΔE pada PT.KIA ($\Delta E \leq 0.5$), dari nilai tersebut penambahan katalis TiO₂/H₂O masih masuk dalam batas nilai yang telah ditetapkan PT. KIA. Dengan demikian pada penambahan katalis dengan variasi volume TiAcAc/H₂O 1/5, 1/10 dan 1/15 pada media keramik tidak mempengaruhi atau menghalangi warna baik secara visual (menggunakan kamera *digital*) dan menggunakan alat spectro color meter SE 2000

4.4 Uji Aktivitas Katalis

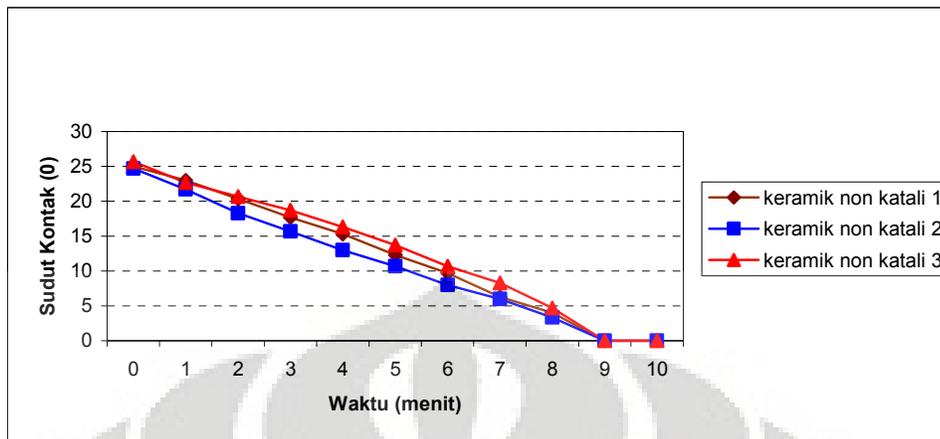
Uji aktifitas katalis ini dilakukan dengan menggunakan alat *contact angel meter* dan kamera *digital*. Penggunaan alat *contact angel meter* ditunjukan untuk mengetahui sifat *hidrofilik* katalis dalam menurunkan sudut kontak antara air dengan permukaan keramik secara kuantitatif, sedangkan analisis secara kualitatif dilakukan dengan menggunakan kamera *digital*.

4.4.1 Uji Sudut Kontak Keramik Non Katalis

Pengukuran sudut kontak antara keramik tanpa dilapisi TiO_2 dan air dapat dilihat pada tabel dan grafik berikut ini:

Tabel 4. 3 Nilai sudut kontak keramik non katalis dan nilai rata-rata sudut kontak keramik non katalis

Waktu (menit)	Sudut Kontak (°)			
	Non katalis 1	Non katalis 2	Non katalis 3	Rata-rata non katalis
0	25	24,7	25,7	25,133333
1	23	21,7	22,7	22,466667
2	20,33	18,3	20,7	19,776667
3	17,7	15,7	18,7	17,366667
4	15,3	13	16,33	14,876667
5	12,3	10,7	13,7	12,233333
6	9,7	8	10,7	9,466667
7	6,3	6	8,3	6,866667
8	4	3,33	4,7	4,01
9	0	0	0	0
10	0	0	0	0



Gambar 4.3 Grafik penurunan sudut kontak pada media keramik tanpa penambahan katalis.

Dari tabel 4.3 gambar 4.3 terlihat bahwa keramik yang tidak dilapisi TiO_2 tidak mengalami penurunan sudut kontak yang signifikan, dan mempunyai nilai awal sudut kontak rata-rata $25,13^\circ$ dan penurunan sudut kontak air dengan permukaan keramik mengalami penurunan sudut kontak hingga 0° membutuhkan waktu 9 menit. Dari data tersebut keramik non katalis yang digunakan pada penelitian ini pada dasarnya mempunyai sifat hidrofilik karena mengalami penurunan sudut kontak hingga 0° dengan membutuhkan rentang waktu 9 menit, hal ini mengindikasikan terdapatnya kristal TiO_2 pada media keramik non katalis. Dari karakteristi XRD terbukti bahwa keramik non katalis mempunyai kristal TiO_2 , kristal yang didapat kristal *rutile* karena pada *peak* di sekitar $2\theta=27^\circ$. Pengujian sudut kontak pada keramik tanpa penambahan katalis TiO_2 dilakukan pada 3 sampel, dari ke tiga sampel tersebut mempunyai sudut kontak yang tidak terlalu berbeda, hal ini dapat disimpulkan nilai sudut kontak mempunyai keakuratan yang baik.

4.4.2 Uji Sudut Kontak untuk Variasi Volume $\text{TiAcAC}/\text{H}_2\text{O}$

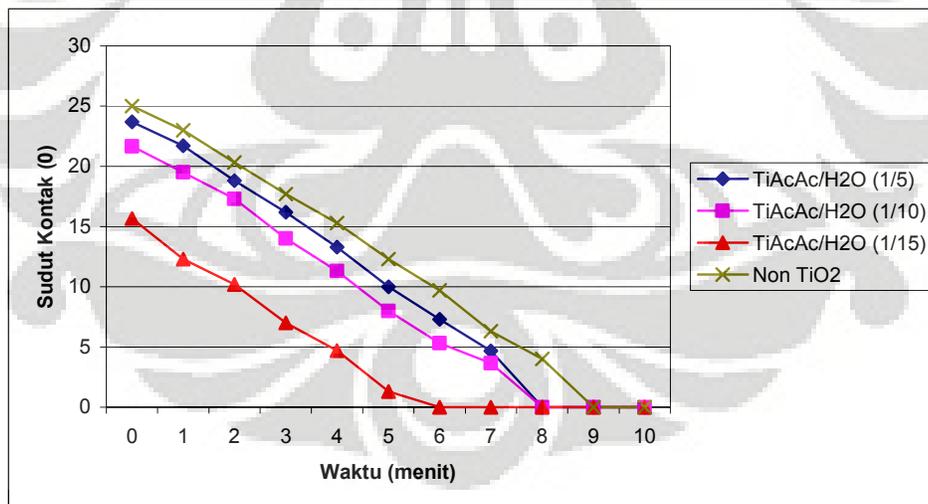
Untuk mengetahui apakah keramik yang telah dilapisi dengan TiO_2 memiliki aktivitas fotokatalitik (dalam hal ini sifat hidrofiliknya) maka dilakukan pengujian sudut kontak sebagai berikut :

1. Pengukuran Sudut Kontak Untuk Menentukan Konsentrasi TiO₂ Optimum

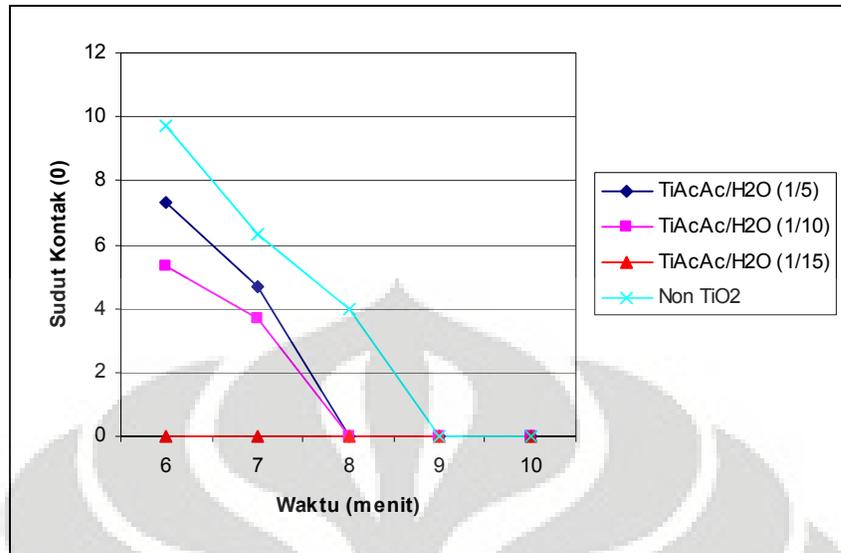
Untuk menentukan konsentrasi TiO₂ yang akan digunakan untuk melapisi keramik maka dilakukan pengukuran sudut kontak dengan hasil yang dapat dilihat pada tabel 4.4 dan gambar 4.4 berikut. :

Tabel 4. 4 Hasil Uji Sudut Kontak Untuk Menentukan Rasio Volume yang Maksimum.

Waktu (menit)	Sudut Kontak (°)			
	TiAcAc/H ₂ O (1/5)	TiAcAc/H ₂ O (1/5)	TiAcAc/H ₂ O (1/5)	Non TiO ₂
0	23,7	21,67	15,67	25
1	21,7	19,5	12,3	23
2	18,8	17,3	10,2	20,33
3	16,2	14	7	17,7
4	13,3	11,3	4,7	15,3
5	10	8	1,3	12,3
6	7,3	5,33	0	9,7
7	4,67	3,67	0	6,3
8	0	0	0	4
9	0	0	0	0
10	0	0	0	0



Gambar 4. 4 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik Untuk Menentukan Rasio Volume Maksimum.



Gambar 4. 5 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik pada Waktu menit ke 6

Dari tabel 4.4 dan gambar 4.4 dapat dilihat bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO₂ mempunyai nilai sudut kontak yang lebih kecil dibandingkan dengan keramik tanpa dilapisi, serta perubahan nilai sudut kontak sebagai fungsi waktu lebih cepat terjadi pada keramik yang dilapisi dengan TiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO₂ memiliki sifat *hidrofilik* sebagai pengaruh dari adanya lapisan TiO₂ pada permukaan keramik.

Dari gambar 4.4 dapat dilihat pula bahwa keramik yang dilapisi dengan larutan TiAcAc/H₂O (1/15) memiliki perubahan sudut kontak persatuan waktu lebih baik dari keramik yang dilapisi dengan larutan TiAcAc/H₂O (1/5, 1/10). Kurva sudut kontak pada gambar 4.4 TiAcAc/H₂O (1/15) mempunyai nilai sudut kontak 0° pada waktu 6 menit, sedangkan nilai sudut kontak TiAcAc/H₂O (1/5, 1/10) mencapai nilai 0° pada menit ke 8.

Nilai sudut kontak ini menunjukkan adanya sifat *hidrofilik* tetapi kurang aktif, karena kristal yang terbentuk pada permukaan keramik adalah kristal *rutile*, hal ini sesuai dengan hasil karakterisasi XRD yang menunjukkan fasa yang terbentuk fasa *rutile* (yang terlihat dengan kemunculan peak disekitar $2\theta=27^\circ$). Nilai intensitas yang didapat dari karakterisasi XRD menunjukkan nilai intensitas

tertinggi adalah keramik yang dilapisi TiAcAc/H₂O (1/15), penurunan sudut kontak yang paling rendah adalah keramik yang dilapisi TiAcAc/H₂O (1/15) hal ini dikarenakan pada rasio volume TiAcAc/H₂O (1/15) mempunyai intensitas terbesar. Nilai intensitas menunjukkan karakteristik dari kristal, nilai intensitas yang lebih tinggi menunjukkan kristal semakin kuat dan aktif. Pada penelitian ini TiAcAc/H₂O (1/15) mempunyai nilai intensitas tertinggi, maka TiAcAc/H₂O (1/15) mempunyai sifat kristal semakin kuat dan aktif.

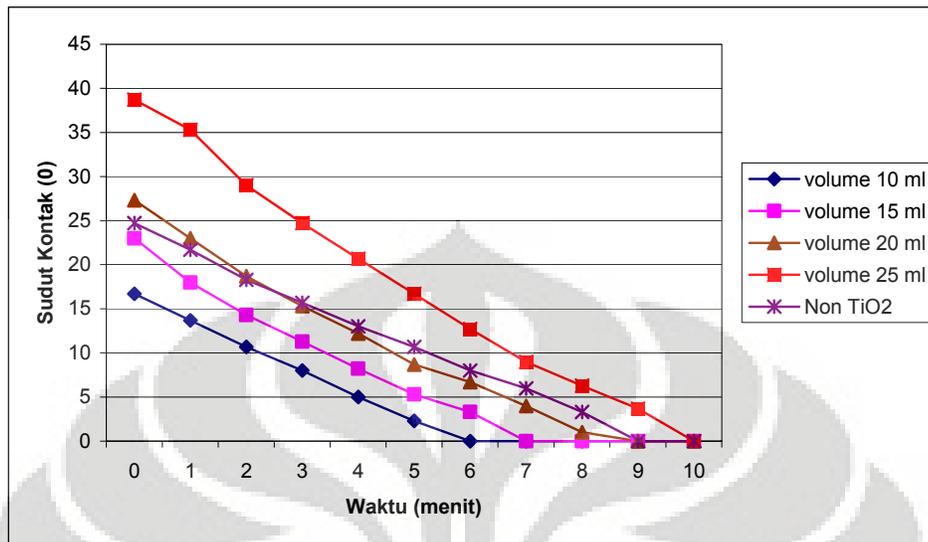
Jika ditinjau dari sudut kontak, data yang diperoleh pada penelitian ini menunjukkan penurunan sudut kontak terpengaruh terhadap naiknya rasio volume, dengan bertambahnya rasio maka makin meningkatnya aktifitasnya. Namun demikian penelitian ini belum sepenuhnya selesai karena masih ada kemungkinan akan menurun dengan bertambahnya jumlah air. Namun pada suatu saat sudut kontak akan kembali menjadi besar jika terlalu banyak air karena konsentrasi Ti sangat kecil.

2. Pengukuran Sudut Kontak Untuk Menentukan Volume *Spray* Larutan TiAcAc/H₂O (1/15) Optimum

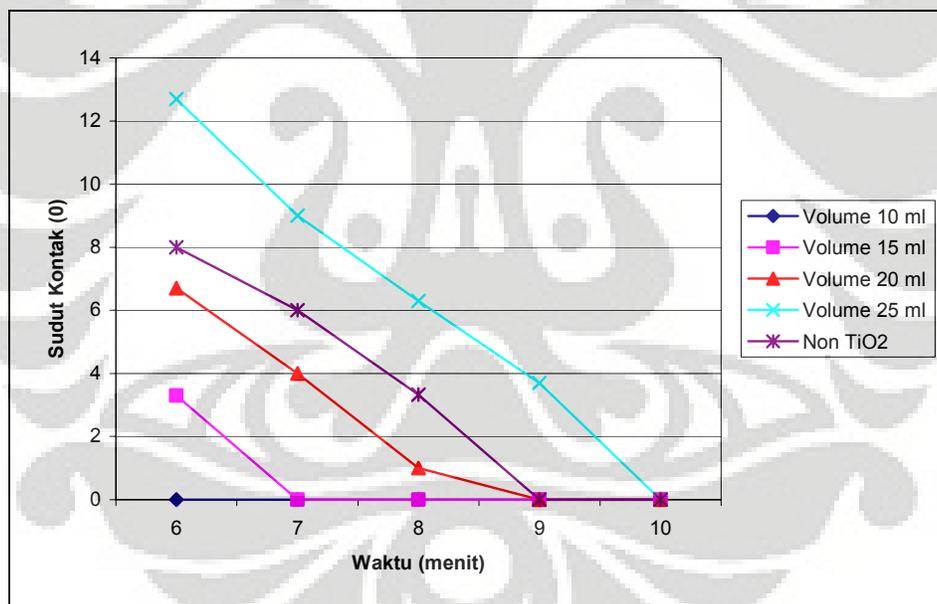
Untuk menentukan volume *spray* yang optimum untuk melapisi keramik maka dilakukan variasi volume *spray* larutan TiAcAc/H₂O (1/15) sebesar 10, 15, 20, dan 25 mL dengan hasil yang dapat dilihat pada tabel 4.5 dan gambar 4.6

Tabel 4. 5 Hasil Uji Sudut Kontak Untuk Mencari Volume Spray TiAcAc/H₂O (1/15) yang Optimum

Waktu (menit)	Sudut Kontak (°)				
	Volume Spray 10 (ml)	Volume Spray 15 (ml)	Volume Spray 20 (ml)	Volume Spray 25 (ml)	Non TiO ₂
0	23,7	21,67	15,67	25	25
1	21,7	19,5	12,3	23	23
2	18,8	17,3	10,2	20,33	20,33
3	16,2	14	7	17,7	17,7
4	13,3	11,3	4,7	15,3	15,3
5	10	8	1,3	12,3	12,3
6	7,3	5,33	0	9,7	9,7
7	4,67	3,67	0	6,3	6,3
8	0	0	0	4	4
9	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0



Gambar 4. 6 Kurva Sudut Untuk Mencari Volume Spray TiAcAc/H₂O (1/15) yang Optimum



Gambar 4. 7 Kurva Sudut Kontak Air Terhadap Keramik pada Waktu menit ke 6

Dari tabel 4.5 dan gambar 4.6 dapat dilihat bahwa terdapat kecenderungan bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO₂ mempunyai nilai sudut kontak yang

lebih kecil dibandingkan dengan keramik standar, serta perubahan nilai sudut kontak sebagai fungsi waktu lebih cepat terjadi pada keramik yang dilapisi dengan TiO_2 . Volume *spray* larutan $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/15) sebanyak 10 mL, menunjukkan perubahan nilai sudut kontak terhadap waktu paling baik diantara volume *spray* yang lain seperti dapat dilihat pada tabel 4.5 dan gambar 4.6, akan tetapi ada kecenderungan bahwa semakin banyak volume *spray* yang digunakan maka nilai awal sudut kontak semakin besar, yang dapat dilihat pada tabel 4.5 dan gambar 4.6.

Sifat *hidrofilik* dapat dilihat pada gambar 4.7 dimana perbandingan nilai sudut kontak antara keramik standar dan keramik yang dilapisi dengan TiO_2 setelah enam menit menunjukkan bahwa nilai sudut kontak keramik $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/15) sebanyak 10 mL, memiliki nilai sudut kontak 0° . Hal ini menyatakan bahwa keramik yang dilapisi dengan $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/15) sebanyak 10 mL memiliki sifat *hidrofilik* yang lebih baik dibandingkan dengan keramik standar. Sifat hidrofilik ini mendukung terjadinya efek *self cleaning* pada keramik. Akan tetapi dengan memperbesar volume *spray* mengakibatkan sudut kontak awal yang diperoleh semakin besar, hal ini mungkin disebabkan semakin besar volume *spray* yang digunakan maka lapisan TiO_2 yang terbentuk pada permukaan keramik semakin tebal sehingga menurunkan penetrasi sinar UV sehingga aktivitas *fotokatalik* (Tjahjanto, 2001). Pada percobaan ini volume *spray* 10 mL merupakan hasil optimum yang diperoleh.

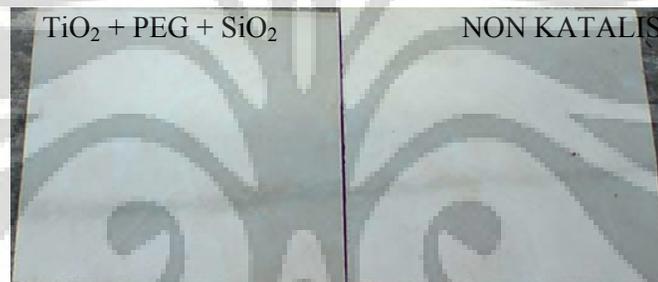
4.4.3 Uji Aktivitas *Self Cleaning*

Pengujian *self cleaning* dilakukan pada keramik dengan kondisi optimum, yakni dengan penambahan PEG 2000 sebesar 15% dan SiO_2 sebesar 30% [23]. Keramik *dicoating* dengan menggunakan metode *spray*. Pengujian kemampuan *self-cleaning* dilakukan di tiga kondisi, pertama pengujian dengan sinar matahari dilakukan diluar ruangan (atap rumah) dimana keramik akan terkena panas matahari, debu dan hujan setiap harinya. Kedua pengujian dalam ruangan, keramik diletakkan di dalam kamar mandi, dimana keramik akan selalu terkena

air dan pengotor seperti lumpur dan lumut. Ketiga pengujian dilakukan di dapur, dilakukan dekat kompor memasak yang akan terkena cipratan minyak.

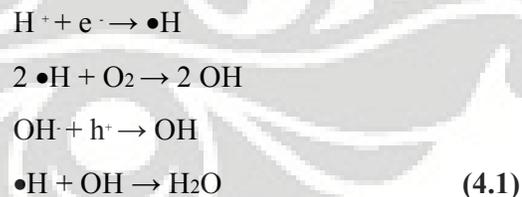
4.4.3.1 Pengujian di luar ruangan

Pengujian dilakukan di atap rumah, pada pengujian di luar ruangan, hasil yang terlihat adalah seperti gambar 4.8, sampel keramik diletakkan selama 2 bulan berturut turut. Hasil yang didapat belum terlihat signifikan, namun paling tidak sudah dapat menggambarkan bagaimana performa dari katalis dengan kondisi optimum dari penelitian sebelumnya terhadap aktivitas *self cleaning*. Dari gambar terlihat bahwa sampel yang terdapat katalis lebih bersih daripada yang tidak dilapis katalis. Kotoran yang terdapat pada sampel yang tidak dilapis katalis lebih sukar untuk dihilangkan dengan air hujan daripada yang berlapis katalis.



Gambar 4. 8 Uji self-cleaning pada keramik di luar ruangan dengan penambahan SiO₂ dan PEG selama 2 bulan

Dengan adanya sifat hidrofilik yang dimiliki oleh permukaan *film*, maka permukaan katalis akan cenderung suka air dan mengadsorb air yang ada di permukaannya membentuk suatu lapisan air sebagai berikut:



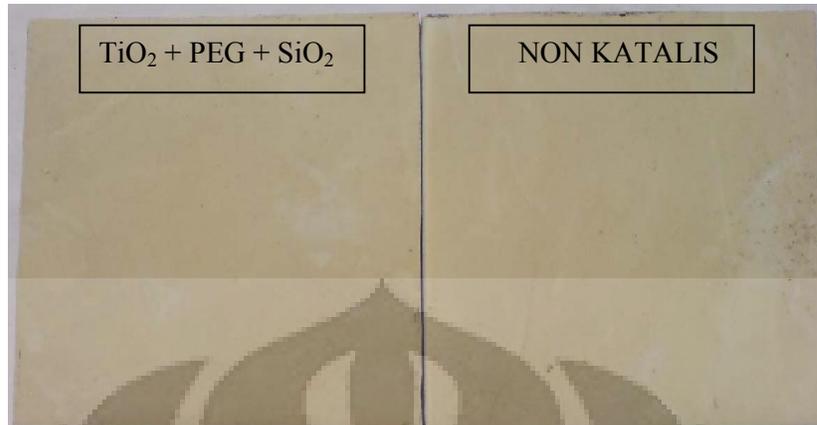
Dengan adanya *water membrane* ini, debu dan partikulat kecil akan lebih mudah dibersihkan dengan air hujan. Hal ini terjadi karena pengotor-pengotor ini tidak langsung menempel pada permukaan material melainkan pada lapisan air di permukaan material.

4.4.3.2 Pengujian di dalam ruangan

Pengujian dilakukan didalam kamar mandi. yang dimaksudkan untuk pengujian terhadap pengotor berupa lumpur, lumut serta lemak dari sabun. Dengan sifat hidrofilik katalis molekul-molekul pengotor tersebut cenderung tidak akan menempel pada permukaan katalis karena akan merikatan dengan gugus OH yang terkiat dengan oxygen vacancies yang cenderung tidak stabil an akan terdekomposisi menjadi karbon dioksida dan air saat terkena cahaya.



Untuk keramik yang diuji di kamar mandi, keramik tidak mendapatkan pencahayaan yang cukup. Meskipun demikian lapisan SiO₂ dan PEG pada keramik membuatnya tetap hidrofilik. Keramik dilakukan pengujian dengan waktu 2 minggu sampai dengan 2 bulan, hasil yang didapat keramik yang diberikan katalis TiO₂ lebih baik hasilnya, hal ini sesuai dengan gambar 4.9 dan gambar 4.10, dengan demikian aktifitas *self cleaning* pada pengujian di dalam kamar mandi telah menunjukkan aktifitasnya keramik yang tanpa penambahn katalis ditumbuhi lumut atau endapan lumpur yang lebih banyak dibandingkan dengan keramik dengan penambahan katalis , namun demikian belum terlalu aktif karena masih adanya sedikit lumut yang menempel pada permukaan keramik yang telah dilapisi katalis.



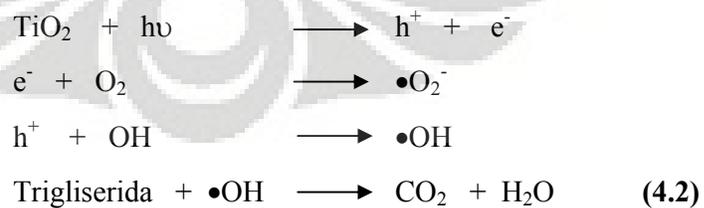
Gambar 4. 9 Uji self-cleaning pada keramik di dalam kamar mandi selama 2 minggu



Gambar 4. 10 Uji self-cleaning pada keramik di dalam kamar mandi selama 2 bulan

4.4.3.3 Pengujian di dapur

Pengujian di dapur yang bertujuan untuk mengetahui kemampuan self cleaning katalis dalam mendekomposisi senyawa organik seperti minyak (trigliserida). Mekanisme self cleaning yang terjadi adalah sebagai berikut :



Keramik dilakukan pengujian dengan waktu 2 bulan, hasil yang didapat keramik yang diberikan katalis TiO_2 lebih baik hasilnya, akan tetapi aktifitas *self cleaning* pada pengujian di dapur telah menunjukkan aktifitasnya keramik tanpa penambahan katalis terlihat banyak cipratan-cipratan minyak yang menempel pada permukaan keramik dibandingkan dengan keramik yang ditambahkan katalis, namun demikian belum terlalu aktif karena masih adanya sedikit cipratan minyak yang menempel pada permukaan keramik yang telah dilapisi katalis.



Gambar 4. 11 Uji self-cleaning pada keramik di dalam dapur selama 2 bulan

Dari hasil uji *self cleaning* (kamar mandi, dapur dan atap rumah) menunjukkan adanya aktifitas *self cleaning* dibandingkan dengan keramik tanpa penambahan katalis. Akan tetapi sifat ini belum terlalu aktif dikarenakan kristal yang terbentuk dalam permukaan keramik adalah kristal rutil, kristal rutil yang terbentuk yang terlihat dengan pengujian karakterisasi XRD.

4.4.4 Pengujian Kekuatan Mekanik

Untuk mengetahui pengaruh pelapisan cairan TiO_2 terhadap kekuatan mekanik keramik maka dilakukan tiga jenis pengujian, yaitu : uji ketahanan abrasi, uji ketahanan larutan kimia asam-basa, dan uji kelicinan (*sliperness*). Berikut adalah hasil yang diperoleh :

Tabel 4. 6 Hasil Uji Kekuatan Mekanik

Jenis Keramik (30x30)cm	Jenis Uji Kekuatan Mekanik					
	Tes Asam-Basa			Sliperness (μ)		Abrasi
	HCl 18% (24 Jam)	As.Sitrat 10% (24 Jam)	KOH 10% (24 Jam)	Dry	Wet	Kelas
Tile non TiO ₂	Pass	Pass	Pass	0.47	0.37	3
Tile+ TiAcAc/H ₂ O (1/5)	Pass	Pass	Pass	0.51	0.35	3
Tile+ TiAcAc/H ₂ O (1/10)	Pass	Pass	Pass	0.52	0.33	3
Tile+ TiAcAc/H ₂ O (1/15)	Pass	Pass	Pass	0.54	0.30	3

Keterangan untuk tabel 4.5 :

a. Untuk tes asam-basa :

- Pass = tidak ada efek terhadap permukaan keramik
- Failed = ada efek terhadap permukaan keramik

b. Untuk tes abrasi, kelas keramik ditentukan dari tabel berikut :

- Kelas 1 = 150 putaran permukaan keramik terlihat buram.
- Kelas 2 = 300 - 600 putaran permukaan keramik terlihat buram.
- Kelas 3 = 750 – 1350 putaran permukaan keramik terlihat buram.
- Kelas 4 = lebih dari 1500 putaran permukaan keramik terlihat buram

c. Untuk tes sliperness klasifikasi nilai ditentukan dari tabel 4.3 berikut :

- $\mu < 0.19$ = Sangat jelek/berbahaya/tidak aman.
- $0.20 < \mu < 0.39$ = Jelek (standar keamanan yang normal).
- $0.40 < \mu < 0.74$ = Bagus (aman dalam kondisi normal).
- $\mu > 0.75$ = Bagus sekali (aman dalam kondisi basah)

4.4.4.1 Pengujian Ketahanan Asam-Basa

Untuk mengetahui ketahanan keramik terhadap asam-basa maka dilakukan pengujian dengan mengkontakkan cairan asam atau basa dengan permukaan keramik dalam wadah tertutup selama 24 jam. Keramik dinyatakan tahan terhadap

asam atau basa jika setelah 24 jam dilakukan pengujian kembali dengan menarik garis dengan pensil pada permukaan keramik, garis-garis tersebut dapat dihapus.

Dari tabel 4.6 dapat dilihat bahwa baik keramik standar maupun keramik yang dilapisi dengan TiO_2 tahan terhadap asam-basa, hal ini menandakan bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO_2 tidak memberikan efek yang bersifat menurunkan atau mengurangi ketahanan keramik terhadap asam-basa.

4.4.4.2 Pengujian Kelicinan (*Sliperness*)

Pengujian kelicinan bertujuan untuk mengetahui nilai kelicinan keramik jika permukaannya terkontaminasi oleh air, minyak, dan lain sebagainya. Jika keramik tersebut memiliki nilai kelicinan yang tinggi maka kemungkinan terjadinya peristiwa selip atau tergelincir sangat besar dan dapat membahayakan. Dari tabel 4.5 dapat dilihat untuk keadaan basah, nilai kelicinan untuk keramik standar (0.37μ), sedangkan nilai kelicinan keramik yang dilapisi dengan $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/5), $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/10), $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/15), berturut-turut sebesar 0.35, 0.33, 0.30 (dalam μ). Nilai-nilai tersebut masih termasuk dalam kisaran nilai kelicinan keramik yang ditetapkan PT.KIA, yaitu kisaran $0.20 < \mu < 0.39$, sehingga keramik termasuk dalam kategori standar keamanan yang normal. Sedangkan untuk keadaan kering, nilai kelicinan untuk keramik standar (0.48μ), sedangkan nilai kelicinan keramik yang dilapisi dengan $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/5), $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/10), $\text{TiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1/15), berturut-turut sebesar 0.51, 0.52, 0.54 (dalam μ). Nilai-nilai tersebut masih termasuk dalam kisaran nilai kelicinan keramik yang ditetapkan PT.KIA, yaitu kisaran $0.40 < \mu < 0.74$, sehingga keramik termasuk kategori aman dalam kondisi normal.

Dalam keadaan kering terdapat kecenderungan bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO_2 memiliki nilai kelicinan yang lebih besar dibandingkan dengan keramik standar, dengan semakin tinggi konsentrasi TiO_2 maka nilainya semakin besar. Sedangkan dalam keadaan basah juga terdapat kecenderungan bahwa keramik yang dilapisi dengan TiO_2 memiliki nilai kelicinan yang lebih kecil dibandingkan dengan keramik standar, dengan semakin tinggi konsentrasi

TiO₂ maka nilainya semakin besar. Hal ini mungkin disebabkan TiO₂ yang memiliki sifat hidrofilik, yaitu kecenderungan untuk menyerap air dan jika dibasahi dapat membentuk lapisan air yang tipis.

4.4.4.3 Pengujian Ketahanan Abrasi

Prinsip dari pengujian ketahanan abrasi ini adalah menggosok permukaan keramik sampai menimbulkan efek yang dapat merusak permukaan keramik dengan menggunakan bola-bola baja pada putaran tertentu. Dari tabel 4.5 dapat dilihat bahwa antara keramik standar dengan keramik yang dilapisi dengan TiO₂ termasuk ke dalam kategori kelas 3 (tahan sampai 1350 putaran, lihat tabel 4.6). Hal ini menunjukkan bahwa dengan adanya pelapisan keramik dengan larutan TiO₂, tidak memberikan efek yang bersifat menurunkan atau mengurangi ketahanan permukaan keramik terhadap gesekan bila dibandingkan dengan keramik standar (keramik yang tidak dilapisi dengan larutan TiO₂), dikarenakan lapisan larutan TiO₂ yang ada pada permukaan keramik berupa lapisan tipis sehingga tidak menimbulkan efek yang tidak memenuhi standar ketahanan abrasi keramik yang ditetapkan. Dalam hal ini PT.KIA mensyaratkan keramik yang dihasilkan minimal tergolong kelas 3.

BAB 5 KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan data-data yang telah diperoleh selama melakukan penelitian kesimpulan yang dapat diambil adalah:

1. Karakterisasi XRD menunjukkan bahwa TiO_2 yang didapat mempunyai struktur *rutile*, sehingga sifat *hidrofilik* dan *self cleaning* pada permukaan keramik menjadi kurang aktif. Diameter kristal *rutile* yang dihasilkan berkisar 60 nm sampai dengan 77 nm.
2. Penambahan *film* TiO_2 pada permukaan keramik tidak mempengaruhi kualitas keramik yang ditunjukkan dari hasil uji ketahanan abrasi, kelicinan, kimia (asam-basa), dan *matching color*.
3. Penambahan *film* TiO_2 pada permukaan keramik menunjukkan aktivitas *self cleaning* yang baik dengan adanya penurunan sudut kontak tetesan air.
4. Kondisi maksimum yang dicapai untuk aplikasi *self cleaning* pada permukaan keramik 30 x 30 cm adalah rasio volume $\text{TiAcAc}/\text{H}_2\text{O}$ (1/15) dan volume *spray* 10 ml.
5. Pengujian aktifitas *self cleaning* pada media keramik selama 2 bulan, menunjukan penambahan *film* TiO_2 memberikan dampak yang positif, dengan perbedaan secara visual. Pengujian dilakukan didalam kamar mandi, dapur dan atap rumah, meskipun belum optimum tetapi menunjukan hasil *self cleaning* yang baik.

5.2 Saran

Untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian ini di masa yang akan datang, berikut saran yang dapat dipertimbangkan:

1. Untuk meningkatkan aktifitas *self cleaning* kristal yang terbentuk adalah kristal *anatase*, untuk memperoleh kristal TiO_2 yang berbentuk *anatase*

dengan kemampuan fotokatalitik dan self cleaning yang lebih baik, maka perlunya dilakukan pengembangan lebih lanjut.

2. Pengujian aktifitas *self cleaning* sebaiknya dilakukan lebih dari 2 bulan agar terlihat jelas perbedaannya.



DAFTAR REFERENSI

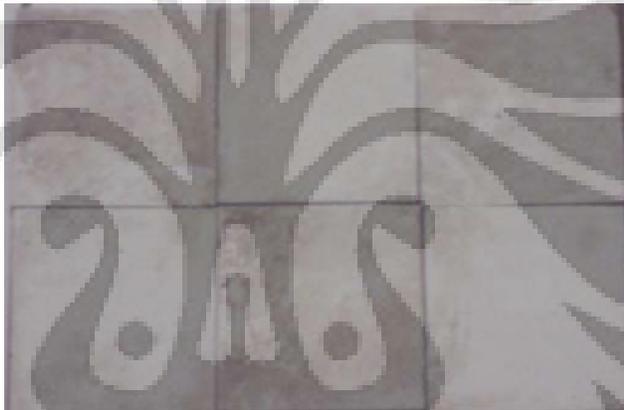
- Amemiya, S. (2004). *Titanium-Dioxide Photocatalys*, Three Bond Tecnical News, pp. 1-8.
- Anisa, P. R. (2006), *Modifikasi Fotokatalisis Film TiO₂ Dengan Penambahan SiO₂ Untuk Aplikasi Self-Cleaning*, Skripsi Sajarna, Fakultas Teknik UI, Depok.
- Brinker, C. J., & Scherer, G. W. (1989). *Sol-Gel Science The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press. New York.
- Buhrke, V.E. (1998). *Preparation of Specimens for X-ray Flurescence and X-ray Difrraction Snalysis*, John Willey and Sons Inc., Canada.
- Guan, K. (2005). *Relationship between Photocatalitic Activity, Hydrophilicity and Slef-cleaning Effect of TiO₂/SiO₂ film*, Surf. Coat. Technol. 191, 155-169.
- Guan, K., Lu, B., Yin, Y. (2003). *Enhanced Effect and Mechanism of SiO₂ Addition in Super-hidrophylic Property of TiO₂ film*. Surf. Coat. Technol. 173, 219-259.
- Guo, B., Liu, Z., Hong, L., Jiang, H., Lee, J. Y. (2004). *Photocatalytic Effect of the Sol-Gel Derived Nanoporous TiO₂ Transparent Thin Films*. Thin Solid Films, 479, 310-315.
- Jung K. Y., Park S. B. (2000). *Enhanced photoactivity of silica-embedded titania particles prepared by sol-gel process of decompotision of trichloroethylene*, Appl. Catal. B: Environ. 25, 249-256.
- Kata, S., Kai Y., Yamanaka I., Oosaki., Hirota, K., Yamazaki, S. (2000). *Development Of hydropilic outside mirror coated with titania photocatalyst*, JSAE Rev, 21, 97-102.
- Licciulli, D. A. (2002). *Self Cleaning Glass*. Universal Degli Studi di Lecce.
- Miki, T., Nishizawa, K., Suzuki, K., Kato, K. (2004). *Preparation of Thick Film with Large Surface Area Using Aqueous Sol with Polyethylene Glycol*. Mater. Sci. , 699-701.
- Mustikasari, R. (2007). *Pengembangan Nanomaterial TiO₂ Dengan Aditif PEG Dan SiO₂ Untuk Aplikasi Self Cleaning Dan Anti Fogging*. Skripsi. Fakultas Teknik UI, Depok.

- Richardson, James T.(1982). *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York.
- Slamet., Nasution, H.W., Purnama, E., Kosela, S., Ganlazuardi. J. (2005). *Photocatalytic Reduction of CO₂ on Copper Doped Titania Catalyst Prepared by Improved-Impregnation Method*, Catal.Comm. 6, 313-319.
- Slamet, Arbianti, R., & Farida. (Juli 2003). *Pengaruh Penambahan PEG pada Fotokatalis TiO₂*. Prosiding Seminar Nasional RKP 2003 (pp. G-11.1-G-11.6). Teknik Kimia UNDIP. Semarang.
- Sopyan, I. (Juli, 1998). *Fotokatalisis Semikonduktor Teori Dasar dan Penerapan*. Majalah BPPT, No.LXXXVII, pp. 129-141.
- Su, C., Hong, B-Y, & Tseng, C.M. (2004). *Sol-gel Preparation and Photocatalysis of Titanium Dioxide*.Catalysis Today, 96, 119-126.
- Suryanarayana, C., Norton, M. G. (1998). *X-ray Diffraction*. Plenum Press. New York.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi, J., (2001). *Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, 5:2, pp. 81-91.
- Wikoxoa, J. P. (2000). *Photooxidation of Organic Wastes Using Semiconductor Nanoclusters*. US. Department of Energy.
- Widuri. (2007). *Pengembangan Nanomaterial TiO₂ untuk Aplikasi Anti Fogging dan Self Cleaning pada Kaca dan Keramik dengan Metode Kristalisasi Panas* Skripsi. Fakultas Teknik UI, Depok.
- Yu, J., Zhao, X., Zhao, Q., & Wang, G. (2001). *Preparation and Characterization of Super-Hydrophilic Porous TiO₂ Coating Film*. Mat. Chem. and Phys. , 68, 253-259.
- “*Super Hydrophilic Photocatalyst and Its Application*”. (2007). Diakses tanggal 15 desember 2008, www.toto.com/super-hydrophilic-photocatalyst.

LAMPIRAN 1 : Uji aktifitas *self Cleaning*



1. Hasil pengujian aktifitas *self cleaning* diluar ruangan selama 2 bulan



2. Hasil pengujian aktifitas *self cleaning* di dalam kamar mandiselama 2 bulan



3. Hasil pengujian aktifitas *self cleaning* didapur selama 2 bulan

(Lanjutan)



1. Lokasi pengujian aktifitas *self cleaning* diluar ruangan



2. Lokasi pengujian aktifitas *self cleaning* di dalam kamar mandi



3. Lokasi pengujian aktifitas *self cleaning* diluar ruangan

Universitas Indonesia

Lampiran 2 : Gambar alat-alat uji kekuatan mekanik



1. Alat Uji Ketahanan Abrasi (Abrasi Tester model 1607)



2. Alat Uji Kelicinan (Slipiness Meter DLN 51130)



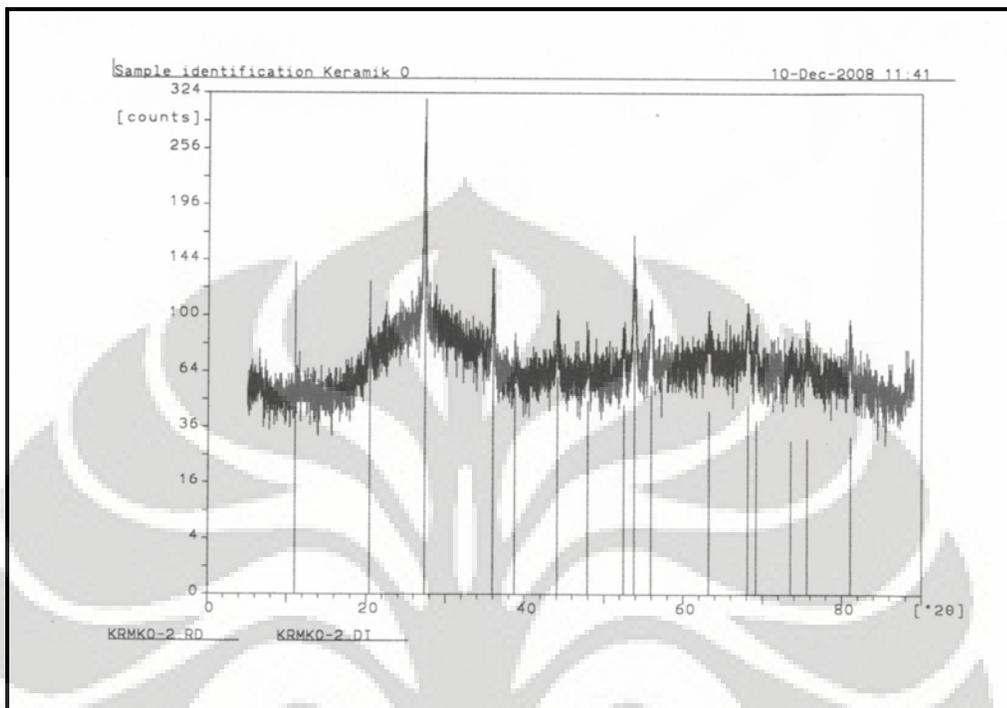
3. Alat Uji Ketahanan Asam-Basa

Lampiran 3 : Gambar alat uji penampakan warna keramik

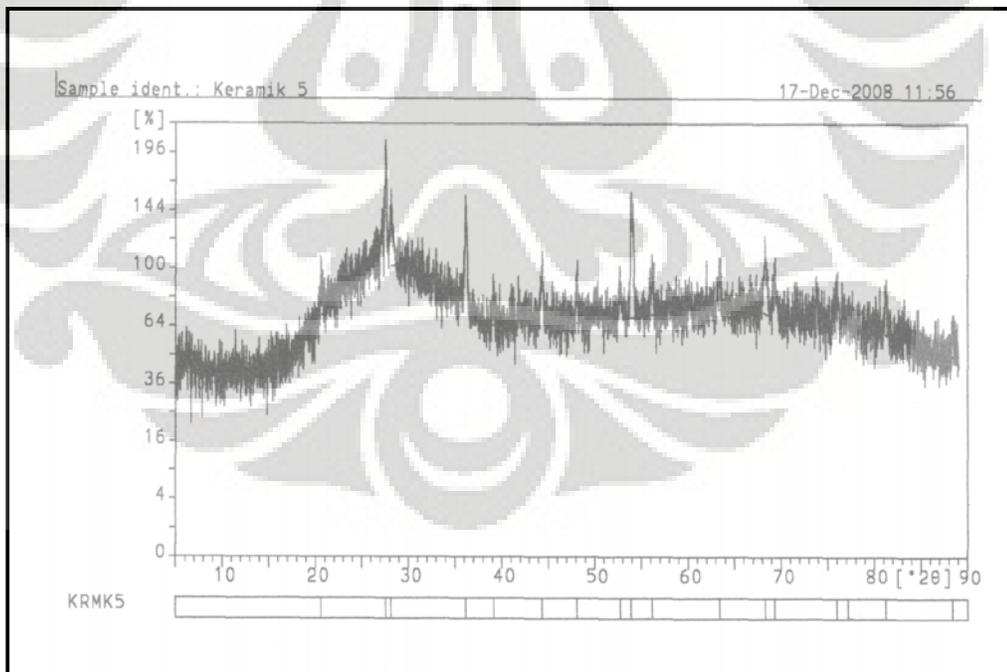


Alat Uji Penampakan Warna Keramik/*Matching Colour* (Spectro Color Meter SE 2000)

Lampiran 4 : Hasil Analisa Dengan XRD

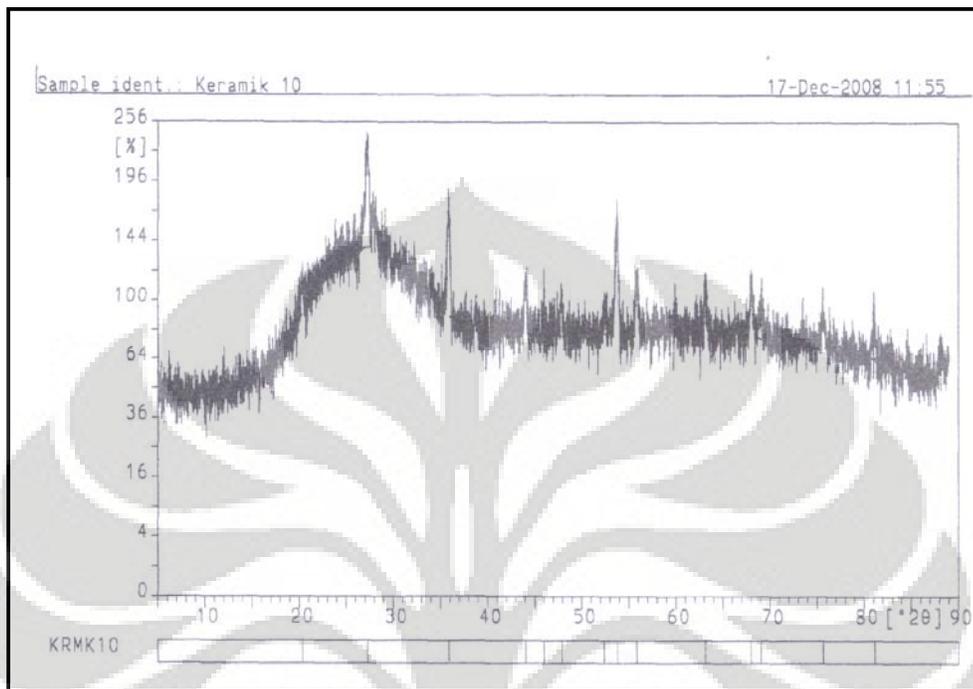


1. Spektrum pada keramik standar non katalis.

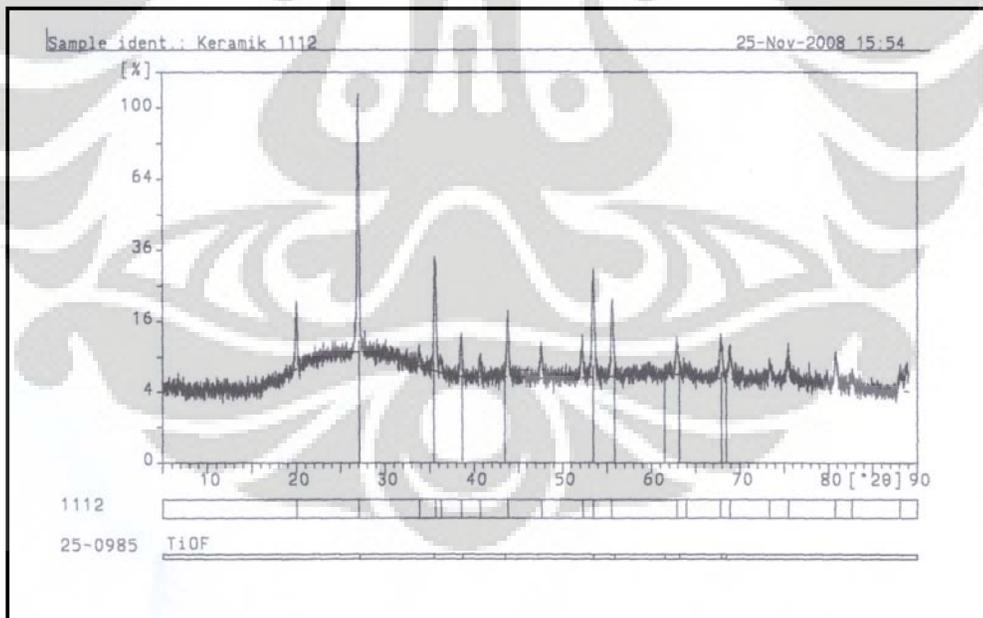


2. Spektrum pada keramik dengan penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/5).

(Lanjutan)



3. Spektrum pada keramik dengan penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/10).



4. Spektrum pada keramik dengan penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/15).

(Lanjutan)

```
: KRMKO-2.DI                                     10-Dec-2008  9:57
=====
Philips Analytical X-Ray B.V.                    Department of Metallurgy UI

Sample identification: Keramik 0
Data measured at: 10-Dec-2008  8:47:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
  Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 5.000
End angle [°2θ]: 89.000
Step size [°2θ]: 0.020
Maximum intensity: 216.0900
Time per step [s]: 1.000
Type of scan: CONTINUOUS
Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 16
```

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
11.030	8.0149	8.0348	0.120	10	132	4.4	0.78
20.395	4.3508	4.3617	0.240	30	96	14.0	0.90
27.340	3.2594	3.2675	0.100	216	100	100.0	1.34
35.940	2.4967	2.5029	0.320	41	55	19.0	2.17
38.705	2.3245	2.3302	0.480	10	45	4.4	1.26
44.060	2.0536	2.0587	0.400	18	42	8.6	1.77
47.895	1.8977	1.9024	0.320	11	37	5.0	1.07
52.465	1.7427	1.7470	0.320	10	36	4.7	1.12
53.780	1.7031	1.7073	0.320	42	35	19.6	3.91
55.915	1.6430	1.6471	0.320	21	35	9.8	1.57
63.215	1.4697	1.4734	0.320	10	34	4.4	0.86
68.105	1.3756	1.3790	0.240	16	30	7.4	0.97
69.150	1.3574	1.3607	0.240	11	28	5.0	1.64
73.500	1.2874	1.2906	0.480	4	26	2.0	0.90
75.605	1.2567	1.2598	0.480	6	25	2.9	1.60
81.075	1.1851	1.1881	0.360	10	22	4.7	2.66

5. Data analisa pada keramik standar non katalis

(Lanjutan)

File: KRMK5.DI 17-Dec-2008 11:54
=====

Philips Analytical X-Ray B.V. Department of Metallurgy UI

Sample identification: Keramik 5
Data measured at: 28-Nov-2008 14:54:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010
End angle [$^{\circ}2\theta$]: 88.990
Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020
Maximum intensity: 112.3600
Time per step [s]: 1.000
Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 17

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
20.590	4.3101	4.3208	0.240	38	108	34.2	1.62
27.550	3.2350	3.2430	0.200	112	123	100.0	2.59
28.120	3.1707	3.1786	0.240	52	119	46.1	2.24
36.140	2.4833	2.4895	0.320	56	69	50.1	5.27
39.130	2.3002	2.3059	0.200	14	55	12.2	0.89
44.290	2.0434	2.0485	0.240	21	52	18.8	1.32
48.080	1.8908	1.8955	0.120	17	46	15.0	0.80
52.695	1.7356	1.7399	0.240	12	44	10.9	1.11
53.890	1.6999	1.7041	0.160	44	44	38.8	1.21
56.160	1.6364	1.6405	0.320	18	42	15.7	1.49
63.385	1.4662	1.4698	0.320	14	40	12.9	0.85
68.260	1.3729	1.3763	0.400	19	36	17.2	1.95
69.295	1.3549	1.3582	0.320	12	35	10.9	0.83
75.950	1.2518	1.2550	0.400	7	29	6.5	0.96
77.165	1.2351	1.2382	0.140	7	29	6.5	0.86
81.210	1.1835	1.1865	0.200	9	26	8.0	0.83
88.345	1.1054	1.1082	0.200	7	19	6.0	0.79

6. Data analisa pada penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/5).

(Lanjutan)

File: KRMK10.DI

17-Dec-2008 11:53

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Sample identification: Keramik 10

Data measured at: 28-Nov-2008 13:09:00

Diffractometer type: PW1710 BASED

Tube anode: Cu

Generator tension [kV]: 40

Generator current [mA]: 30

Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056

Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439

Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500

Divergence slit: AUTOMATIC

Irradiated length [mm]: 12

Receiving slit: 0.2

Monochromator used: YES

Start angle [$^{\circ}2\theta$]: 5.010

End angle [$^{\circ}2\theta$]: 88.990

Step size [$^{\circ}2\theta$]: 0.020

Maximum intensity: 114.4900

Time per step [s]: 1.000

Type of scan: CONTINUOUS

Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00

Maximum peak tip width: 1.00

Peak base width: 2.00

Minimum significance: 0.75

Number of peaks: 14

Angle [$^{\circ}2\theta$]	d-value a1 [Å]	d-value a2 [Å]	Peak width [$^{\circ}2\theta$]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
20.345	4.3614	4.3723	0.240	48	151	41.6	1.11
27.250	3.2699	3.2780	0.280	114	169	100.0	2.05
35.880	2.5007	2.5070	0.280	81	85	70.7	4.04
44.020	2.0554	2.0605	0.240	27	62	23.6	0.86
45.970	1.9726	1.9775	0.060	12	58	10.7	0.81
47.885	1.8981	1.9028	0.200	21	55	18.5	0.87
52.370	1.7456	1.7499	0.480	11	52	9.5	1.64
53.765	1.7035	1.7078	0.200	48	50	41.6	1.76
55.845	1.6449	1.6490	0.320	21	49	18.5	1.43
63.115	1.4718	1.4755	0.240	14	44	12.0	1.92
67.960	1.3782	1.3816	0.240	18	40	15.4	2.47
69.040	1.3593	1.3626	0.480	10	38	8.9	1.62
75.615	1.2566	1.2597	0.320	10	34	8.9	1.04
81.100	1.1848	1.1878	0.480	9	28	7.9	1.09

7. Data analisa pada penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/10).

(Lanjutan)

File: 1112.DI 17-Dec-2008 11:53
=====

Philips Analytical X-Ray B.V.

Department of Metallurgy UI

Sample identification: Keramik 1112
Data measured at: 24-Nov-2008 10:21:00

Diffractometer type: PW1710 BASED
Tube anode: Cu
Generator tension [kV]: 40
Generator current [mA]: 30
Wavelength Alpha1 [Å]: 1.54056
Wavelength Alpha2 [Å]: 1.54439
Intensity ratio (alpha2/alpha1): 0.500
Divergence slit: AUTOMATIC
Irradiated length [mm]: 12
Receiving slit: 0.2
Monochromator used: YES

Start angle [°2θ]: 5.010
End angle [°2θ]: 88.990
Step size [°2θ]: 0.020
Maximum intensity: 1513.210
Time per step [s]: 1.000
Type of scan: CONTINUOUS
Intensities converted to: FIXED

Minimum peak tip width: 0.00
Maximum peak tip width: 1.00
Peak base width: 2.00
Minimum significance: 0.75
Number of peaks: 21

Angle [°2θ]	d-value α1 [Å]	d-value α2 [Å]	Peak width [°2θ]	Peak int [counts]	Back. int [counts]	Rel. int [%]	Signif.
20.075	4.4195	4.4304	0.120	292	154	19.3	2.53
27.035	3.2954	3.3036	0.240	1513	161	100.0	39.62
33.840	2.6467	2.6533	0.240	32	98	2.1	0.84
35.625	2.5181	2.5243	0.080	335	85	22.1	1.14
36.275	2.4744	2.4806	0.240	22	79	1.5	0.79
38.580	2.3317	2.3375	0.200	74	69	4.9	2.60
40.705	2.2148	2.2203	0.200	31	64	2.1	1.05
43.820	2.0643	2.0694	0.120	102	61	6.7	1.39
47.605	1.9086	1.9133	0.280	37	53	2.5	3.21
52.265	1.7489	1.7532	0.160	53	49	3.5	1.51
53.495	1.7115	1.7158	0.280	180	49	11.9	11.26
55.535	1.6534	1.6575	0.100	94	49	6.2	0.80
62.875	1.4769	1.4805	0.200	41	45	2.7	1.85
63.955	1.4545	1.4581	0.640	6	44	0.4	0.77
67.795	1.3812	1.3846	0.160	48	38	3.1	1.46
68.855	1.3625	1.3658	0.160	24	37	1.6	0.87
73.340	1.2898	1.2930	0.120	18	35	1.2	0.79
75.485	1.2584	1.2615	0.160	20	34	1.3	0.88
80.750	1.1891	1.1920	0.160	24	29	1.6	0.96
82.615	1.1669	1.1698	0.320	7	26	0.5	2.30
88.040	1.1085	1.1112	0.320	14	23	0.9	1.04

8. Data analisa pada penambahan katalis TiAcAc/H₂O (1/15).

(Lanjutan)

9. contoh perhitungan ukuran diameter kristal

$$L = \frac{0.89\lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

dimana:

L = ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang radiasi sinar X (Cu K_{α} =0.15418 nm)

β = lebar setengah puncak gelombang tertinggi (rad)

θ = sudut pengukuran

Dari data yang didapat :

No	Sampel	Peak Width (β) ($^{\circ}2\theta$)	Peak Intensity (counts)	Sudut ($^{\circ}2\theta$)	Diameter Kristal (nm)
1	Non Katalis	0,019857	116	27,34	31,12761
2	TiO ₂ /H ₂ O (1/5)	0,010334	112	27,55	59,94609
3	TiO ₂ /H ₂ O (1/10)	0,009539	114	27,25	64,72859
4	TiO ₂ /H ₂ O (1/15)	0,008002	1513	27,035	77,07383

Contoh Perhitungan ukuran kristal non katalis :

$$L = \frac{0.89\lambda}{(\beta \cos \theta)}$$

$$L = \frac{0,89 \times 0,15418}{0,09929 \times 0,888}$$

$$L = 31,12761(\text{nm})$$