

**PENGEMBANGAN METODE PREPARASI FILM TiO₂ BERSUHU
RENDAH UNTUK APLIKASI ANTI KABUT PADA KACA HELM**

SKRIPSI

**BUGI SETIADI
0606076204**



UNIVERSITAS INDONESIA

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

**PENGEMBANGAN METODE PREPARASI FILM TiO₂ BERSUHU
RENDAH UNTUK APLIKASI ANTI KABUT PADA KACA HELM**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik

**BUGI SETIADI
0606076204**



UNIVERSITAS INDONESIA

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JULI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Bugi Setiadi

NPM : 0606076204

Tanda Tangan : 

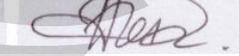
Tanggal : 2 Juli 2010

LEMBAR PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Bugi Setiadi
NPM : 0606076204
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pengembangan Metode Preparasi Film TiO_2
Bersuhu Rendah Untuk Aplikasi Anti Kabut Pada
Kaca Helm

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Slamet, M.T. ()
Penguji : Ir. Sukirno, M. Eng ()
Penguji : Ir. Bambang Heru, M.T. ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 2 Juli 2010

Universitas Indonesia

KATA PENGANTAR/UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puja dan puji syukur kehadirat Allah SWT atas setitik ilmu-Nya dan kehendak-Nya hingga skripsi ini dapat selesai tepat pada waktunya. Pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada :

1. Dr. Ir. Slamet, MT selaku dosen pembimbing yang selalu sabar dan tidak kenal lelah membimbing dan memotivasi penulis.
2. Kedua orang tua penulis yang selalu mendoakan kelancaran penulis di setiap waktu shalat.
3. Prof. Dr. Ir. Widodo Wahyu Purwanto, DEA dan selaku Ketua Departemen Teknik Kimia FTUI dan Ir. Yuliusman, M. Eng selaku koordinator mata kuliah spesial.
4. Mang Ijal, Kang Jajat, Mas Eko, Mas Taufik, Ius, dan Mas Her atas bantuan dan masukannya kepada penulis.
5. Pak Nugroho Ariyanto, Mbak Mahani, Pak Adep, Bang Mohammad MY dari milist Teknik Kimia Indonesia, atas bantuan jurnalnya.
6. Pak Darsono dan Pak Sugiharto dari BATAN Pasar Jumat.
7. Pak Priambodo dan Ibu Pipit dari Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Ciputat.
8. Mbak Rini dari Pusat Metalurgi LIPI, Puspitek Serpong.
9. Ibu Prof. Rosari Saleh dari Fisika FMIPA UI atas bimbingan dan saran-sarannya.
10. Rekan satu grup riset yang lulus bersama, Didit Kuncorojati. Bertahan hidup bersama kawan!
11. Teman-teman satu angkatan Teknik Kimia FTUI 2006 yang selalu saling menyemangati dalam kebaikan dan saling mengingatkan dalam kesulitan.
12. Desy Christanti Amalia, Teknik Kimia 2008, atas pinjaman buku Kimia Analitiknya.

Depok, 9 Juli 2010

Penulis

Universitas Indonesia

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

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

Nama : Bugi Setiadi
NPM : 0606076204
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

demi 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 METODE PREPARASI FILM TiO₂ BERSUHU
RENDAH UNTUK APLIKASI ANTI KABUT PADA KACA HELM**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, 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 : 9 Juli 2010

Yang Menyatakan

(Bugi Setiadi)

Universitas Indonesia

ABSTRAK

Nama : Bugi Setiadi
Program studi : Teknik Kimia
Judul : Pengembangan Metode Preparasi Film TiO₂ Bersuhu Rendah Untuk Aplikasi Anti Kabut Pada Kaca Helm

Film nanokristalin TiO₂ telah berhasil dibuat dengan metode sol-gel bersuhu rendah yang dikombinasikan dengan penambahan aditif TBA(OH) dan mendapatkan perlakuan ultrasonikasi atau *microwave*. Sejumlah uji kinerja, seperti uji sifat anti kabut, uji degradasi senyawa organik, transparansi, dan uji kekuatan daya lekat film, dilakukan pada film yang dihasilkan. Film dengan perlakuan ultrasonikasi dan *microwave* terbukti mampu bersifat super hidrofilik (0°) dan memiliki aktivitas fotokatalisis yang mampu bersaing dengan film TiO₂ Degussa P-25. Karakterisasi katalis dilakukan dengan XRD, FTIR, dan SEM-EDS. Hasil uji XRD menunjukkan ultrasonikasi dan *microwave* mampu mendorong kristalisasi TiO₂, sementara hasil uji FTIR menunjukkan bahwa gugus hidroksil yang teradsorpsi berperan di balik sifat super hidrofilik film.

Kata kunci:
film TiO₂, ultrasonikasi, super hidrofilik, TBA(OH)

ABSTRACT

Name : Bugi Setiadi
Study Program : Chemical Engineering
Title : Low Temperature Preparation Of Super Hydrophilic Sol-Gel TiO₂ Films For Helmet Shield Application

Nanocrystalline TiO₂ thin films have been successfully made by low temperature sol-gel method which is combined with TBA(OH) additive and ultrasonic or microwave treatment. Several tests have been conducted to investigate hydrophilic, photocatalytic activity, transparency, and mechanical resistance property. Ultrasonic treatment and microwave treatment TiO₂ thin films are super hydrophilic and have good photocatalytic property relatively compared with Degussa P-25. Characterization were done by XRD, FTIR, and SEM-EDS. XRD pattern showed that ultrasonic and microwave are able to enhance crystallization of TiO₂, while infra red spectra proved that hydroxyl groups adsorbed have significant role to improve hydrophilic property of films.

Keywords:
TiO₂ thin film, ultrasonication, super hydrophilic, TBA(OH)

DAFTAR ISI

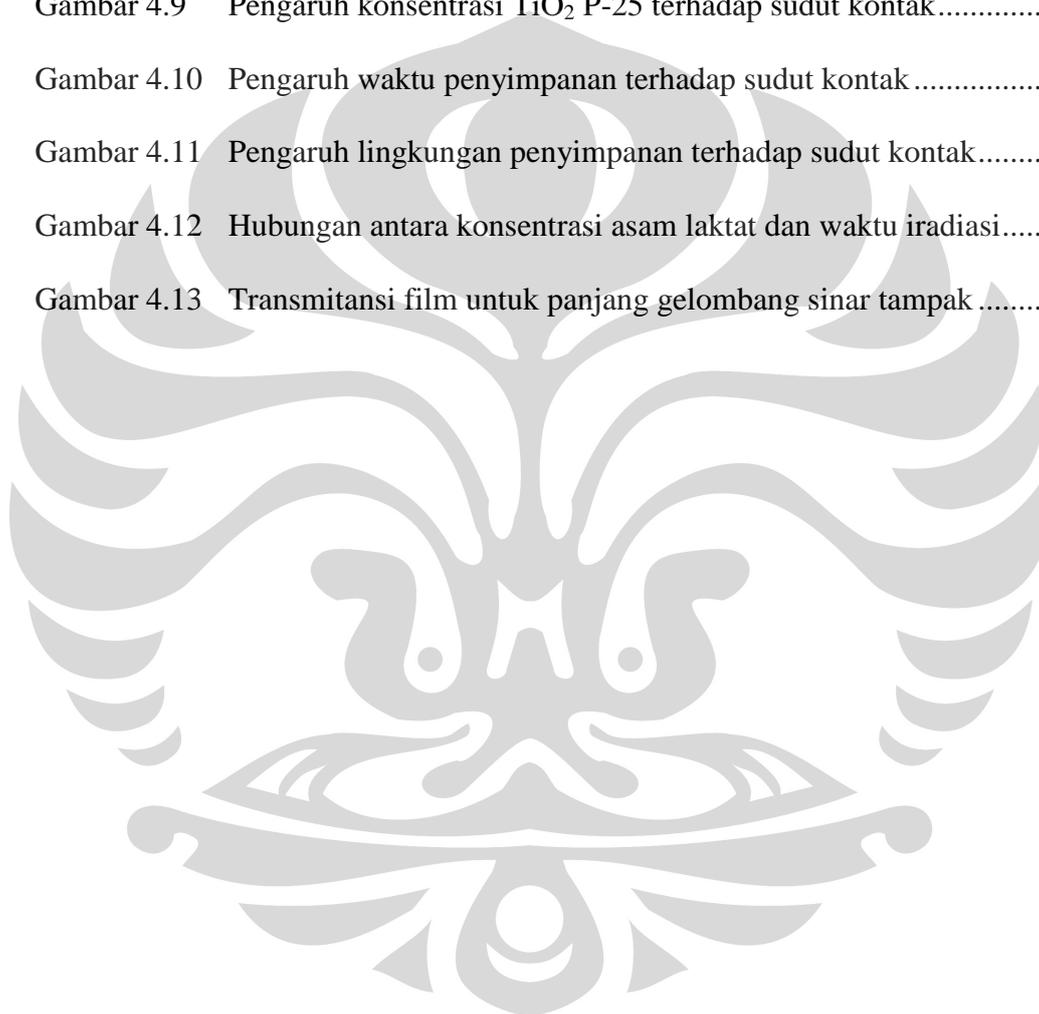
HALAMAN JUDUL.....	ii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Sistematika Penulisan	5
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Prinsip Dasar Fotokatalisis.....	7
2.2 TiO_2 Sebagai Semikonduktor Fotokatalis.....	9
2.3 Fotokatalis Film	13
2.4 Aditif Pada Katalis TiO_2	14
2.4.1 Aditif Tetraetil Amonium Hidroksida (TEAOH)	14
2.5 Metode Preparasi Sol-Gel	15
2.6 Hidrofilisitas TiO_2	18
2.6.1 Pengukuran Sudut Kontak	18
2.6.2 Mekanisme Hidrofilisitas TiO_2	19
2.7 Ultrasonikasi	21
2.8 Metode Pelapisan Spin Coating	23
2.9 Polikarbonat	24
2.10 Karakterisasi Katalis	24
2.10.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	25
2.10.2 <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FTIR)	26
2.10.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	27
3. METODE PENELITIAN.....	29
3.1 Metode Pelaksanaan Penelitian.....	29
3.2 Model Penelitian	30
3.3 Peralatan.....	31
3.3.1 Peralatan Sintesis Film TiO_2	31
3.3.2 Peralatan Karakterisasi Katalis	31
3.3.3 Peralatan Uji Kinerja.....	31
3.4 Bahan.....	32
3.5 Prosedur Penelitian.....	32
3.5.1 Sintesis Film TiO_2	32

3.5.2	Pelapisan Film TiO ₂ Pada Kaca Helm.....	34
3.5.3	Karakterisasi Katalis	35
3.5.4	Uji Kinerja Film TiO ₂	35
3.5.4.1	Uji Sifat Anti Kabut	35
3.5.4.2	Uji Degradasi Senyawa Organik.....	36
3.5.4.3	Uji Transparansi Film	37
3.5.4.4	Uji Kestabilan Film	37
3.6	Variabel Penelitian	38
3.7	Pengolahan Dan Analisis Data.....	38
3.8	Cara Penafsiran Dan Penyimpulan	39
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	40
4.1	Karakterisasi Katalis	41
4.1.1	XRD	40
4.1.2	FTIR	42
4.1.3	SEM-EDS.....	43
4.2	Uji Kinerja Film	44
4.2.1	Uji Sifat Anti Kabut	44
4.2.2	Uji Degradasi Senyawa Organik.....	51
4.2.3	Transparansi Film.....	52
4.3	Uji Kualitatif	54
4.3.1	Uji Kestabilan Film.....	54
4.4	Perbandingan Sampel Berdasarkan Parameter-parameter Tertentu	55
5.	KESIMPULAN	57
	DAFTAR PUSTAKA	58
	LAMPIRAN.....	62

DAFTAR GAMBAR

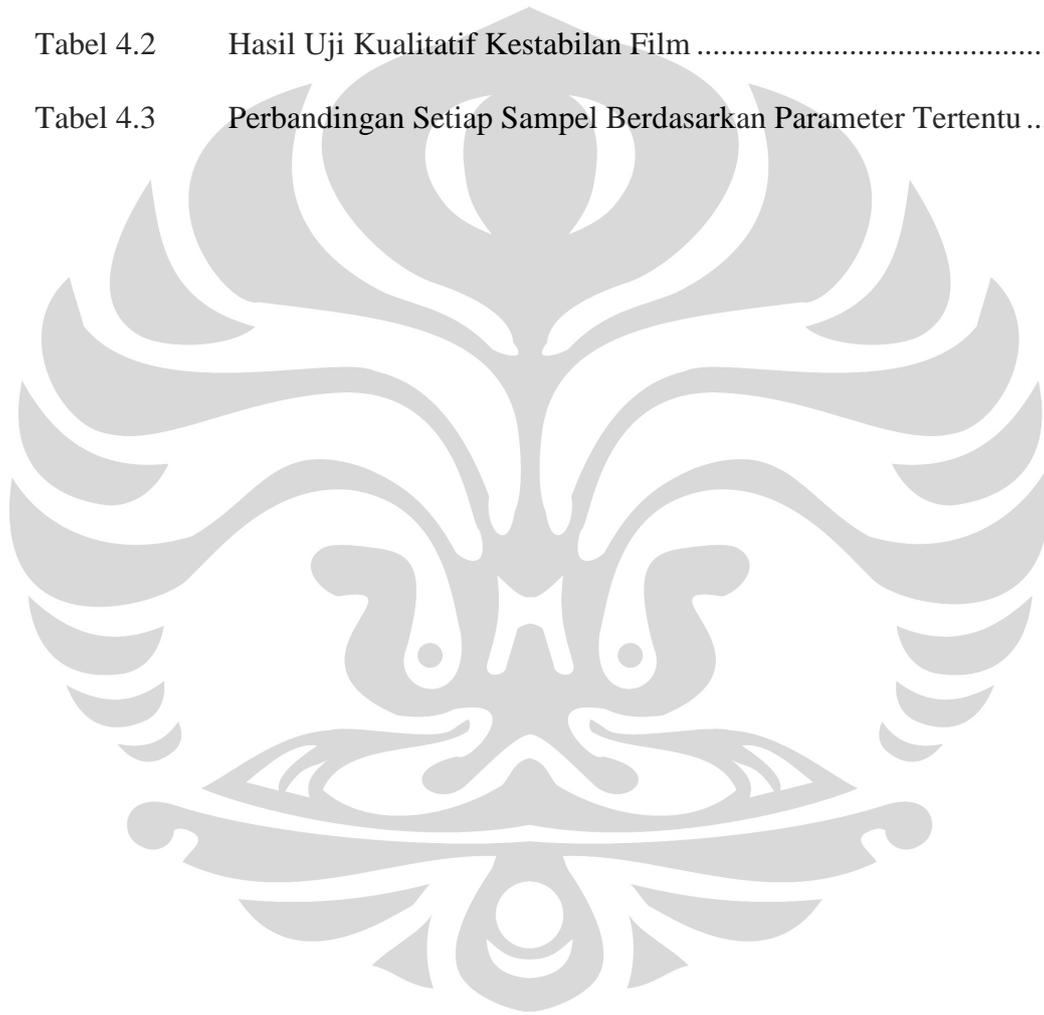
Gambar 2.1	Ilustrasi skematis proses fotoeksitasi dan deeksitasi pada suatu semikonduktor	7
Gambar 2.2	Ilustrasi mekanisme penghasilan muatan elektron dan <i>holes</i>	8
Gambar 2.3	Struktur kristal rutil	9
Gambar 2.4	Struktur kristal anatase	10
Gambar 2.5	Struktur kristal brookite	10
Gambar 2.6	Celah pita semikonduktor	11
Gambar 2.7	Reaksi reduksi-oksidasi pada permukaan TiO ₂	12
Gambar 2.8	Skema pengontrolan proses hidrolisis oleh TBA(OH)	14
Gambar 2.9	Reaksi hidrolisis dan kondensasi metode sol-gel	18
Gambar 2.10	Variasi berbagai sudut kontak antara air dan padatan.....	19
Gambar 2.11	Mekanisme penyerapan air pada permukaan TiO ₂	21
Gambar 2.12	Interaksi energi dan bahan	22
Gambar 2.13	Kavitasi akustik pada cairan yang mengandung padatan.....	22
Gambar 2.14	Sinar X yang masuk ke dalam susunan atom.....	25
Gambar 2.15	Skema alat FTIR	27
Gambar 2.16	Skema alat SEM.....	28
Gambar 3.1	Diagram alir penelitian.....	30
Gambar 3.2	Diagram alir preparasi film TiO ₂	34
Gambar 3.3	<i>Contact angle meter</i>	36
Gambar 3.4	Desain eksperimen uji degradasi senyawa organik.....	37
Gambar 4.1	Pola XRD	41
Gambar 4.2	Spektra absorbansi IR	42
Gambar 4.3	Spektra absorbansi IR untuk TiO ₂ Degussa P-25	43

Gambar 4.4	Morfologi permukaan untuk perbesaran 10.000 kali	43
Gambar 4.5	Komposisi unsur dalam film	44
Gambar 4.6	Pengaruh UV-C terhadap sudut kontak.....	45
Gambar 4.7	Pengaruh perlakuan terhadap sudut kontak.....	46
Gambar 4.8	Pengaruh TBA(OH) terhadap sudut kontak.....	48
Gambar 4.9	Pengaruh konsentrasi TiO ₂ P-25 terhadap sudut kontak.....	48
Gambar 4.10	Pengaruh waktu penyimpanan terhadap sudut kontak.....	49
Gambar 4.11	Pengaruh lingkungan penyimpanan terhadap sudut kontak.....	50
Gambar 4.12	Hubungan antara konsentrasi asam laktat dan waktu iradiasi.....	51
Gambar 4.13	Transmitansi film untuk panjang gelombang sinar tampak	52



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan Sifat dan Karakteristik Ketiga Fasa Kristal	11
Tabel 2.2	Potensial Oksidasi Berbagai Oksidator	13
Tabel 2.3	Nilai TE Untuk Setiap Metode Pelapisan	23
Tabel 2.4	Sifat Fisik dan Kimiawi Polikarbonat	24
Tabel 4.1	Definisi Sampel dan Simbol	40
Tabel 4.2	Hasil Uji Kualitatif Kestabilan Film	54
Tabel 4.3	Perbandingan Setiap Sampel Berdasarkan Parameter Tertentu	55



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Selama beberapa dekade ini, fotokatalisis berbasis TiO_2 telah banyak digunakan untuk berbagai aplikasi dalam kehidupan sehari-hari. Beberapa kegunaan yang banyak dijumpai adalah untuk aplikasi anti kabut dan swa-bersih (Guan, 2005). Kegunaan ini dilatarbelakangi oleh sifat TiO_2 yang hidrofilik. Selain itu, TiO_2 juga cukup menjanjikan mengingat kemampuan oksidasinya yang kuat, kestabilan kimianya, dan sifatnya yang nontoksik (Hu, 2006).

Salah satu contoh kecil kegunaan fotokatalisis untuk aplikasi anti kabut adalah penggunaan film TiO_2 pada kaca helm. Helm sebagai salah satu alat pengaman dalam berkendara seringkali memberikan masalah tersendiri berupa terbentuknya kabut ketika digunakan pada cuaca yang buruk. Kaca helm yang berkabut membuat kenyamanan dan keamanan dalam berkendara terganggu. Fotokatalis TiO_2 diharapkan mampu memberikan jawaban atas masalah tersebut. Pelapisan katalis TiO_2 dalam bentuk film di atas kaca helm dapat memberikan sifat anti kabut sehingga mampu membuat kenyamanan berkendara tetap terjaga meskipun cuaca tidak bersahabat.

Semikonduktor fotokatalis TiO_2 memiliki properti hidrofilik yang dapat dimanfaatkan untuk aplikasi anti kabut di material-material tertentu, seperti plastik dan kaca. Properti hidrofilik dari TiO_2 menyebabkan air yang berada di permukaan tersebar merata dan tidak membentuk butiran (droplet). Hasilnya material yang terlapisi oleh film TiO_2 akan bersifat anti kabut. Film transparan TiO_2 pada substrat plastik dan kaca memiliki banyak kegunaan praktis, seperti pada cermin, jendela, kaca helm, lensa, dan sebagainya (Watanabe et.al., 2000).

Katalis TiO_2 dibuat dalam bentuk lapisan film. Lapisan film TiO_2 ini menjadi alternatif di tengah keterbatasan dari katalis TiO_2 dalam bentuk serbuk. Keterbatasan-keterbatasan tersebut di antaranya adalah adanya kesulitan dalam proses separasi TiO_2 dari partikel tersuspensinya (proses aglomerasi/penggumpalan), kesukaran dalam hal proses pelapisan (*coating*) pada media yang akan digunakan, dan pelapisan tidak memberikan hasil yang

transparan seperti yang diharapkan (Viriya, 2008). Di samping itu, film TiO₂ banyak digunakan untuk pelapisan di berbagai medium karena sifat optik, stabilitas, dan properti fisiknya yang dapat dengan mudah dikontrol melalui teknik pendeposisiannya pada substrat (M. Radecka et.al., 1993).

Metode preparasi katalis memiliki pengaruh yang cukup besar terhadap properti fisik dan kimia dari katalis TiO₂ (Arnal et.al., 1996 & Watson et.al., 2004). Di antara metode-metode preparasi yang ada, metode sol-gel merupakan metode yang paling mudah dalam preparasi TiO₂ karena prosedurnya yang sederhana dan tidak memerlukan peralatan yang rumit. Namun, kendala terbesar dari metode sol-gel konvensional ini adalah katalis TiO₂ yang dihasilkan masih bersifat amorf (belum kristalin) sehingga katalis yang terbentuk masih harus dikalsinasi pada suhu tinggi (di atas 500°C) untuk membentuk kristal TiO₂ (Shen et.al., 2006). Di satu sisi, tantangan terbesar dalam aplikasi fotokatalisis pada material plastik adalah teknik preparasi katalis yang harus dilakukan pada suhu rendah. Hal ini menjadi fokus perhatian utama mengingat sifat plastik yang tidak tahan panas dan resistensinya yang besar terhadap senyawa-senyawa kimia tertentu (Hu, 2006) sehingga dikembangkanlah beberapa metode preparasi suhu rendah.

Beberapa metode preparasi pada suhu rendah telah dikembangkan untuk mengatasi kendala-kendala di atas. Bosc et.al. mengembangkan metode sol-gel termodifikasi dengan menggunakan surfaktan untuk sintesis lapisan film nano kristal anatase TiO₂ pada suhu 350°C (Bosc et.al., 2003). Peiro et.al. menggunakan panas dari *microwave* untuk mensintesis kristal anatase TiO₂ pada suhu 60°C (Peiro et.al., 2001). Yoo et.al. mensintesis nano kristal TiO₂ pada suhu rendah (120°C) dengan metode sol-gel termodifikasi menggunakan cairan ionik (Yoo et.al., 2004). Sementara Wang et.al. mensintesis nano kristal TiO₂ dengan metode sintesis hidrotermal yang merupakan metode yang paling banyak digunakan untuk preparasi katalis TiO₂ pada suhu rendah (Wang et.al., 2007). Namun, metode ini membutuhkan tekanan yang tinggi dan peralatan khusus. Selain itu, sifat hidrofilik film yang dihasilkan juga menjadi tantangan tersendiri di samping pemilihan metode preparasi yang tepat dalam pengaplikasian fotokatalisis pada substrat seperti plastik. Oleh karena itulah, perlu dilakukan

pengembangan terhadap metode preparasi yang ada agar lapisan film mampu memenuhi unsur tersebut.

Metode preparasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode preparasi suhu rendah. Metode ini tidak memerlukan temperatur tinggi dan peralatan khusus tetapi mampu menghasilkan film TiO_2 dengan properti katalis yang cukup memuaskan (Peiro et.al., 2001). Sementara itu, substrat polimer yang digunakan adalah plastik polikarbonat. Plastik ini merupakan plastik yang banyak digunakan untuk kaca helm. Selain itu, pemilihan polikarbonat sebagai substrat yang akan dilapisi ini didasari oleh kepraktisan dan kemudahan dalam ketersediaannya. Pada metode ini, proses perlakuan panas substrat pasca deposisi film berlangsung hanya pada suhu 60°C (Peiro et.al., 2001) sehingga sangat cocok digunakan untuk substrat berjenis polikarbonat.

Pengembangan selanjutnya dari metode preparasi suhu rendah ini adalah berupa penambahan aditif tetrabutyl ammonium hidroksida (TBA(OH)). Aditif ini memiliki peranan dalam mengontrol proses hidrolisis yang terjadi pada kristalisasi TiO_2 dengan menggunakan prekursor titanium alkoksida (Peiro, et.al., 2001). Dengan terkontrolnya proses hidrolisis, proses aglomerasi (penggumpalan) katalis dapat dikendalikan sehingga mampu menghasilkan kristal dengan ukuran yang cukup kecil dan memberikan transparansi film yang baik.

Penggunaan ultrasonikasi juga menjadi bagian dari pengembangan metode preparasi suhu rendah ini. Kendati memiliki keunggulan berupa mampu diaplikasikan untuk substrat yang tidak tahan terhadap suhu tinggi, metode preparasi suhu rendah ternyata memiliki kelemahan berupa lamanya waktu perlakuan panas (*heat treatment*) katalis (Ou, Lo 2007). Ultrasonikasi adalah metode penggunaan energi gelombang ultrasonik untuk mengagitasi partikel dalam suatu sampel untuk berbagai tujuan. Dengan adanya tahap ultrasonikasi ini, waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan kristal TiO_2 dapat berkurang secara signifikan dan terbukti mampu mendorong dan mempercepat proses kristalisasi TiO_2 (Yu, J. C. et. al., 2002). Film yang mendapatkan perlakuan ultrasonikasi ini dibandingkan dengan film yang mendapatkan perlakuan *microwave* dan tanpa perlakuan untuk melihat efektivitas perlakuan terhadap sifat hidrofilik film.

Parameter yang digunakan sebagai pembanding di antaranya adalah sifat hidrofilik, aktivitas fotokatalisis, transparansi, dan kestabilan film.

Secara prospek, pengaplikasian film TiO₂ pada substrat polikarbonat — bahan kaca helm— cukup menjanjikan. Hal ini mengingat metode preparasi yang digunakan tidak membutuhkan temperatur yang tinggi sehingga cukup ramah bagi lingkungan, memenuhi aspek keekonomian, dan yang terpenting adalah belum banyaknya dilakukan penelitian-penelitian terkait dengan aplikasi film TiO₂ secara spesifik untuk kaca helm.

1.2 Perumusan Masalah

Masalah yang akan dikaji dalam penelitian ini adalah :

- Bagaimana cara memperoleh kaca helm berbahan polikarbonat berlapis film TiO₂ dengan aktivitas fotokatalisis dan sifat hidrofilik yang baik dengan metode preparasi fotokatalisis yang digunakan.
- Bagaimana pengaruh tetrabutyl ammonium hidroksida (TBA(OH)) terhadap film yang dihasilkan.
- Bagaimana pengaruh ultrasonikasi terhadap film yang dihasilkan dibandingkan dengan perlakuan *microwave* dan tanpa perlakuan sama sekali.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

- Mendapatkan kaca helm berbahan polikarbonat dengan aktivitas fotokatalisis dan sifat hidrofilik yang baik serta mampu bersifat anti kabut.
- Menyelidiki pengaruh penambahan tetrabutyl ammonium hidroksida (TBA(OH)) terhadap film yang dihasilkan.
- Menyelidiki pengaruh ultrasonikasi terhadap film yang dihasilkan dibandingkan dengan *microwave* dan tanpa perlakuan sama sekali.

1.4 Batasan Masalah

Batasan dari penelitian ini adalah :

- Prekursor yang digunakan adalah titanium tetraisopropoksida (TTIP).

- Aditif yang digunakan adalah tetrabutyl ammonium hidroksida (TBA(OH)).
- Metode preparasi katalis yang digunakan adalah metode sol-gel termodifikasi pada suhu rendah.
- Bahan penyangga atau substrat yang digunakan adalah kaca helm berbahan polikarbonat.
- Karakterisasi katalis yang akan dilakukan adalah XRD, FTIR, dan SEM. Sedangkan uji kinerja yang dilakukan berupa pengukuran sudut kontak pada kaca helm yang telah dilapisi oleh katalis dan pengujian aktivitas fotokatalisis film.

1.5 Sistematika Penulisan

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

- **BAB 1 PENDAHULUAN**

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

- **BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA**

Bab ini berisi tentang prinsip dasar fotokatalisis, TiO_2 sebagai semikonduktor fotokatalisis, fotokatalis film, aditif pada katalis TiO_2 , metode preparasi sol-gel, hidrofilisitas TiO_2 , ultrasonikasi, metode pelapisan *spin coating*, polikarbonat, dan karakterisasi katalis.

- **BAB 3 METODE PENELITIAN**

Bab ini berisi tentang metode pelaksanaan penelitian, model penelitian, peralatan dan bahan yang digunakan dalam penelitian, prosedur penelitian, variabel penelitian, pengolahan dan analisis data, dan cara penyimpulan serta penafsiran hasil penelitian.

- **BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN**

Bab ini berisi tentang pembahasan sifat hidrofilik dan aktivitas fotokatalisis untuk ketiga film dengan perlakuan yang berbeda, transparansi film, hasil pengujian karakterisasi XRD, SEM-EDS, dan FTIR, dan hasil uji kualitatif kestabilan film.

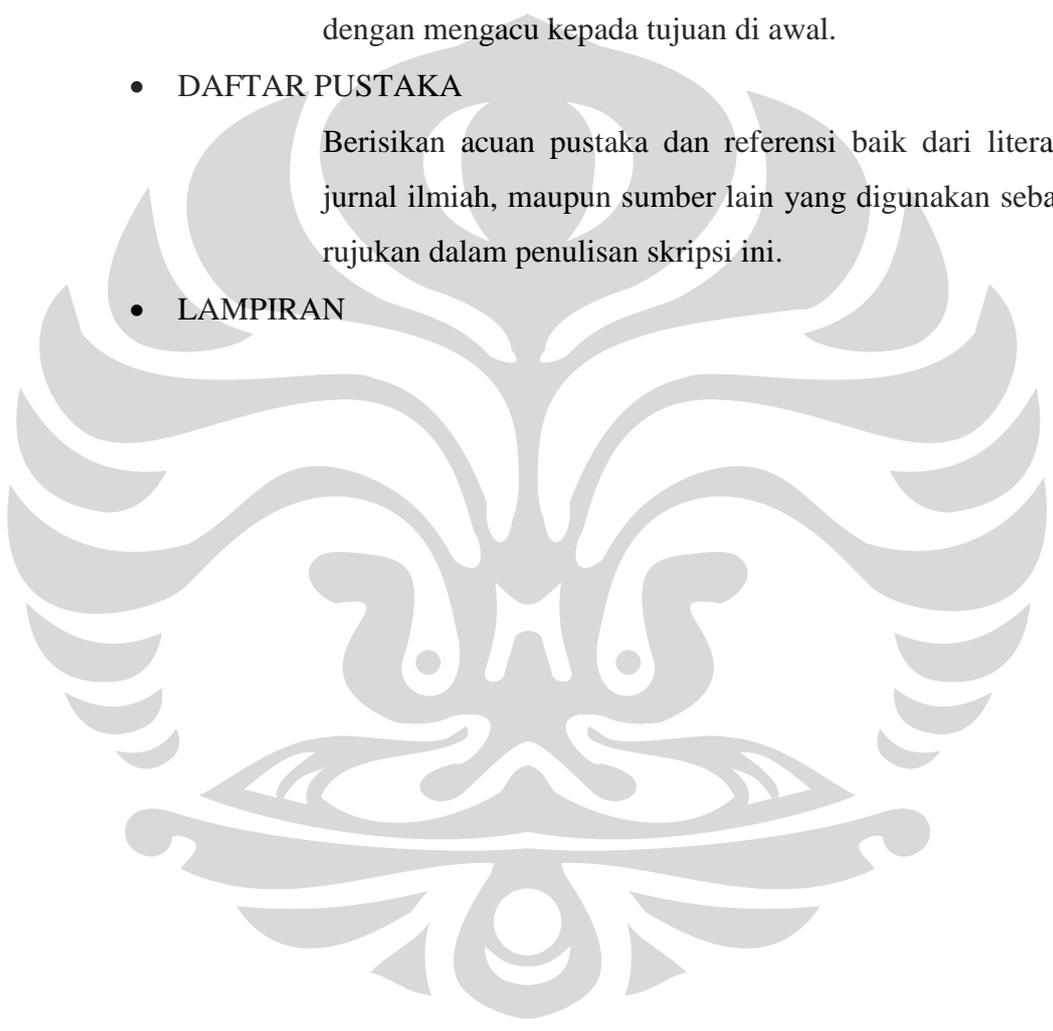
- **BAB 5 KESIMPULAN**

Berisikan kesimpulan dari penelitian yang telah dilakukan dengan mengacu kepada tujuan di awal.

- **DAFTAR PUSTAKA**

Berisikan acuan pustaka dan referensi baik dari literatur, jurnal ilmiah, maupun sumber lain yang digunakan sebagai rujukan dalam penulisan skripsi ini.

- **LAMPIRAN**

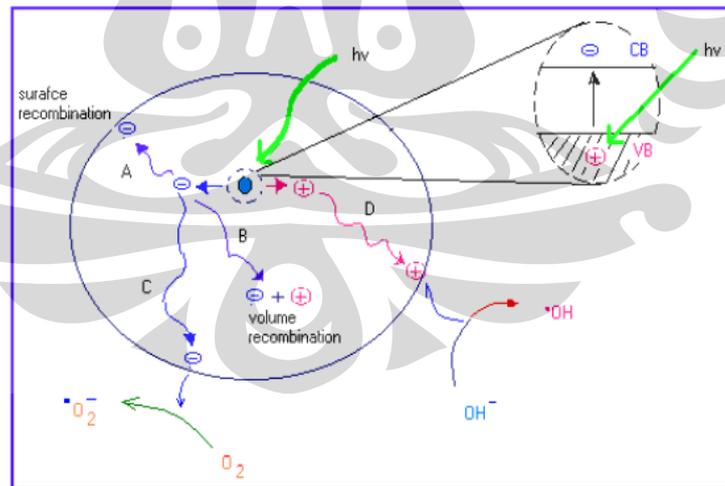


BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Prinsip Dasar Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan suatu proses kombinasi antara proses fotokimia dan katalis, yaitu suatu proses sintesis secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses transformasi tersebut (Slamet, et al., 2007).

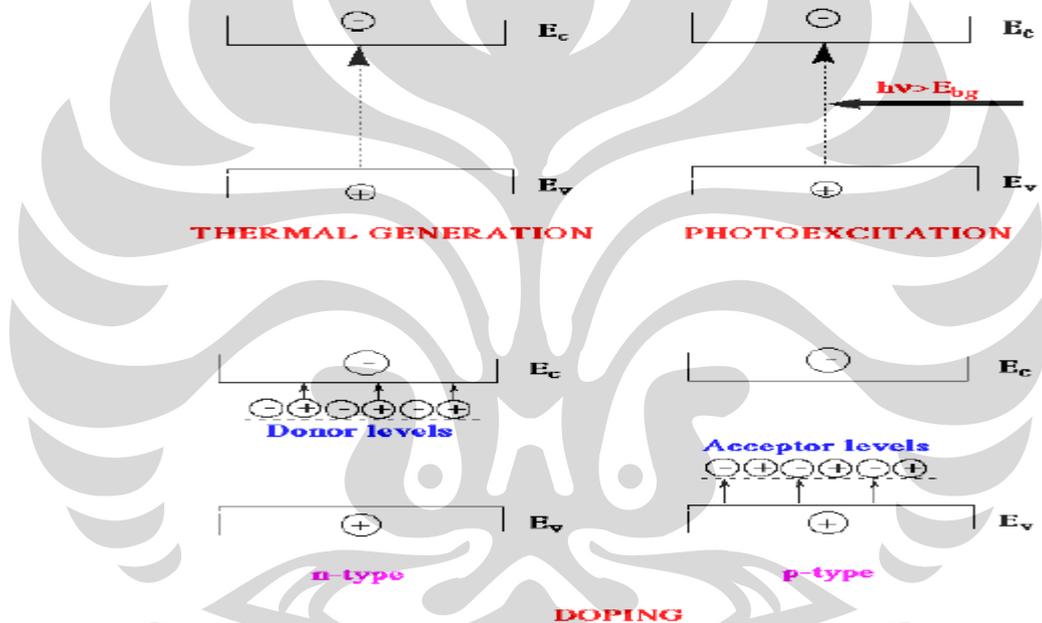
Secara umum, fenomena fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat digambarkan pada gambar 2.1. Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai dengan celah pita semikonduktor tersebut, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif ($hole^+$ atau h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan (jalur A) atau di dalam *bulk* partikel (jalur B). Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor (jalur C dan D), dengan h^+ menginisiasi reaksi oksidasi dan e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001).



Gambar 2.1 Ilustrasi skematis proses fotoeksitasi dan deeksitasi pada suatu semikonduktor (Gunlazuardi, 2001)

Muatan-muatan tersebut (e^- dan h^+) dapat dihasilkan melalui tiga mekanisme yang berbeda, eksitasi termal, fotoeksitasi, dan doping. Jika celah

energi pada pita semikonduktor relatif kecil (lebih kecil dari 0,5 eV), eksitasi termal dapat mempromosikan sebuah elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Dengan cara yang sama, sebuah elektron juga dapat berpindah ke pita konduksi melalui absorpsi foton dari cahaya (fotoeksitasi) jika energi foton $>$ celah energi pita semikonduktor. Pada penambahan doping ke dalam semikonduktor, terjadi transfer muatan yang mengakibatkan kondisi muatan tak seimbang pada permukaan semikonduktor. Kondisi inilah yang memicu reaksi oksidasi atau reduksi dari zat kimia di sekitar permukaan semikonduktor (Licciuli, 2002). Gambar 2.2 mengilustrasikan ketiga mekanisme pembentukan muatan elektron (e^-) dan *holes* (h^+).

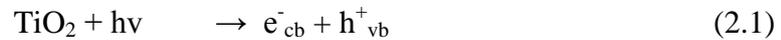


Gambar 2.2 Ilustrasi mekanisme penghasilan muatan elektron dan *holes* (Licciuli, 2002)

Pada prinsipnya, reaksi oksidasi pada permukaan semikonduktor dapat berlangsung melalui donasi elektron dari substrat ke h^+ (menghasilkan radikal pada substrat yang akan menginisiasi reaksi berantai). Apabila potensial oksidasi yang dimiliki oleh h^+ pada pita valensi ini cukup besar untuk mengoksidasi air dan/atau gugus hidroksil pada permukaan partikel maka akan dihasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil adalah spesi pengoksidasi kuat (pada pH = 1) yang memiliki potensial redoks sebesar 2,8 Volt (relatif terhadap elektroda hidrogen

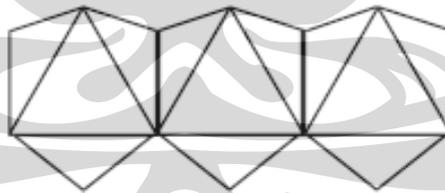
Nernst). Potensial sebesar ini cukup kuat untuk mengoksidasi kebanyakan zat organik menjadi air, asam mineral, dan karbon dioksida.

Berikut adalah reaksi kimia dalam proses fotokatalitik (Gunlazuardi, 2001):



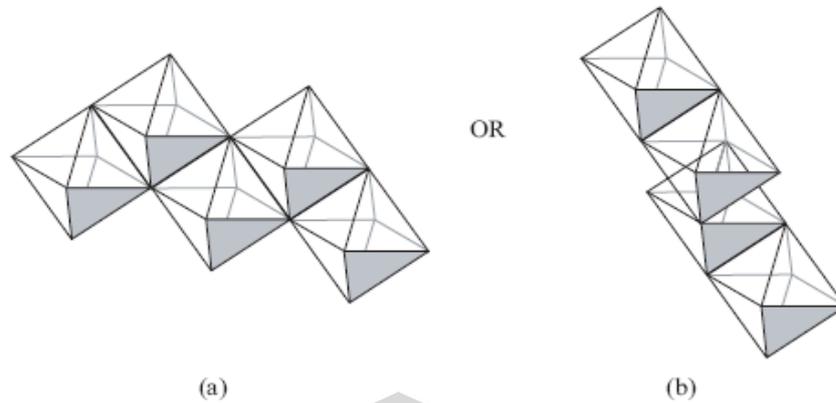
2.2 TiO₂ Sebagai Semikonduktor Fotokatalis

TiO₂ memiliki tiga fasa kristal, yaitu anatase, rutile, dan brookite. Anatase dan rutile telah secara luas dipelajari untuk berbagai aplikasi fotokatalisis. Brookite sendiri tidak begitu dikenal secara umum dan belum banyak digunakan dalam aplikasi fotokatalisis. Anatase dan rutile memiliki struktur tetragonal sementara brookite *orthorhombic*. Semuanya terdiri atas ikatan oktahedral TiO₆⁻² dan pola ikatan dari oktahedral ini berbeda-beda untuk setiap jenis fasa kristal. Pada rutile, dua (di luar dari dua belas) sudut saling berbagi untuk membentuk rantai linear. Selanjutnya, rantai linear dari setiap oktahedral akan bergabung satu sama lain dengan jalan berbagi sudut dari atom oksigen. Representasi struktur kristal rutile digambarkan pada gambar 2.3.



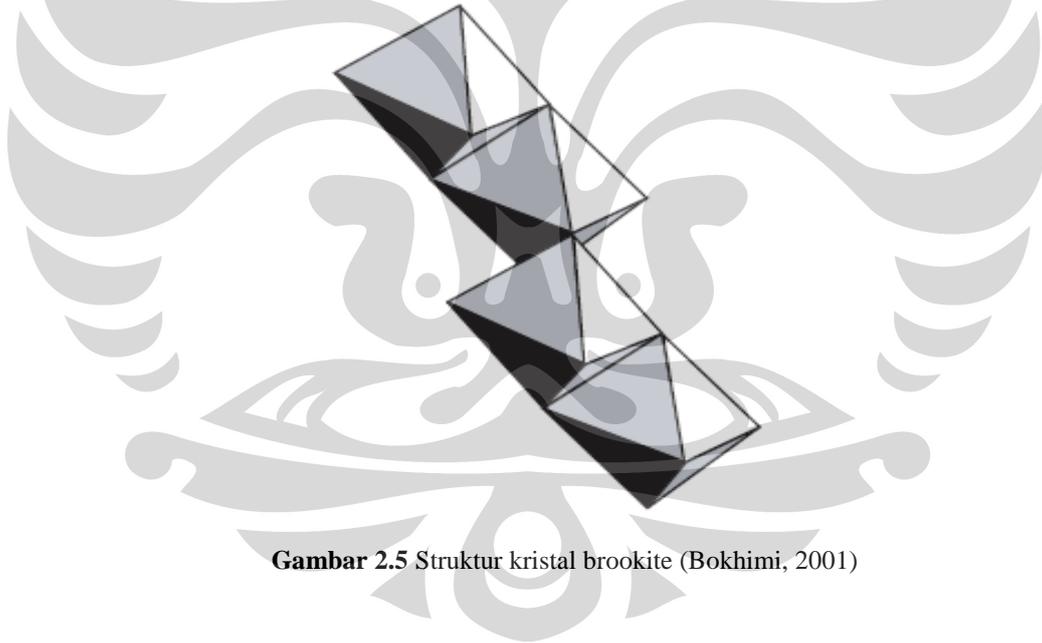
Gambar 2.3 Struktur kristal rutile (Gopal, et.al., 1997)

Anatase memiliki empat sudut yang dibagi per oktahedral dan tidak ada sudut oksigen yang dibagi. Struktur kristal anatase dapat dilihat pada gambar 2.4. Pada gambar 2.4a, dua sudut dibagi per oktahedral yang membentuk konfigurasi sudut kanan dan pada gambar 2.4b sudut ketiga dan keempat saling berbagi dan membentuk lapisan atas.



Gambar 2.4 Struktur kristal anatase; (a) tampak depan, (b) tampak samping (Gopal, et.al., 1997)

Sementara itu pada fasa brookite, hubungan antara oktahedral terjadi melalui pembagian tiga sudut per oktahedralnya. Struktur brookite yang dibentuk dari oktahedral-oktahedral TiO_6^{2-} ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5 Struktur kristal brookite (Bokhimi, 2001)

Perbandingan sifat dan karakteristik ketiga fasa kristal ditunjukkan pada tabel 2.1.

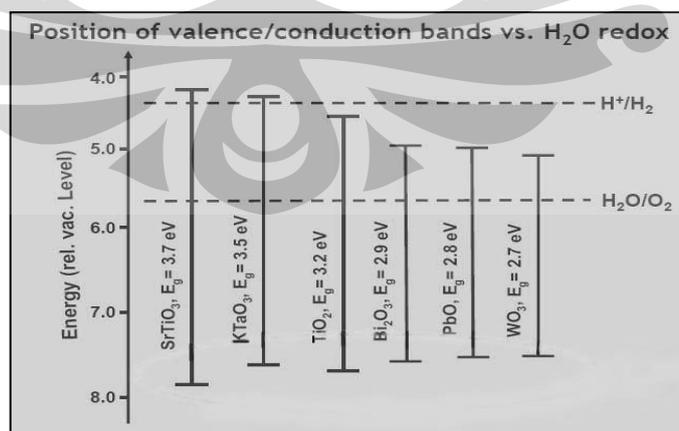
Tabel 2.1 Perbandingan Sifat dan Karakteristik Ketiga Fasa Kristal

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

Sumber : Gopal et.al. (1997)

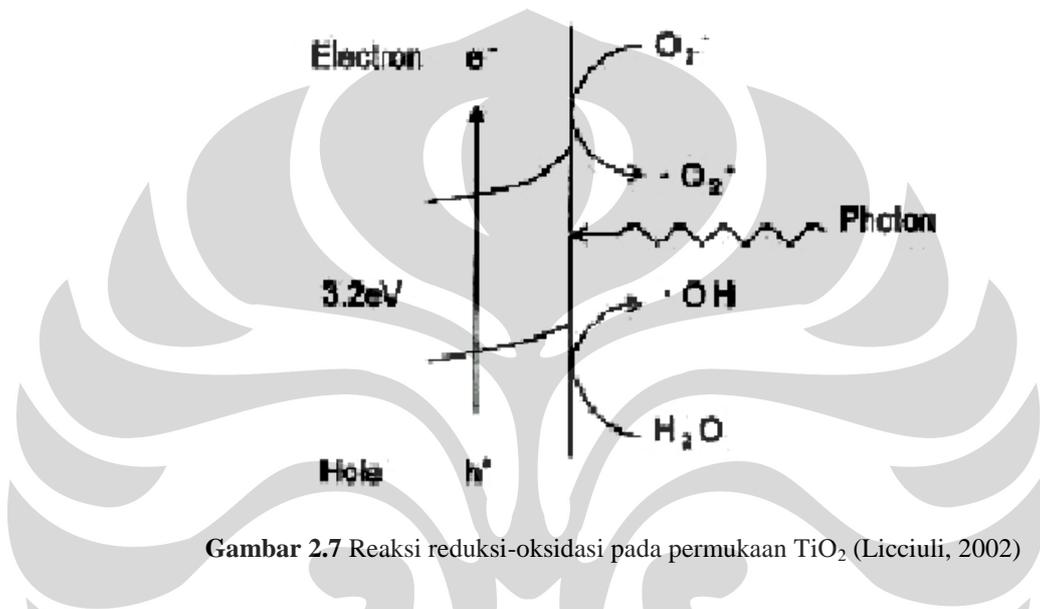
TiO₂ merupakan material yang potensial untuk dikembangkan sebagai fotokatalis karena berbagai keunggulannya, di antaranya efisiensi kuantumnya yang tinggi, aktivitas fotokatalisisnya yang tinggi, dan keekonomisannya (Fujishima et.al., 2000). TiO₂ adalah semikonduktor dengan celah energi $E_g = 3,2$ eV. Jika material ini diirradiasi dengan foton yang memiliki energi $> 3,2$ eV (panjang gelombang < 388 nm), elektron akan terpromosikan dari pita valensi menuju pita konduksi. Konsekuensinya, terbentuklah muatan elektron dan *holes*.

Kemampuan dari sebuah semikonduktor dalam hal aktivitas fotokatalitiknya bergantung pada posisi celah energi pada pita semikonduktor dan potensial redoks dari adsorbat. Potensial redoks dari spesi akseptor secara termodinamika harus berada di bawah pita konduksi dari semikonduktor. Di satu sisi, potensial redoks dari donor harus berada di atas pita valensi agar terjadi donasi elektron ke lubang kosong yang ditinggalkannya. Celah energi dari beberapa semikonduktor dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Celah pita semikonduktor (Katz, et al., 2007)

Reaksi reduksi-oksidas pada permukaan TiO_2 diilustrasikan pada gambar 2.7. Ketika cahaya diserap oleh TiO_2 , terbentuk elektron (e^-) dan *hole* positif (h^+). Pada substansi biasa, elektron dan *hole* akan berekombinasi dengan cepat, namun pada fotokatalis TiO_2 , rekombinasi terjadi sangat lambat. Persentase yang berekombinasi merupakan parameter keefektifan proses fotokatalisis. Ketika air dioksidasi oleh *hole* positif, terbentuk radikal hidroksil ($\cdot\text{OH}$) yang memiliki daya oksidasi dekomposisi tinggi.



Gambar 2.7 Reaksi reduksi-oksidas pada permukaan TiO_2 (Licciuli, 2002)

Semikonduktor TiO_2 merupakan semikonduktor yang paling cocok digunakan dalam berbagai reaksi fotokatalisis. TiO_2 dapat mengakomodasi potensial redoks beberapa oksidator yang paling umum dijumpai dalam reaksi fotokatalisis dimana hal itu tidak terjadi pada semikonduktor yang lain. Potensial redoks beberapa oksidator dapat dilihat pada tabel 2.2. Selain itu, pada semikonduktor lain, eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi akan menyebabkan struktur fotoeksitasi tidak stabil dan mudah rusak, dimana hal tersebut tidak terjadi pada TiO_2 (Amemiya, 2004). Beberapa keunggulan TiO_2 lainnya adalah reaksi fotokatalisis dengan katalis TiO_2 dapat berlangsung cepat pada kondisi operasi ambien, memungkinkan terkonversinya banyak kontaminan organik menjadi air dan CO_2 , dan tidak adanya penggunaan reaktan kimia tambahan serta reaksi samping yang tidak diharapkan (Licciuli, 2002).

Tabel 2.2 Potensial Oksidasi Berbagai Oksidator

Oksidator	Potensial oksidasi (V)
•OH (radikal hidroksil)	2,80
O ₃ (ozon)	2,07
H ₂ O ₂ (hidrogen peroksida)	1,77
ClO ₂ (asam hipoklorit)	1,49
Cl (klorin)	1,36

Sumber : Amemiya, 2004

2.3 Fotokatalis Film

Pada penerapannya, fotokatalis dalam bentuk serbuk memiliki beberapa kelemahan mendasar sebagai berikut.

1. Kesulitan dalam proses pemisahan katalis dari suspensi setelah reaksi fotokatalitik berakhir.
2. Partikel-partikel yang tersuspensi cenderung menggumpal terutama pada konsentrasi tinggi.
3. Suspensi-suspensi partikel serbuk sulit diaplikasikan ke dalam sistem aliran kontinu.
4. Kedalaman penetrasi sinar UV dalam suspensi TiO₂ terbatas.

Katalis film mulai dikembangkan dalam aplikasi yang lebih luas karena alasan keterbatasan tersebut. Katalis bentuk film lebih mudah diaplikasikan dan lebih efisien digunakan. Umumnya katalis bentuk film ini diaplikasikan pada kaca, *soda lime plate*, atau plastik dengan berbagai metode preparasi dan *coating*. Dalam katalis bentuk film, ketebalan menjadi suatu hal yang sangat penting. Hal ini karena menyangkut penampilan dari media yang ter-*coating* tersebut. Jika ketebalan film lebih dari 1 µm, maka perubahan warna menjadi tidak jelas dan film menjadi tidak transparan.

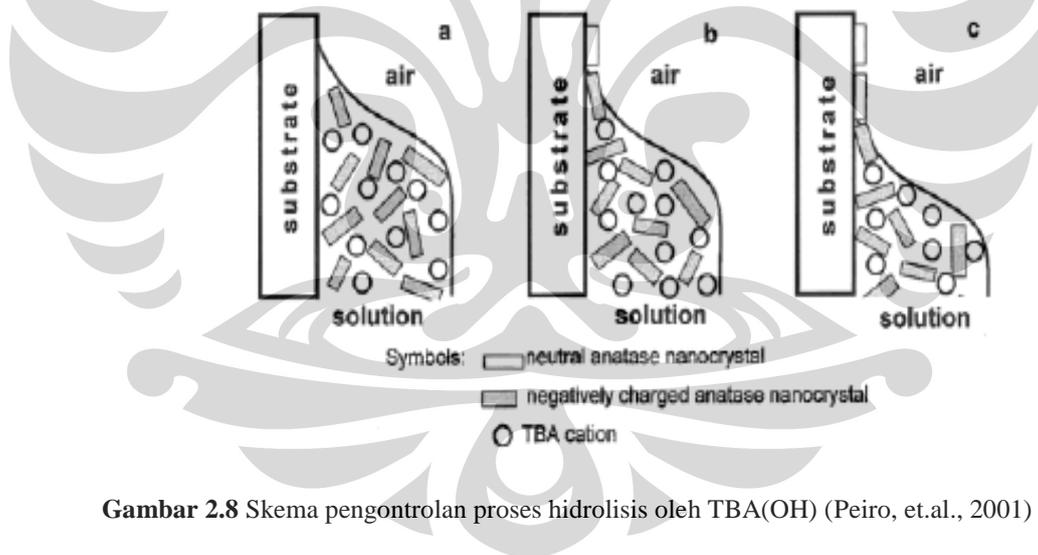
Aktivitas fotokatalitik dari katalis film sangat bervariasi dan bergantung pada berbagai faktor. Beberapa di antaranya adalah struktur kristal dari TiO₂, luas permukaan fotokatalis, diameter partikel, porositas, kerapatan gugus hidroksil, dan ketebalan dari film yang dihasilkan.

2.4 Aditif Pada Katalis TiO₂

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 aditif yang dapat memperbaiki ukuran, porositas, dan hidrofilitas serta keaktifan dari fotokatalis. Jenis aditif yang akan digunakan dalam percobaan ini adalah tetrabutil amonium hidroksida (TBA(OH)).

2.4.1 Aditif Tetrabutil Amonium Hidroksida (TBA(OH))

Aditif ini memiliki peranan dalam mengontrol proses hidrolisis yang terjadi pada kristalisasi TiO₂ dengan menggunakan prekursor titanium alkoksida (Peiro, et.al., 2001). Dengan terkontrolnya proses hidrolisis, lapisan film yang dihasilkan diharapkan akan lebih stabil dan memiliki ketahanan mekanis yang lebih baik (Peiro, et.al., 2001). Secara teoritis, mekanisme pengontrolan proses hidrolisis oleh TBA(OH) dapat dilihat pada gambar 2.8 berikut.



Gambar 2.8 Skema pengontrolan proses hidrolisis oleh TBA(OH) (Peiro, et.al., 2001)

Proses dalam skema menggambarkan lapisan antara (*interface*) cair-padat dan cair-udara dalam proses deposisi film TiO₂ pada substrat. Skema 2.8a menunjukkan larutan koloid yang terdiri atas nanopartikel TiO₂ anatase yang terstabilkan oleh kation tetrabutil amonium (TBA⁺) yang mengalami kontak dengan permukaan substrat. Skema 2.8b menggambarkan situasi dimana ketinggian larutan pada substrat mulai menurun, yang artinya proses pembentukan

film mulai berjalan. Pada tahap ini, sebagian kristal TiO_2 telah terdeposisi pada permukaan substrat. Ketika proses deposisi telah berjalan, dimulailah proses hidrolisis yang merupakan proses khas yang terjadi ketika prekursor alkoksida digunakan. Hasilnya adalah terbentuknya anion-anion OH^- . Konsekuensinya, ion $\text{TBA}(\text{OH})$ yang bermuatan positif akan tarik menarik dengan anion OH^- dan akan meninggalkan hanya kristal TiO_2 saja di permukaan substrat. Akibatnya, proses deposisi akan berjalan lebih optimal dan menghasilkan lapisan film dengan ketahanan mekanis yang baik (skema 2.8c).

Daya adhesi yang baik antara substrat dengan lapisan film TiO_2 mengindikasikan adanya ikatan yang kuat antara substrat dan kristal terdeposit. Beberapa senyawa oksida kovalen, seperti Si dan Sn ($>\text{X}-\text{O}-\text{Ti}<:\text{X}$) Si, Sn) dilaporkan dapat memberikan penambahan daya adhesi antara substrat dan lapisan film.

2.5 Metode Preparasi Sol-Gel

Beberapa metode telah digunakan untuk preparasi TiO_2 nanopartikel, seperti presipitasi kimia, mikroemulsi, kristalisasi hidrotermal, dan sol gel (Su, et al., 2004). Sol-gel adalah salah satu teknik yang paling berhasil digunakan untuk preparasi material logam oksida berukuran nano dengan aktivitas fotokatalitik tinggi. Dengan melapiskan struktur kimia dari prekursor utama dan dengan teliti mengontrol variabel proses, produk nano kristal dengan kadar kemurnian tinggi dapat diperoleh.

Proses sol-gel memiliki kelebihan mampu menghasilkan fotokatalis dengan luas permukaan besar (Hu, 2006). Teknik imobilisasi sol-gel dipilih untuk menggantikan penggunaan katalis TiO_2 dalam bentuk serbuk. Penggunaan TiO_2 dalam bentuk serbuk di dalam cairan bertubulensi tinggi tidak efisien karena dua hal. Pertama, serbuk yang telah terdispersi dalam air sangat sulit diregenerasi; kedua, bila campuran terlalu keruh, maka radiasi UV tidak mampu mengaktifkan seluruh partikel fotokatalis. Dari segi biaya operasional, imobilisasi fotokatalis pada substrat dapat meningkatkan efisiensi penggunaan fotokatalis dalam sistem alir terbuka (Gunlazuardi, 2001).

Sol merupakan suatu sistem yang memungkinkan spesi 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. Dalam sistem sol, fasa diskontinu adalah padatan $\text{Ti}(\text{OH})_4$, sedangkan fasa kontinu adalah air (Slamet et al., 2007).

Sol TiO_2 yang sedang membentuk gel dilapiskan pada penyangga sebagai tempat berlangsungnya reaksi fotokatalisis. Kehadiran penyangga diperlukan terutama untuk meningkatkan kualitas sifat tekstur demi efektifitas kontak dengan reaktan, seperti misalnya meningkatkan porositas dan luas permukaan (Slamet et al., 2007). Penyangga yang biasa digunakan adalah senyawa non-organik seperti zeolit, *silica gel*, kaca, *apatite*, titania, dan zirkonium fosfat (Amemiya, 2004).

Pada proses sol-gel, TiO_2 umumnya dipreparasi dengan reaksi hidrolisis dan polikondensasi titanium alkoksida, $\text{Ti}(\text{OR})_n$ untuk membentuk oksopolimer, yang kemudian berubah menjadi ikatan oksida. Tahapan-tahapan reaksinya adalah sebagai berikut (Su, et al., 2004) :

a. Hidrolisis

Pada tahapan ini, prekursor yang digunakan akan dilarutkan dalam alkohol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air sesuai dengan reaksi berikut :



Semakin banyak air yang ditambahkan akan mengakibatkan proses hidrolisis akan semakin cepat sehingga proses gelasi juga akan menjadi lebih cepat. Akan tetapi, proses hidrolisis yang terlalu cepat akan berpengaruh pada tingkat kehomogenan dari TiO_2 yang dihasilkan sehingga digunakan senyawa seperti *diol*, asam karboksilat, ataupun *diketonate* untuk mengontrol laju hidrolisis (Su et.al., 2004).

Proses hidrolisis difasilitasi dengan adanya penambahan densitas muatan pada logam serta jumlah ion hidrogen yang terdapat pada ligan (Brinker&Scherer,

1989). Atas dasar inilah, pada beberapa proses sol-gel digunakan asam yang berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses hidrolisis.

b. Kondensasi

Pada tahapan ini akan terjadi transisi dari sol menjadi gel. Molekul-molekul yang telah mengalami kondensasi akan saling bergabung sehingga menghasilkan molekul gel yang mempunyai kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan kristal logam oksida. Reaksi yang terjadi pada proses kondensasi ini yaitu :



Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil (OH⁻) untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada peristiwa kondensasi ini akan dihasilkan produk samping yang berupa air atau alkohol.

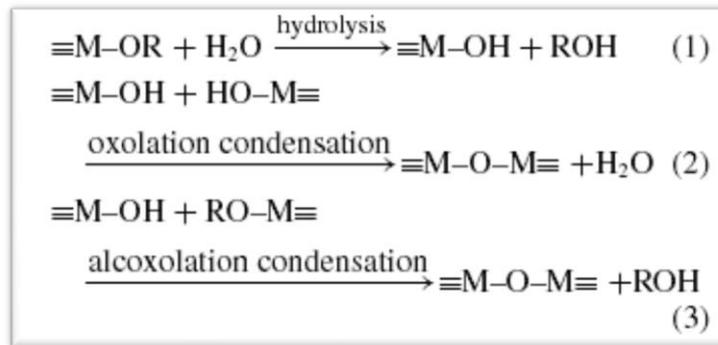
c. Aging (pengendapan)

Aging merupakan tahap pematangan dari gel yang telah terbentuk dari proses kondensasi. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan.

d. Pengeringan

Tahap terakhir ialah proses penguapan pelarut yang digunakan (misalnya alkohol) dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

Secara ringkas, skema reaksi metode sol-gel dapat dilihat pada gambar 2.9.



Gambar 2.9 Reaksi hidrolisis dan kondensasi metode sol-gel (Brinker&Scherer, 1989)

Reaksi hidrolisis (reaksi 1) terjadi dengan adanya penambahan air, dimana tertariknya gugus hidroksil ke atom logam akan menyebabkan lepasnya gugus alkil (OR). Reaksi ini akan diikuti dengan kondensasi, yang meliputi pembentukan ikatan M-O-M dan bergantung pada kondisi reaksi. Jika tersedia air, maka akan terjadi reaksi oksolasi (reaksi 2) dan jika tersedia alkohol maka akan terjadi reaksi alkoksolasi (reaksi 3).

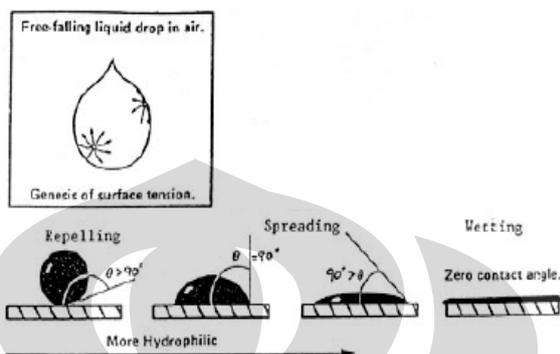
2.6 Hidrofilisitas TiO₂

Salah satu karakteristik dari TiO₂ ialah sifatnya yang hidrofilik. Hidrofilik dapat diartikan “suka air” dan material yang dapat mengabsorb air dikatakan sebagai material yang hidrofilik. Sifat hidrofilik mempunyai banyak peranan yang sangat penting untuk aplikasi swa-bersih dan antikabut. Ketika sudut kontak suatu permukaan dengan air besar, maka permukaan tersebut akan menjadi mudah kotor. Akan tetapi material hidrofilik yang menunjukkan sudut mendekati 0° jauh lebih sulit kotor dibandingkan material lain. Fotokatalis TiO₂ menunjukkan sifat hidrofilik setelah disinari sinar UV. Semakin lama disinari UV maka sudut kontak yang terbentuk akan semakin kecil.

2.6.1 Pengukuran Sudut Kontak

Ketika ada suatu tetesan air yang mengenai permukaan padatan maka sudut kontak dapat diukur dengan menghitung sudut yang terbentuk antara permukaan padatan dan garis tangensial jari-jari embun dari titik kontak dengan padatan. Sudut kontak ini berhubungan dengan tegangan permukaan. Jika sudut kontak yang terjadi sebesar 0°, maka akan terjadi peristiwa pembasahan (*wetting*),

sudut antara $0^\circ - 90^\circ$ akan menghasilkan tetesan yang menyebar sedangkan sudut kontak $> 90^\circ$ akan membentuk titik embun pada padatan (droplet) (Licciuli, 2002). Variasi sudut kontak pada permukaan padatan yang terbasahi air dapat dilihat pada gambar 2.10.



Gambar 2.10. Variasi berbagai sudut kontak antara air dan padatan (Licciuli, 2002)

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

2.6.2 Mekanisme Hidrofilisitas TiO_2

Mekanisme anti kabut (*anti fogging*) dan swa bersih (*self-cleaning*) sangat dipengaruhi oleh hidrofilisitas katalis. Mekanisme hidrofilisitas yang terjadi adalah sebagai berikut (Licciuli, 2002) :

1. Ketika cahaya UV yang memiliki energi foton yang lebih besar atau sama dengan celah energi pita semikonduktor mengenai permukaan katalis, akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Efek yang ditimbulkan adalah terbentuknya elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Hal ini terus berlangsung selama penyinaran.



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



Selama penyinaran UV berlangsung, Ti^{3+} cenderung untuk bereaksi dengan molekul oksigen yang terserap di permukaan dan kembali menjadi Ti^{4+} menurut reaksi sebagai berikut :



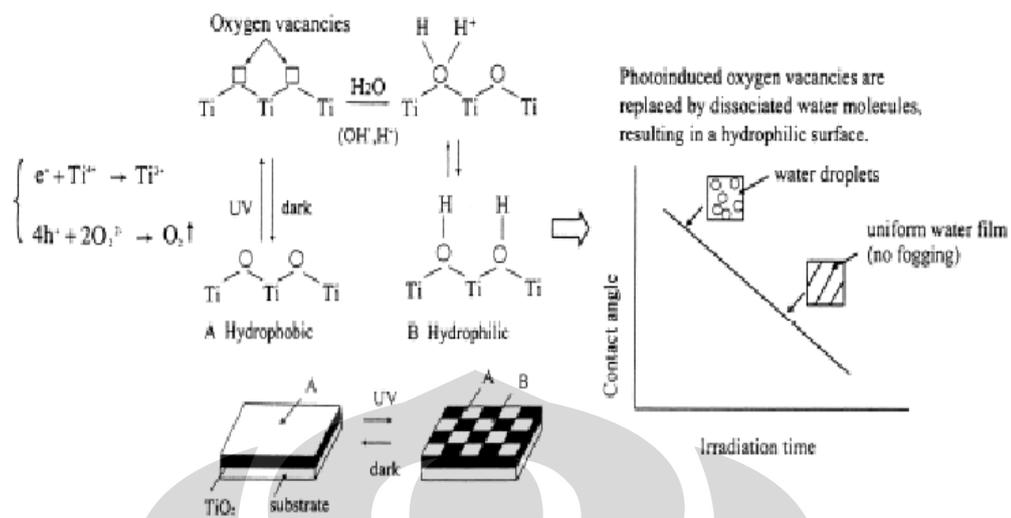
3. *Hole* (h^+) akan mengoksidasi oksigen (O_2^-) yang berasal dari *bridging site* oksigen pada kristal TiO_2 . Hasil oksidasi yaitu oksigen akan dilepas dan menghasilkan *oxygen vacancies*.



4. Dengan adanya *oxygen vacancies*, permukaan menjadi hidrofilik karena air dapat dengan mudah mengisi tempat kosong dan menghasilkan gugus OH teradsorpsi yang membentuk *monolayer* pada permukaan TiO_2 menurut reaksi :



Dengan adanya gaya Van der Waals dan ikatan hidrogen, grup OH teradsorpsi dapat berikatan dengan air yang datang ke permukaan. Mekanisme penyerapan air yang terjadi ditunjukkan oleh gambar 2.11.



Gambar 2.11 Mekanisme penyerapan air pada permukaan TiO₂ (Licciuli, 2002)

2.7 Ultrasonikasi

Dalam reaksi kimia, panas dan cahaya memberikan masukan energi bagi reaksi. Begitu pula dengan energi suara, juga dapat memberikan efek bagi reaksi kimia. Suara merambat melalui gelombang mekanik. Frekuensi gelombang yang masih dapat didengar oleh telinga kita adalah antara 1 Hz hingga 16 kHz. Gelombang suara yang frekuensinya di atas 16 kHz, disebut dengan ultrasonik. Suara memiliki energi yang dapat diaplikasikan pada sistem kimia. Energi pada gelombang dapat dirumuskan sebagai berikut (Chang, 1994) :

$$E = 2 \pi^2 f^2 A^2 \mu v t \quad (2.14)$$

dengan : E = Energi gelombang

f = Frekuensi gelombang

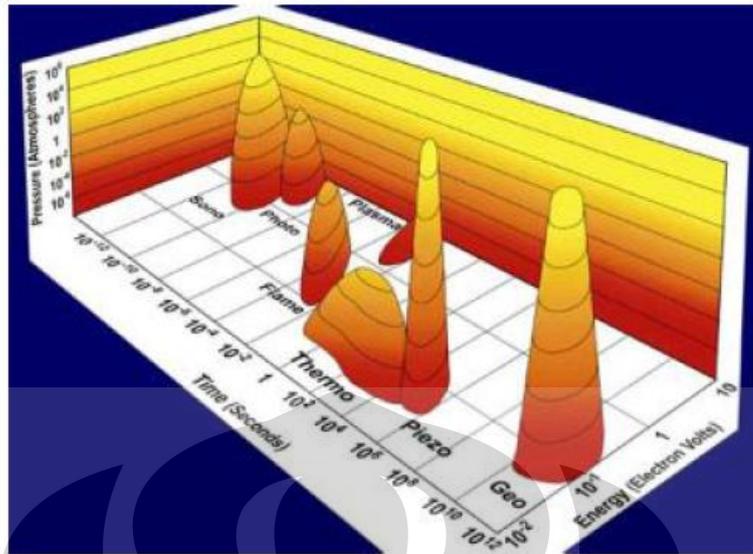
A = Amplitudo gelombang

μ = Massa per satuan panjang dan medium yang dilewati

v = Cepat rambat gelombang

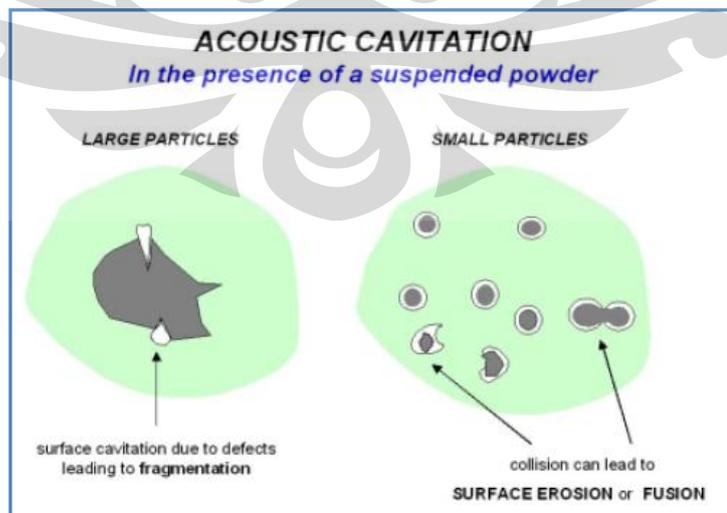
t = Waktu yang diperlukan untuk merambat

Iradiasi ultrasonik (sonokimia) berbeda dari sumber energi yang lainnya seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.12. Ultrasonik mempunyai keunikan dan keunggulan tersendiri, yaitu memiliki energi yang cukup tinggi yang dapat diberikan kepada zat lain dalam waktu yang singkat.



Gambar 2.12 Interaksi energi dan bahan (Suslick, 2007)

Efek ultrasonik tidak ditimbulkan langsung oleh gelombang suara, namun oleh karena konsekuensi dari kavitasi akustik. Kavitasi akustik adalah pembentukan, pengembangan, dan pemecahan gelembung di dalam cairan yang disebabkan oleh gelombang suara. Kavitasi akustik dapat memecah partikel padatan menjadi lebih kecil. Hal ini terjadi akibat ketidaksempurnaan permukaan partikel yang berperan sebagai inti bagi pembentukan gelembung kavitasi pada permukaan yang selanjutnya saat pecah menjadi gelombang kejut yang dapat memecah partikel menjadi lebih kecil, seperti yang terlihat pada gambar 2.13 di bawah ini.



Gambar 2.13 Kavitasi akustik pada cairan yang mengandung padatan (Mason, 2008)

2.8 Metode Pelapisan *Spin Coating*

Spin coating atau juga seringkali disamakan dengan *centrifugal coating*, adalah metode pelapisan yang sederhana. Proses pelapisan melibatkan pendepositan fluida ke tengah substrat dan kemudian memutarnya pada kecepatan tinggi. Akselerasi sentripetal akan menyebabkan fluida menyebar merata hingga ke sudut-sudut substrat dan menghasilkan lapisan film tipis. Ketebalan akhir film dan properti lainnya dipengaruhi oleh properti fluida itu sendiri (viskositas, laju pengeringan, persentase padatan, tegangan permukaan, dan lain-lain) dan faktor alat. Faktor alat di antaranya meliputi kecepatan putaran dan akselerasi putaran.

Spin coating merupakan metode yang sederhana, tidak membutuhkan peralatan khusus yang rumit, dan pelapisan dapat menyeluruh ke semua permukaan substrat. Walaupun begitu, metode *spin coating* tetap memiliki kelemahan berupa adanya kemungkinan tidak meratanya lapisan (tebal di satu bagian dan tipis di bagian lainnya) jika pengaturan kecepatan putaran tidak dilakukan dengan baik. Efektivitas proses pelapisan dinyatakan dengan TE (*transfer efficiencies*). *Spin coating* memiliki nilai TE 95-100%. Nilai TE untuk seluruh metode pelapisan ditunjukkan pada tabel 2.3 berikut.

Tabel 2.3 Nilai TE Untuk Setiap Metode Pelapisan

Metode Pelapisan	TE, %
<i>Autodeposition</i>	95-100%
<i>Centrifugal coating</i>	95-100%
<i>Curtain coating</i>	95-100%
<i>Electro coating</i>	95-100%
<i>Fluidized-bed powder</i>	95-100%
<i>Electrostatic fluidized-bed powder</i>	95-100%
<i>Electrostatic-spray powder</i>	95-100%
<i>Flow coating</i>	95-100%
<i>Roller coating</i>	95-100%
<i>Dip coating</i>	95-100%
<i>Drain coating</i>	95-100%
<i>Rotating electrostatic disks and bells</i>	80-90%
<i>Airless electrostatic spray</i>	70-80%
<i>Air-assisted airless electrostatic spray</i>	70-80%
<i>Air electrostatic spray</i>	60-70%
<i>Airless spray</i>	50-60%
<i>High volume-low pressure spray</i>	40-60%
<i>Air-assisted airless spray</i>	40-60%
<i>Multicomponent spray</i>	30-70%

Sumber : *Modern Plastic Handbook* (2003)

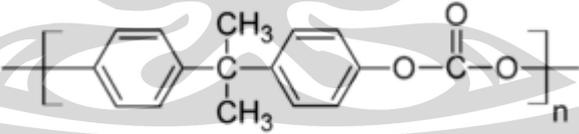
2.9 Polikarbonat

Polikarbonat merupakan jenis polimer yang memiliki gugus fungsional karbonat (-O-(C=O)-O-) dalam rantai panjang. Polikarbonat merupakan produk dari reaksi karbon dioksida dengan epoksida, yang memungkinkannya memiliki stabilitas termodinamika. Polikarbonat tergolong memiliki karakteristik yang cukup menjanjikan, yaitu memiliki kemampuan biodegradasi yang lebih baik dari polimer sejenis.

Polikarbonat termasuk polimer yang tahan terhadap benturan mekanis. Karakteristik polikarbonat hampir mirip dengan polimer *polymethyl methacrylate* (*PMMA; acrylic*), hanya saja polikarbonat lebih kuat dan dapat digunakan pada rentang suhu yang lebih tinggi walaupun sedikit lebih mahal. Polimer ini juga sangat transparan terhadap sinar tampak dan memiliki karakteristik transmisi cahaya yang lebih baik dibandingkan banyak jenis kaca.

Polikarbonat memiliki titik leleh hingga 267°C yang memungkinkannya diaplikasikan untuk berbagai produk tahan panas seperti termos, lensaacamata, *safety glass*. Selain itu, sifatnya yang transparan terhadap sinar tampak dan daya transmisinya yang baik membuatnya banyak diaplikasikan untuk kaca helm dan lensa cahaya. Sifat fisik dan kimia dari polikarbonat ditunjukkan dalam tabel 2.4.

Tabel 2.4 Sifat Fisik dan Kimiawi Polikarbonat

	
Densitas	1200-1220 kg/m ³
Indeks refraksi	1,584-6
Modulus Young (E)	2-2,4 GPa
Kekerasan-Rockwell	M70
Titik leleh	267 ⁰ C
Kapasitas panas spesifik	1,2-1,3 kJ/kg.K
Konduktivitas termal	0,19-0,22 W/m.K

Sumber : wikipedia.org (2009)

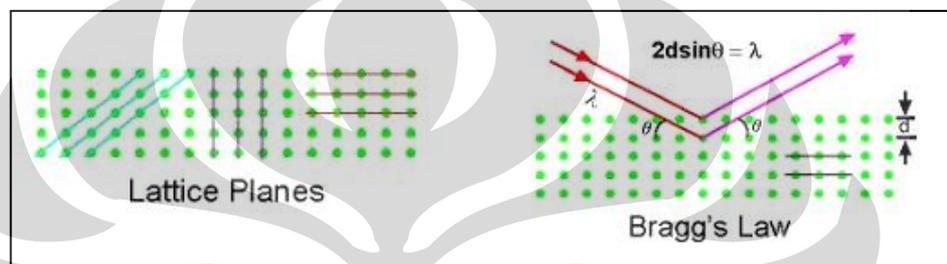
2.10 Karakterisasi Katalis

Tahap karakterisasi bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik katalis yang akan digunakan untuk menganalisis struktur fotokatalis yang berhasil disintesis serta aktivitas fotokatalitik pada katalis.

2.10.1 X-ray Diffraction (XRD)

X-rays (sinar-X) adalah radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang yang sebanding dengan ukuran atom, sehingga dapat digunakan untuk menyelidiki susunan struktur dari atom dan molekul pada berbagai jenis material (www.mrl.ucsb.edu, 2005).

Peak pada pola difraksi sinar-x berhubungan langsung dengan jarak antar atom. Berkas sinar-X masuk berinteraksi dengan atom yang tersusun dalam urutan periodik seperti pada gambar 2.14.



Gambar 2.14 Sinar-X yang masuk dalam susunan atom

(<http://www.mrl.ucsb.edu/mrl/research>, 2005)

Pada posisi tertentu bidang geometri dengan jarak antar bidang d , kondisi untuk difraksi (*peak*) dapat ditulis sebagai persamaan yang disebut hukum Bragg (www.mrl.ucsb.edu) :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.15)$$

dengan : λ = panjang gelombang sinar x

θ = sudut pembauran

n = urutan *peak* difraksi

Karakterisasi X-ray diffraction (XRD) dapat memberikan informasi karakteristik struktur material dalam fasa kristal dan amorfnya (Janssens, 2004). Dalam karakterisasi lapisan film TiO_2 , XRD digunakan untuk mengidentifikasi keberadaan bentuk kristal *rutile* dan *anatase* (Gunlazuardi, 2001). Berdasarkan data intensitas X-Ray pada *peak rutile* dan *anatase* yang dihasilkan XRD, dapat diperoleh persentase *rutile* berdasarkan persamaan (Suryanarayana, 1998) :

$$X = \left(1 + \frac{0,8I_A}{I_R}\right)^{-1} \quad (2.16)$$

dengan : X = fraksi berat rutil dalam serbuk katalis
 I_A dan I_R = intensitas X-Ray pada puncak anatase dan rutil

Ukuran kristal dapat diukur dengan persamaan Scherer berikut (Suryanarayana, 1998) :

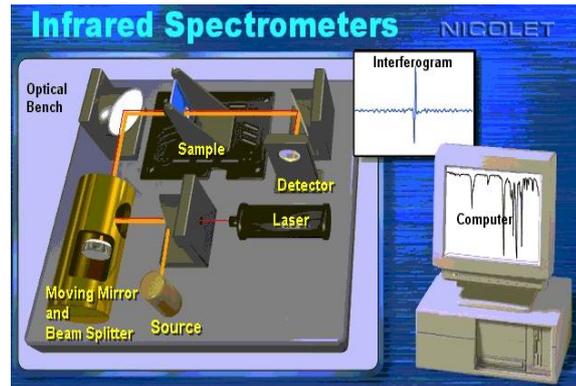
$$L = \frac{K\lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (2.17)$$

dengan : L = ukuran kristal (nm)
 λ = panjang gelombang radiasi sinar X-Ray
 $K = 0.89$
 β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi
 θ = sudut pengukuran (sudut difraksi)

2.10.2 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Spektroskopi inframerah adalah salah satu metode karakterisasi struktur yang memberikan informasi berdasarkan ikatan yang terdapat pada suatu sampel. Berdasarkan teori-teori molekul yang ada, didapat kesimpulan bahwa hampir semua senyawa yang memiliki ikatan kovalen, baik organik maupun anorganik, menyerap berbagai panjang gelombang radiasi elektromagnetik di daerah spektrum inframerah, pada daerah panjang gelombang 2,5-15 μm .

Prinsip kerja FTIR adalah energi inframerah yang diemisikan dari sumber akan berjalan melalui bagian optik dari spektrofotometer. Gelombang sinar kemudian melewati *interferometer* dimana sinar dipisahkan oleh *beamsplitter*. Lima puluh persen (50%) dari intensitas sinar akan dipantulkan menuju cermin dengan posisi tetap dan sisanya menuju cermin bergerak. Selanjutnya sinar yang dikembalikan dari setiap cermin berbalik ke *beam splitter* dimana sebagian sinarnya dikembalikan ke sumber inframerah dan sebagian lagi diarahkan ke ruang sampel. Setelah itu panjang gelombang itu akan diproses hingga menghasilkan suatu *interferogram*, yaitu suatu daerah waktu yang menggambarkan pola interferensi. Akhirnya hasil pengukuran tersebut diubah oleh *Analog Digital Converter (ADC)* menjadi format digital yang dapat digunakan oleh computer. Skema alat FTIR dapat dilihat pada gambar 2.15.

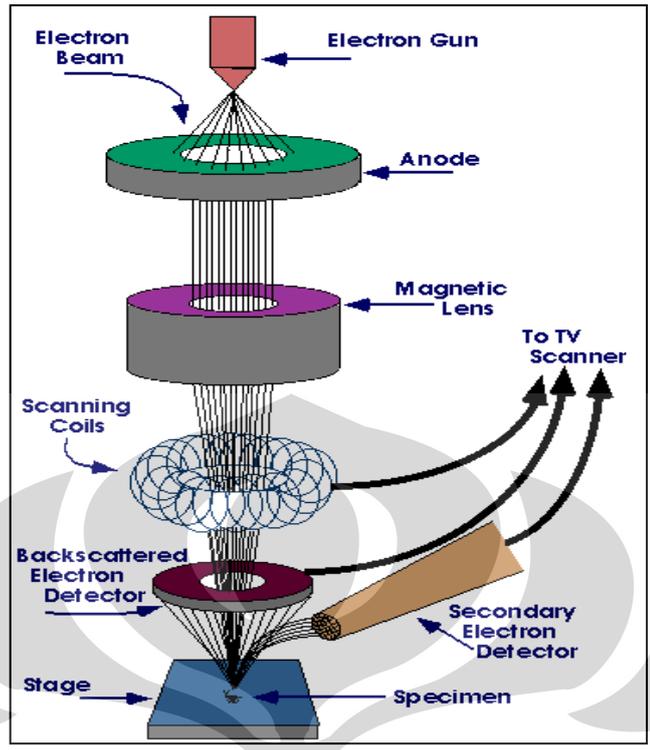


Gambar 2.15 Skema alat FTIR (<http://www.forumsci.co.il>, 2005)

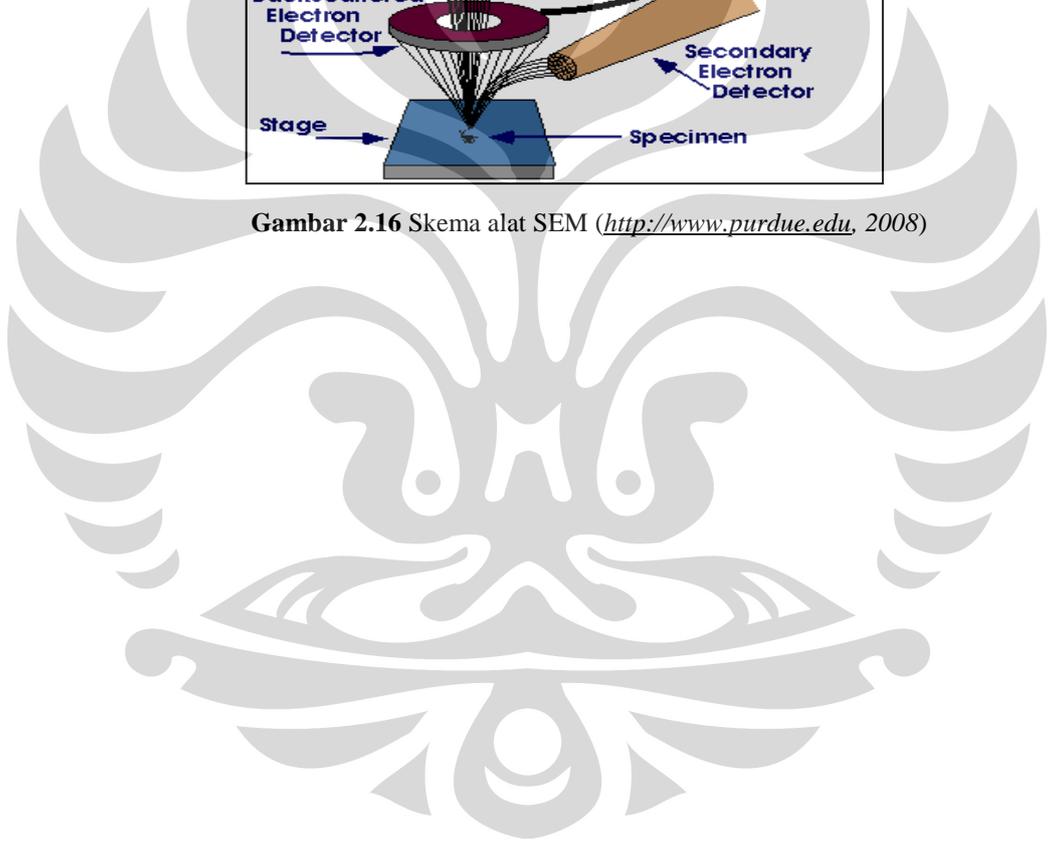
2.10.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Scanning electron microscope (SEM) adalah jenis mikroskop elektron yang menggambarkan permukaan sampel dengan pemindai yang menggunakan berkas energi tinggi elektron dengan pola raster. Elektron berinteraksi dengan atom yang membuat sampel menghasilkan sinyal yang mengandung informasi topografi permukaan sampel, komposisi dan sifat fisis lain seperti konduktivitas elektrik (www.wikipedia.org, 2008). Kelebihan dari SEM adalah bahwa banyak sampel/material dapat dianalisis tanpa preparasi sampel yang khusus. Ketebalan sampel tidak berpengaruh seperti halnya pada *Transmission Electron Microscope (TEM)* sehingga sampel yang tebal sekalipun (*bulk*) dapat dianalisis dengan SEM (Sartono, 2006).

SEM adalah instrumen yang memproduksi gambar diperbesar dengan menggunakan elektron untuk membentuk gambar. Skema alat SEM dapat dilihat pada gambar 2.16. Berkas elektron diproduksi di bagian atas mikroskop dengan *electron gun*. Berkas elektron melintasi mikroskop dalam ruang vakum mengikuti pola vertikal. Berkas elektron melewati medan elektromagnetik dan lensa, yang memfokuskan berkas turun tepat ke sampel. Sekali berkas menumbuk sampel, elektron dan sinar-X dilepaskan dari sampel. Detektor menangkap sinar-X, elektron yang terhambur balik dan elektron sekunder, dan mengubah mereka menjadi sinyal yang dikirim ke sebuah layar seperti layar televisi untuk menghasilkan gambar akhir (Schweitzer, 2006).



Gambar 2.16 Skema alat SEM (<http://www.purdue.edu>, 2008)



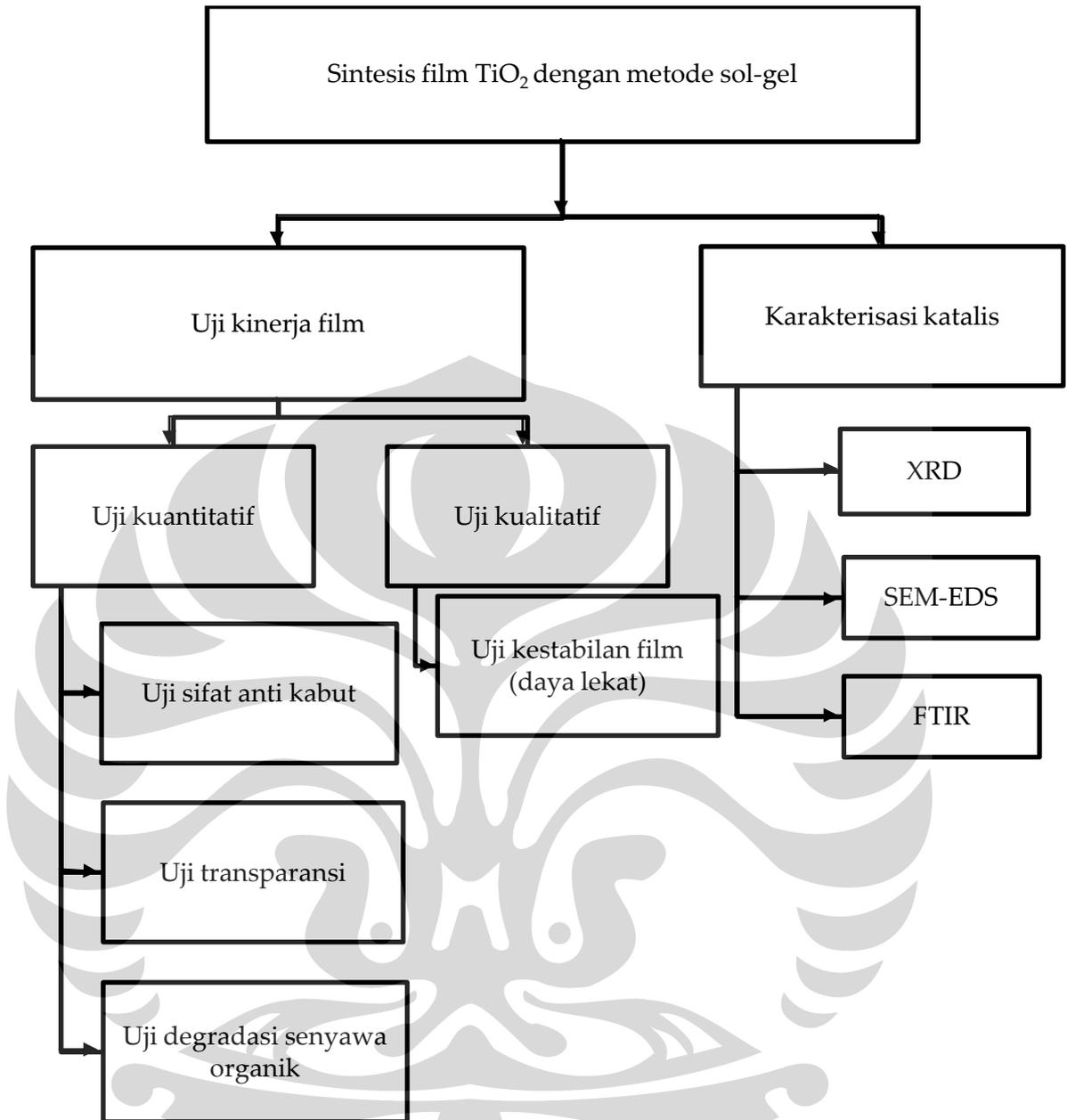
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Metode Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk membuat film TiO_2 yang dilapiskan pada substrat berupa kaca helm. Metode sol-gel adalah metode yang digunakan untuk membuat film ini. Prekursor yang digunakan adalah TTIP dengan aditif TBA(OH). Sebagai pembanding dibuat pula film TiO_2 dari serbuk TiO_2 Degussa P-25 komersial. Selanjutnya dilakukan pengujian kinerja film TiO_2 , yaitu pengujian sifat hidrofilik film dengan sudut kontak antara air dan permukaan film sebagai parameternya dan pengujian aktivitas fotokatalisis dengan konsentrasi senyawa organik per satuan waktu sebagai parameternya.

Untuk melihat properti fisik dari katalis TiO_2 dalam bentuk film, dilakukan karakterisasi katalis. Karakterisasi yang digunakan adalah XRD untuk melihat kristalinitas dan ukuran kristal yang terbentuk, SEM-EDS untuk melihat morfologi permukaan serta komposisi unsur di dalam film, dan FTIR untuk melihat ikatan-ikatan yang terbentuk di dalam film TiO_2 yang dihasilkan. Secara ringkas, penelitian ini ditampilkan dalam diagram alir pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.2 Model Penelitian

Model penelitian yang akan dilakukan adalah eksperimental murni dengan lokasi penelitian utama berada di Laboratorium Rekayasa Produk Kimia dan Bahan Alam (RPKA) Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia, Depok. Beberapa pengujian dilakukan di lokasi lain, seperti pengujian SEM-EDS

dilakukan di Puspitek, Serpong, pengukuran sudut kontak di Laboratorium BATAN, Pasar Jumat, dan pengujian XRD dan FTIR dilakukan di Laboratorium Sains Terpadu Universitas Islam Negeri (UIN).

3.3 Peralatan

3.3.1 Peralatan Sintesis Film TiO₂

- *Beaker glass* 250 ml, 500 ml, dan 100 ml
- Gelas ukur 25 ml
- Corong
- Spatula
- Pipet tetes
- *Alat spin coating*
- *Stop watch*
- Kaca arloji
- *Hot plate magnetic stirrer*
- *Microwave*
- Alat ultrasonikasi
- Pengaduk kaca
- pH meter digital

3.3.2 Peralatan Karakterisasi Katalis

- XRD
- SEM
- FTIR

3.3.3 Peralatan Uji Kinerja

- Lampu UV 9 Watt
- *Contact Angle Meter*)
- *UV-Vis Spectrophotometry*
- *Stopwatch*

3.4 Bahan

- Titanium tetraisopropoksida (TTIP)
- Tetrabutyl ammonium hidroksida (TBA(OH)) 40% dalam air
- Etanol absolut
- Akuades
- Asam laktat 1,25 M
- Kaca helm berbahan polikarbonat

3.5 Prosedur Penelitian

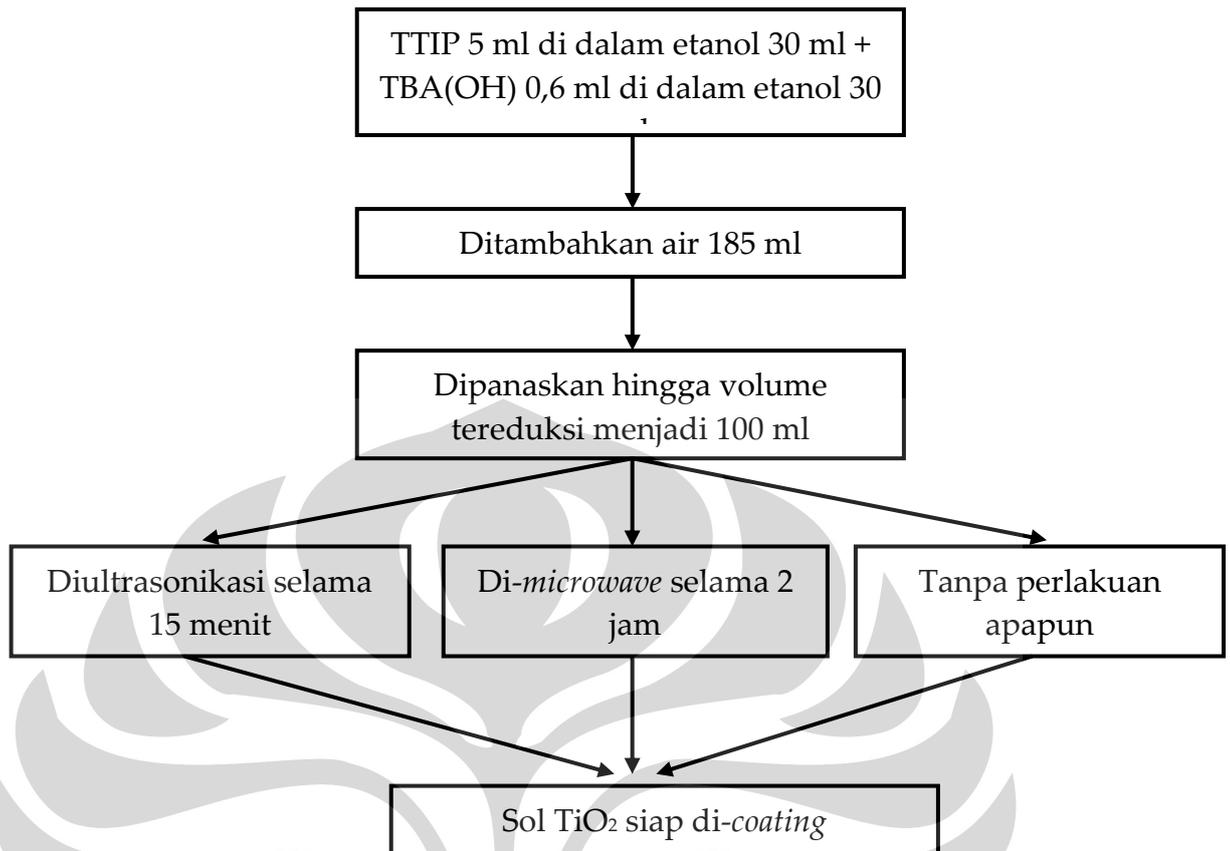
3.5.1 Sintesis Film TiO₂

Tujuan dari tahapan ini adalah untuk mendapatkan film TiO₂. Titanium tetraisopropoksida (TTIP) sebanyak 5 ml digunakan sebagai prekursor dengan etanol absolut sebagai solven sebanyak 30 ml. Penggunaan alkohol sebagai pelarut organik terbukti dapat membantu mereduksi dan/atau mengeliminasi aglomerasi dari titanium dioksida (Yin, S. et.al., 1998). Larutan ini kemudian ditambahkan ke dalam campuran tetrabutyl amonium hidroksida (TBA(OH)) 0,6 ml dalam etanol absolute 30 ml. Penggunaan TBA(OH) ini dilatarbelakangi oleh kemampuannya sebagai agen pengontrol hidrolisis (Saadoun et.al., 2000). Dengan penambahan TBA(OH) ini, presipitasi dari titanium dioksida tidak akan berlangsung dengan cepat sekalipun air dalam jumlah besar ditambahkan ke dalamnya. Film yang cukup transparan dan stabil pun dapat diperoleh sebagai efek dari penambahan TBA(OH) ini (Peiro et.al., 2001). Pasca pencampuran, air dengan volume 185 ml ditambahkan ke dalam campuran untuk mendorong proses hidrolisis terjadi. Hidrolisis merupakan salah satu tahapan yang menentukan di dalam metode sol-gel ini. Pada tahapan ini, ion hidroksil dari air akan menggantikan gugus alkil dari prekursor titanium alkoksida yang digunakan (Watson et.al., 2004).

Langkah selanjutnya adalah pemanasan larutan hingga volume larutan tereduksi menjadi ukuran tertentu. Pemanasan ini dimaksudkan untuk menghilangkan etanol dan 2-propanol (produk hidrolisis dari TTIP) (Peiro et.al., 2001). Keberadaan alkohol di dalam larutan terbukti menghambat kristalisasi dari titanium dioksida. Laju pertumbuhan kristal titanium dioksida di dalam air

terbukti lebih besar dibandingkan dengan di dalam alkohol. Selain itu, air merupakan sesuatu yang esensial untuk kristalisasi gel dalam metode sol-gel dimana kristalisasi berlangsung melalui mekanisme disolusi-represipitasi, gel terlarut sebagai ion hidrat hasil reaksi dengan air yang terabsorb di permukaan (Yin, S. et. al., 1998). Akan tetapi, mengingat efek keberadaan alkohol yang juga dapat mereduksi dan/atau mengeliminasi aglomerasi, alkohol tetap hadir sebagai solven bagi prekursor TTIP. Keberadaan air saja di dalam sol memiliki efek terhadap rendahnya aktivitas fotokatalisis yang dihasilkan (fasa kristal yang terbentuk relatif berimbang antara anatase dan rutile, sementara anatase merupakan fasa kristal yang paling aktif), sementara keberadaan alkohol saja di dalam sol memiliki efek terhadap rendahnya laju kristalisasi titanium dioksida (Yu, J. C. et. al., 2002).

Langkah berikutnya, larutan dievaporasikan untuk menguapkan etanol dan 2-propanol (produk hidrolisis dari TBA(OH)) hingga volume larutan tereduksi menjadi 100 ml. Sol yang telah diperoleh ini selanjutnya divariasikan dengan diultrasonikasi selama 15 menit, dimicrowave selama 2 jam, dan tidak mendapat perlakuan apapun. Diagram prosedur preparasi fotokatalis disajikan dalam gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir preparasi film TiO₂

3.5.2 Pelapisan Film TiO₂ Pada Kaca Helm

Selanjutnya adalah proses pendeposisian sol pada substrat kaca helm. Sol yang terbentuk segera dilapiskan pada substrat mengingat temperatur deposisi juga memegang peranan penting bagi daya lekat film di permukaan (Sugimoto, T. et.al., 2003). Metode *spin coating* dipilih sebagai teknik pelapisan karena metode ini cocok digunakan untuk banyak jenis substrat (Bennani, J. 2009). Pengeringan film dibantu oleh *hairdryer* pada suhu sekitar 60 °C dan dilakukan bersamaan dengan proses pelapisan. Tidak ada pemanasan pasca pelapisan (*post-heat treatment*). Sebelum dilapisi, kaca helm terlebih dahulu diradiasi dengan sinar UV-C untuk meningkatkan sifat hidrofiliknya sehingga lebih mudah saat dilakukan pelapisan. Radiasi ultraviolet terbukti mampu meningkatkan hidrofilisitas dari substrat yang bersifat hidrofobik (Wong, C. P., 2001).

3.5.3 Karakterisasi Katalis

Pola difraksi film TiO₂ dievaluasi dengan Shimadzu XRD-7000 dengan radiasi Cu K α yang beroperasi pada 40 kV dan 30 mA pada rentang $10 < 2\theta < 90^\circ$. Spektra FTIR dari film TiO₂ diuji dengan Perkin-Elmer Tipe SpectrumOne. Transmittansi dan absorbansi film diukur dengan UV-Vis Spektrofotometer Hitachi pada rentang panjang gelombang 380-800 nm. Untuk studi SEM-EDS, film TiO₂ yang terdeposisi pada substrat diuji dengan Jeol Jsm-6390. Sementara itu, sudut kontak diukur dengan *Contact Angle Meter* Kyowa Kaimenkagaku Co. Ltd.

3.5.4 Uji Kinerja Film TiO₂

Uji kinerja ini bertujuan untuk melihat kualitas film yang telah dihasilkan dari berbagai aspek. Kinerja utama yang akan ditinjau adalah hidrofilitas, aktivitas fotokatalisis, transmittansi, dan absorbansi film untuk melihat kehomogenan dan kestabilan film yang dihasilkan.

3.5.4.1 Uji Sifat Anti Kabut

Pengujian sudut kontak dilakukan dengan menggunakan variabel sudut kontak antara air dan substrat. Uji ini bertujuan untuk mengetahui sifat hidrofilik dan anti kabut dari polimer yang telah dilapisi katalis. Pengukuran sudut kontak dilakukan dengan alat *Contact Angle Meter*. Sudut kontak diukur dengan mikroskop yang dipasang secara horizontal terhadap sampel pada suhu ruang. Prosedur dari pengukuran sudut kontak adalah sebagai berikut :

- Meneteskan air pada permukaan *support* yang akan diukur sudut kontakannya. Ukuran tetesan air dibuat konstan dengan diameter 20 mm.
- Mencatat sudut kontak setiap menitnya sampai tercapai sudut kontak nol atau dengan kata lain air yang diteteskan telah menyebar seluruhnya pada permukaan *support* atau substrat.
- Sudut kontak yang terukur adalah θ sehingga sudut kontak sebenarnya yang terbentuk harus dikalikan dua.

Alat *contact angle meter* yang digunakan ditampilkan pada gambar 3.3 berikut.



Gambar 3.3 *Contact angle meter* (www.wikipedia.org, 2009)

3.5.4.2 Uji Degradasi Senyawa Organik

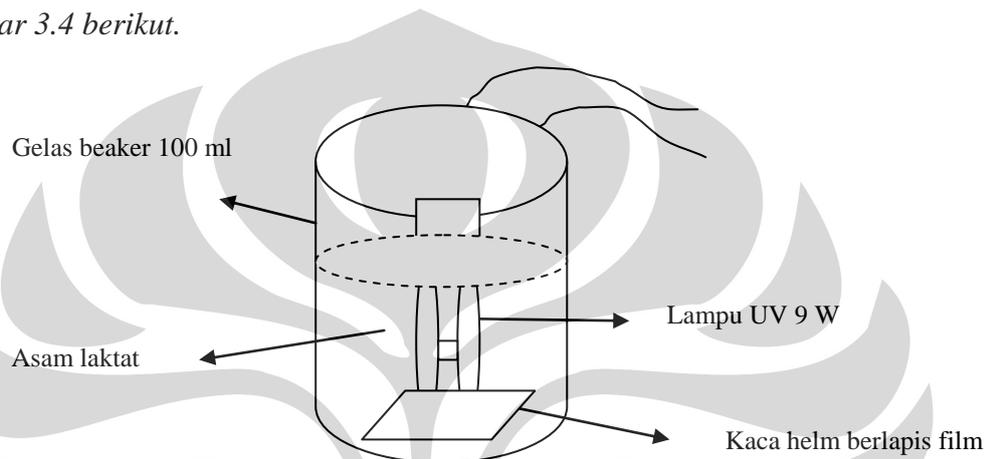
Pengujian kedua, yaitu uji aktivitas fotokatalisis dilakukan dengan tujuan melihat seberapa baik aktivitas fotokatalisis dari film yang dihasilkan. Pengujian aktivitas fotokatalisis ini menggunakan proses degradasi senyawa organik sebagai proses acuannya dengan konsentrasi larutan sebagai variabel yang diukur. Senyawa organik yang digunakan adalah asam laktat dengan konsentrasi 1,25 M. Adapun prosedur pengujiannya adalah sebagai berikut.

- Larutan asam laktat 1,25 M diencerkan hingga didapat larutan asam laktat encer dengan konsentrasi yang ditentukan kemudian.
- Dimasukkan 50 ml larutan asam laktat yang telah diencerkan ke dalam gelas beker 100 ml.
- Desain eksperimen dirancang dengan mencelupkan lampu UV 9 W ke dalam gelas beker yang telah berisi asam laktat encer.
- Substrat (kaca helm) yang telah dilapisi TiO_2 dicelupkan ke dalam asam laktat. Selanjutnya adalah penyalaan lampu UV 9 Watt.
- Dilakukan pengamatan pada sampel larutan asam laktat selama 90 menit dengan mencatat perubahan absorbansi larutan setiap selang waktu 10 menit. Perubahan absorbansi diukur dengan memasukkan beberapa tetes sampel larutan ke dalam kuvet yang kemudian diukur

dengan UV-Vis spektrofotometer. *Intensitas pita absorpsi UV diset pada panjang gelombang optimum asam laktat, yaitu sebesar 350 nm.*

- *Data mentah berupa absorbansi selanjutnya akan diolah untuk mendapatkan data konsentrasi asam laktat setiap satuan waktu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer.*

Desain eksperimen untuk uji degradasi senyawa organik ditampilkan pada gambar 3.4 berikut.



Gambar 3.4 *Desain eksperimen uji degradasi senyawa organik*

3.5.4.3 Uji Transparansi Film

Transparansi ditinjau berdasarkan data transmitansi dari film TiO_2 . Prosedurnya sama seperti pengujian degradasi senyawa organik, hanya saja sampel yang diukur transmitansi adalah kaca helm berlapis film. Transmitansi diukur dalam rentang panjang gelombang sinar tampak 380-800 nm.

3.5.4.4 Uji Kestabilan Film

Uji kestabilan film dilakukan dengan cara yang sangat sederhana. Setiap sampel berlapis film akan disentuh dengan sedikit tekanan menggunakan tangan. Sampel yang stabil adalah sampel dengan film yang tahan luntur dan tidak mudah terkelupas.

3.6 Variabel Penelitian

Perlakuan terhadap sol pasca pembuatan merupakan variabel dalam penelitian ini. Sol divariasikan dengan ultrasonikasi, *microwave*, dan tanpa perlakuan sama sekali. Selain itu, kaca helm yang telah dilapisi film divariasikan menurut waktu pengujian sudut kontakannya, ada kaca helm yang langsung segera diukur setelah pelapisan dan ada pula kaca helm yang diukur sudut kontak setelah didiamkan selama selang waktu satu minggu. Untuk menyelidiki pengaruh kejenuhan uap air di dalam udara terhadap sifat hidrofilik film, kaca helm berlapis film divariasikan menurut tempat penyimpanannya, yaitu di dalam desikator dan udara terbuka.

3.7 Pengolahan Dan Analisis Data

Data yang akan diperoleh dari penelitian ini seperti data hasil karakterisasi dan uji kinerja dikumpulkan dari data yang dihasilkan oleh alat yang digunakan secara spesifik. Data-data tersebut kemudian akan diolah, dianalisis, dan selanjutnya akan ditarik suatu kesimpulan terhadap hasil penelitian yang dilakukan.

Analisis data terdiri dari dua bentuk analisis yang bergantung pada jenis data. Untuk data yang sifatnya kuantitatif, analisis dilakukan secara kuantitatif dan untuk data yang bersifat kualitatif, analisis dilakukan secara kualitatif. Media yang digunakan untuk analisis kuantitatif berupa gambar, grafik, kurva, tabulasi, atau diagram. Sementara analisis kualitatif dapat berupa penarikan kesimpulan secara induktif.

Salah satu analisis yang dilakukan dalam penelitian ini adalah pada pengujian sudut kontak antara substrat dan air. Data sudut kontak ini sangat menentukan dalam menentukan sifat hidrofilitas film yang dihasilkan. Secara teoritis semakin kecil sudut kontak yang dihasilkan, semakin baik pula sifat hidrofilitas film yang menandakan semakin baik pula sifat anti kabut dari substrat tersebut. Diharapkan sudut kontak yang dihasilkan antara substrat kaca helm dan air adalah kurang dari 5° . Dengan demikian, substrat sudah dapat memenuhi kriteria sebagai material yang hidrofilik berdasarkan kesimpulan dari penelitian yang dilakukan oleh Guan (2005).

3.8 Cara Penafsiran Dan Penyimpulan

Penafsiran dan penyimpulan hasil penelitian dilakukan melalui media gambar, grafik, diagram, atau skema data-data yang diperoleh dalam penelitian. Media-media tersebut dapat memberikan penafsiran secara visual. Sebagai contoh, untuk media grafik. Salah satu grafik yang akan diperoleh dalam penelitian ini adalah grafik hubungan antara sudut kontak dan waktu. Dari grafik tersebut dapat dilihat kecenderungan data yang terjadi. Jika kecenderungan yang terjadi adalah dengan semakin lamanya waktu pengujian semakin kecil pula sudut kontak yang dihasilkan, maka dapat ditafsirkan dan ditarik kesimpulan bahwa film TiO₂ yang dibuat telah bersifat hidrofilik.

Bentuk penafsiran data selanjutnya ada pada pengujian aktivitas fotokatalisis. Film TiO₂ dapat dikatakan memiliki aktivitas fotokatalisis yang baik manakala data hasil pengujian menunjukkan tren penurunan konsentrasi asam laktat setiap satuan waktu. Penurunan konsentrasi ini mengindikasikan telah terjadinya degradasi asam laktat oleh aktivitas fotokatalisis dari film.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam bab ini digunakan definisi sampel dan simbol sebagai berikut sehingga untuk selanjutnya seluruh simbol dan definisi sampel mengacu kepada keterangan dalam tabel 4.1.

Tabel 4.1 Definisi Sampel dan Simbol

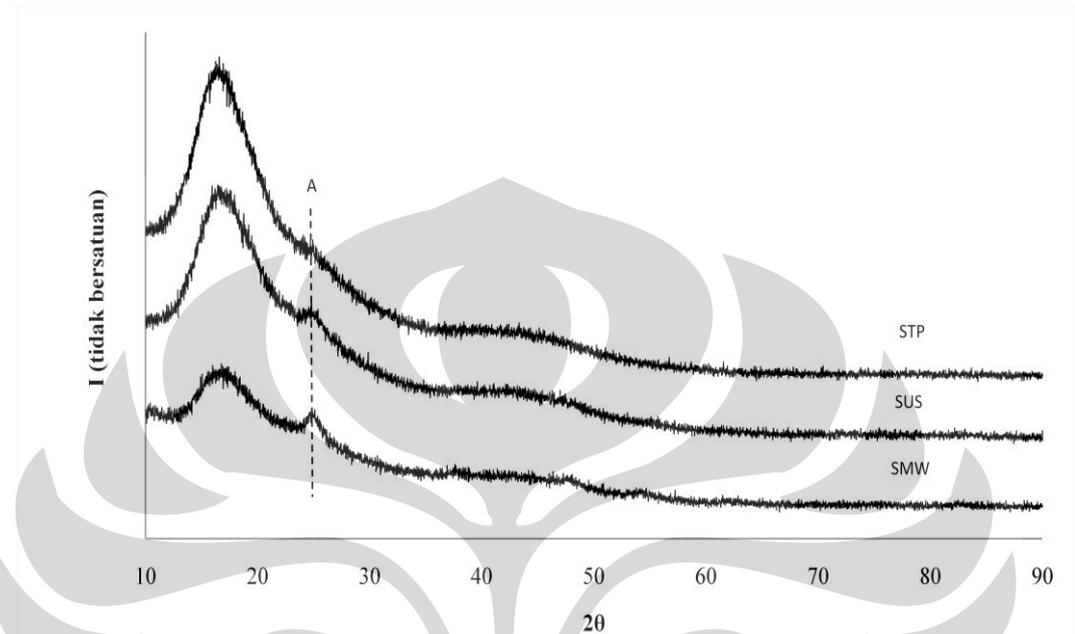
Sampel	Definisi	Simbol
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan ultrasonikasi	SUS	▲
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan ultrasonikasi setelah disimpan di ruangan terbuka selama satu minggu	SUSR	△
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan ultrasonikasi setelah disimpan di dalam desikator selama satu minggu	SUSD	■
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan <i>microwave</i>	SMW	□
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan <i>microwave</i> setelah disimpan di ruangan terbuka selama satu minggu	SMWR	*
Kaca helm berlapis film dengan perlakuan ultrasonikasi setelah disimpan di dalam desikator selama satu minggu	SMWD	◇
Kaca helm berlapis film tanpa perlakuan	STP	●
Kaca helm tanpa film dengan <i>treatment</i> UV-C	SUV	○
Kaca helm tanpa film tanpa <i>treatment</i> UV-C	S	◆
Kaca helm berlapis film P-25 125 ppm	SP125	—
Kaca helm berlapis film P-25 375 ppm	SP375	×
Kaca helm berlapis film P-25 625 ppm	SP625	+
Kaca helm berlapis TBA(OH)	STBA	=

Bab ini diawali dengan diskusi mengenai hasil karakterisasi katalis yang dilanjutkan dengan pembahasan mengenai uji kinerja film, yang meliputi uji sifat anti kabut, uji degradasi senyawa organik, uji transparansi film, dan diakhiri dengan kesimpulan dari seluruh pembahasan sebelumnya yang dikaitkan dengan aplikasi dan prospek ke depannya.

4.1 Karakterisasi Katalis

4.1.1 XRD

Hasil karakterisasi XRD untuk SUS, SMW, dan STP ditampilkan pada gambar 4.1 berikut.



Gambar 4.1 Pola XRD

SUS dan SMW menunjukkan *peak* anatase TiO_2 di sudut $25\text{-}26^\circ$. *Peak* yang kecil ini menandakan sudah terbentuk kristal namun dengan ukuran yang sangat kecil (semakin lebar *peak* yang terbentuk semakin kecil ukuran kristal menurut Hukum Scherrer). *Peak* paling jelas terlihat pada SMW disusul oleh SUS. Agaknya hasil ini disebabkan oleh pada *microwave* terjadi pemanasan dalam kurun waktu tertentu sementara pada ultrasonikasi tidak ada sama sekali perlakuan pemanasan sehingga kristalisasi kurang dapat didorong. Pengaruh tiadanya pemanasan pasca pelapisan pada substrat kaca helm juga bisa menjadi penyebab lain kurang kuatnya *peak* terbentuk. Tidak terbentuk *peak* sama sekali untuk STP sehingga dapat diduga bahwa TiO_2 pada STP masih bersifat amorf dan belum kristalin.

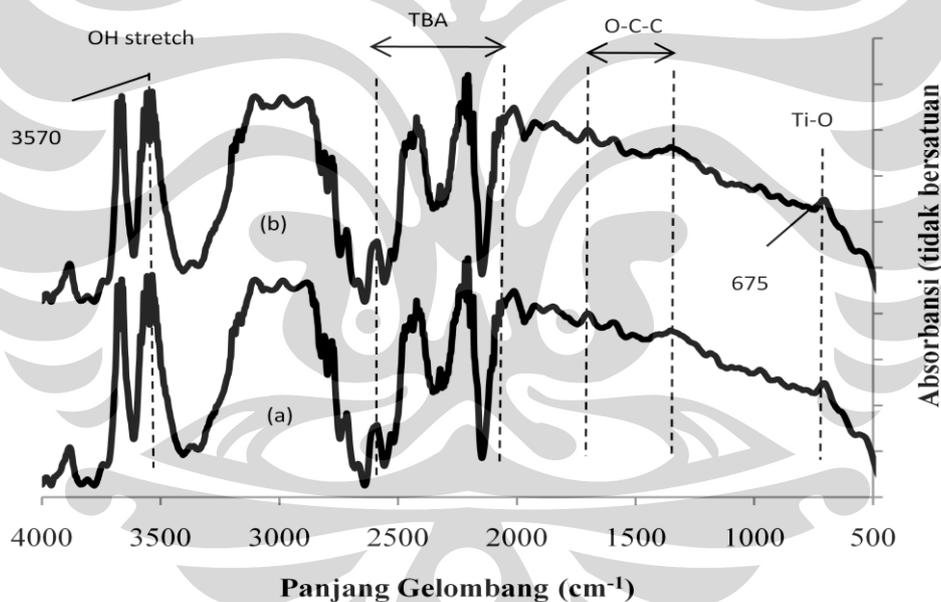
Dengan menggunakan persamaan Scherrer dapat dihitung ukuran kristal untuk SUS dan SMW, yaitu masing-masing 6 nm dan 8 nm. Keberadaan air dalam jumlah yang jauh lebih banyak dari solven etanol telah dibuktikan oleh Yu

et.al. (2002) mampu menghasilkan kristal dengan ukuran yang jauh lebih kecil dibandingkan dengan rasio etanol dan air yang cukup berimbang. Selain itu, ukuran kristal yang kecil ini juga agaknya disebabkan oleh pengaruh TBA(OH). TBA(OH) terbukti berperan sebagai agen pengontrol hidrolisis sehingga proses aglomerasi/penggumpalan partikel katalis dapat dikendalikan. Sebagai hasilnya, ukuran kristal katalis dapat direduksi.

Hasil XRD ini membuktikan bahwa perlakuan ultrasonikasi dan *microwave* telah mampu mendorong kristalisasi TiO_2 sekalipun tanpa disertai dengan pemanasan pasca pelapisan (kalsinasi).

4.1.2 FTIR

Hasil pengujian FTIR untuk SMW dan SUS ditunjukkan pada gambar 4.2 di bawah ini.

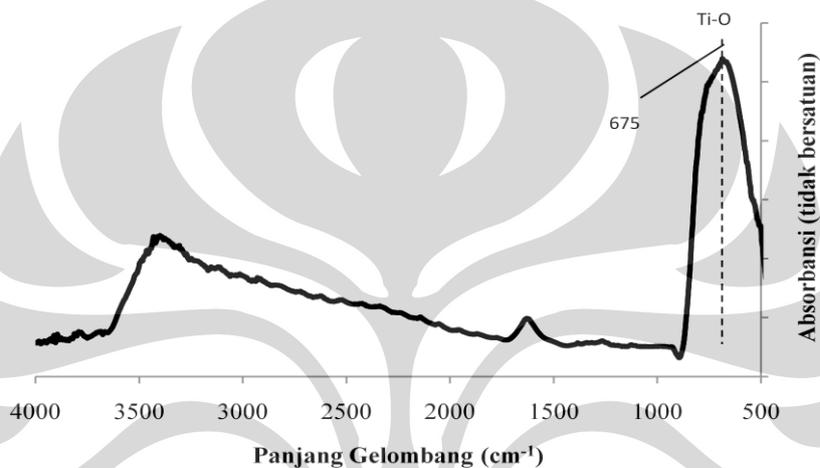


Gambar 4.2 Spektra absorbansi IR untuk (a) SMW; (b) SUS

Dari hasil pengujian FTIR untuk kedua film diperoleh spektra pada panjang gelombang 675 cm^{-1} yang menunjukkan keberadaan ikatan Ti-O, vibrasi yang tampak pada panjang gelombang $1300\text{-}1600 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan keberadaan ikatan O-C-C sebagai hasil dari grup isopropyl TTIP. *Peak* pada panjang gelombang 3570 menunjukkan keberadaan hidroksil (OH) sementara sejumlah *peak* yang muncul pada rentang panjang gelombang $2100\text{-}2600 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan

keberadaan TBA dalam film. Hasil ini menyimpulkan bahwa molekul organik TBA masih ada dalam film TiO_2 . Kemungkinan yang menyebabkan hal ini adalah masih belum cukupnya waktu pemanasan sol dan juga terperangkapnya TBA dalam matriks Ti membentuk komposit Ti-TBA (Saadoun et.al., 1999).

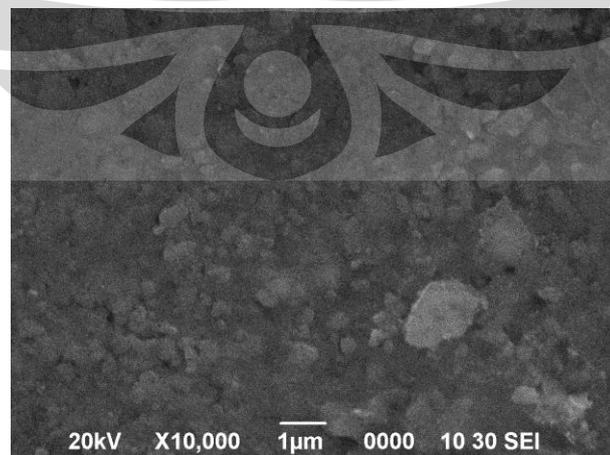
Sebagai pembanding, turut diuji pula spektra infra merah untuk TiO_2 Degussa P-25 (gambar 4.3). Tampak pada gambar bahwa tidak ditemukan sama sekali *peak* TBA dan *peak* O-C-C. Selain itu, *peak* untuk ikatan Ti-O tampak lebih tinggi dibandingkan dengan SUS dan SMW.



Gambar 4.3 Spektra absorbansi IR untuk TiO_2 Degussa P-25

4.1.3 SEM-EDS

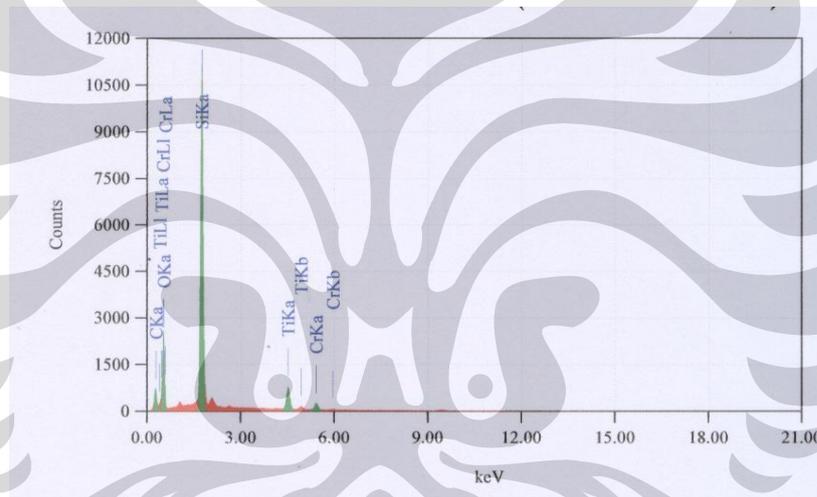
Hasil karakterisasi morfologi permukaan ditampilkan pada gambar 4.4 berikut.



Gambar 4.4 Morfologi permukaan dengan perbesaran 10.000 kali

Morfologi permukaan di atas menunjukkan bahwa kristal telah terbentuk. Pada perbesaran 10.000 kali, nampak morfologi permukaan film berupa butiran-butiran kristal. Hasil morfologi permukaan ini juga turut mendukung hasil karakterisasi kristalinitas dengan XRD yang telah dibahas di bagian sebelumnya.

Komposisi unsur dalam film ditunjukkan secara visual pada gambar 4.5. Secara persentase, unsur karbon paling dominan dengan 24,35%, oksigen 34,38%, silika 29,21%, titanium 9,62%, dan kromium dengan 2,44%. Dominannya unsur karbon disebabkan oleh masih adanya senyawa-senyawa organik TBA dan grup isopropil di dalam film (mengacu kepada hasil karakterisasi FTIR) sementara adanya unsur krom dan silika diduga merupakan unsur penyusun substrat kaca helm itu sendiri. Adanya titanium dalam pengujian EDS ini juga membuktikan bahwa penelitian ini telah sukses menghasilkan film TiO_2 .

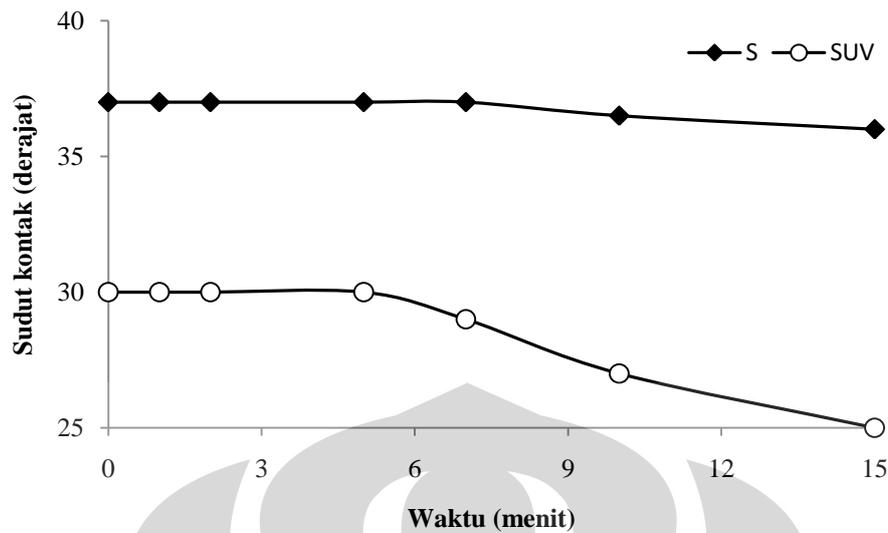


Gambar 4.5 Komposisi unsur dalam film

4.2 Uji Kinerja Film

4.2.1 Uji Sifat Anti Kabut

Kaca helm yang dilapisi dengan film TiO_2 terlebih dahulu di-*treatment* dengan UV-C. Perlakuan ini dimaksudkan untuk menambah sifat hidrofilik dari kaca helm sehingga proses pelapisan film dapat berjalan lebih mudah. Hasil uji sifat anti kabut pada gambar 4.6 menunjukkan pengaruh UV-C terhadap sudut kontak dari S dan SUV.

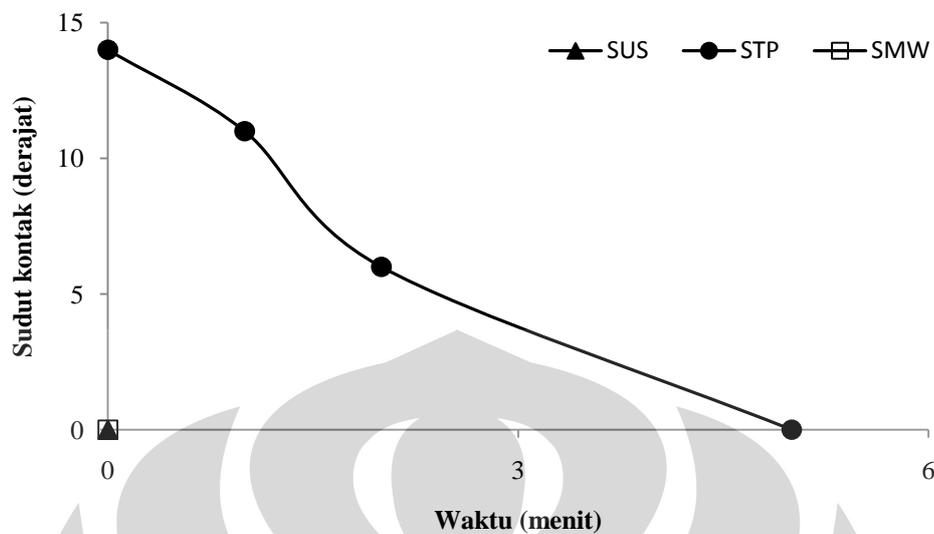


Gambar 4.6 Pengaruh UV-C terhadap sudut kontak

Lebih baiknya sifat hidrofilik SUV dibandingkan S membuktikan bahwa radiasi ultraviolet mampu meningkatkan sifat hidrofilik dari suatu bahan. Sifat hidrofilik suatu substrat berkaitan erat dengan tegangan permukaannya. Oleh karena itu, radiasi ultraviolet yang dilakukan pada kaca helm diyakini telah meningkatkan tegangan permukaan kaca helm tersebut mengingat semakin hidrofilik suatu substrat semakin besar pula tegangan permukaannya (Lloyd, T. B. 1994).

Kenaikan tegangan permukaan akibat radiasi ultraviolet dapat dijelaskan melalui dua alasan berikut (Wong, C. P., 2001). Pertama, radiasi ultraviolet dapat menghilangkan kontaminan hidrokarbon di permukaan substrat. Karena hidrokarbon memiliki energi permukaan (*low surface*) yang rendah, hilangnya kontaminan dari permukaan dapat meningkatkan tegangan permukaan. Kedua, hilangnya kontaminan hidrokarbon dari permukaan dapat memicu terbentuknya ikatan oksida pada substrat selama radiasi ultraviolet sehingga permukaan lebih bersifat hidrofilik dan memiliki tegangan permukaan yang lebih tinggi. Atom oksigen pada ikatan oksida ini adalah basa Lewis dan semakin banyak ikatan oksida yang terbentuk semakin hidrofilik suatu permukaan.

Selanjutnya pengaruh dari perlakuan terhadap film TiO₂ dari TTIP (ultrasonikasi, *microwave*, dan tanpa perlakuan) terhadap sifat hidrofilik yang dihasilkan ditunjukkan pada gambar 4.7 berikut.



Gambar 4.7 Pengaruh perlakuan terhadap sudut kontak

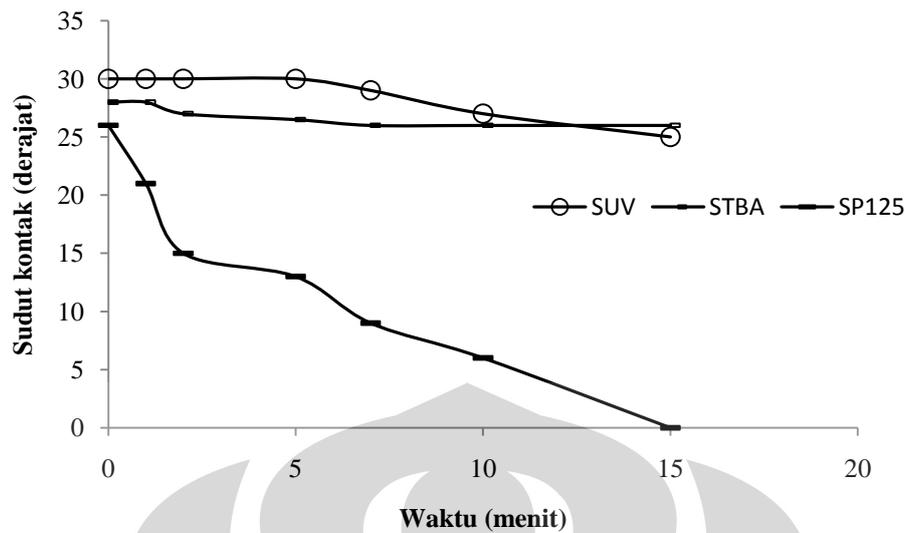
Gambar 4.7 memperlihatkan sifat super hidrofilik pada SUS dan SMW. Kedua film langsung memberikan sudut kontak sebesar 0° pada menit ke-nol, sementara STP 14° dan pada menit kelima tereduksi menjadi 0° . Dapat ditarik kesimpulan SUS dan SMW bersifat super hidrofilik (sudut kontak $< 5^\circ$). Produk komersial hidrofilik lainnya seperti kaca swa bersih PilkingtonTM memiliki sudut kontak yang lebih besar, yaitu 30° (Bennani et.al., 2009). Sifat hidrofilik ini juga lebih baik dibandingkan dengan kaca helm tanpa film yang telah di-treatment dengan UV-C (gambar 4.6) sehingga pelapisan film TiO_2 terbukti mampu menambah sifat hidrofilik pada kaca helm.

Superhidrofilisitas merupakan properti dari suatu substrat yang memungkinkan air tersebar secara merata dengan sudut kontak yang sangat kecil ($< 5^\circ$) dan tidak membentuk droplet. Mekanisme superhidrofilisitas pada film TiO_2 diawali oleh terbentuknya elektron dan *hole* yang bereaksi dengan cara yang berbeda (Guan, 2005). Elektron ini akan mereduksi kation $Ti(IV)$ menjadi $Ti(III)$, dan *hole* mengoksidasi anion O^{2-} . Pada proses ini, atom-atom oksigen yang teroksidasi akan terlepas dari permukaan membentuk kekosongan ruang oksigen. Molekul air kemudian akan mengisi kekosongan ini, menghasilkan kelompok-kelompok anion OH yang teradsorb, yang membuat permukaan film berubah menjadi hidrofilik.

SUS dan SMW diduga memiliki sifat super hidrofilik yang mengikuti mekanisme di atas. Sementara itu, STP memiliki sifat hidrofilik yang tidak sebaik dua film lainnya (sudut kontak $> 5^\circ$). Pada STP, elektron dan *hole* yang dihasilkan agaknya tidak mengalami reaksi reduksi-oksidasi, tetapi justru mengalami rekombinasi (bergabungnya elektron dan *hole*). Proses rekombinasi ini disebabkan oleh fasa kristal film yang masih bersifat amorf (mengacu kepada hasil XRD di gambar 4.1). Sifat hidrofilik dari STP diduga disebabkan oleh adanya ikatan kimiawi antara substrat dengan air di permukaan (*surface chemistry*) sehingga tidak mampu memberikan sifat hidrofilik sebaik SUS dan SMW.

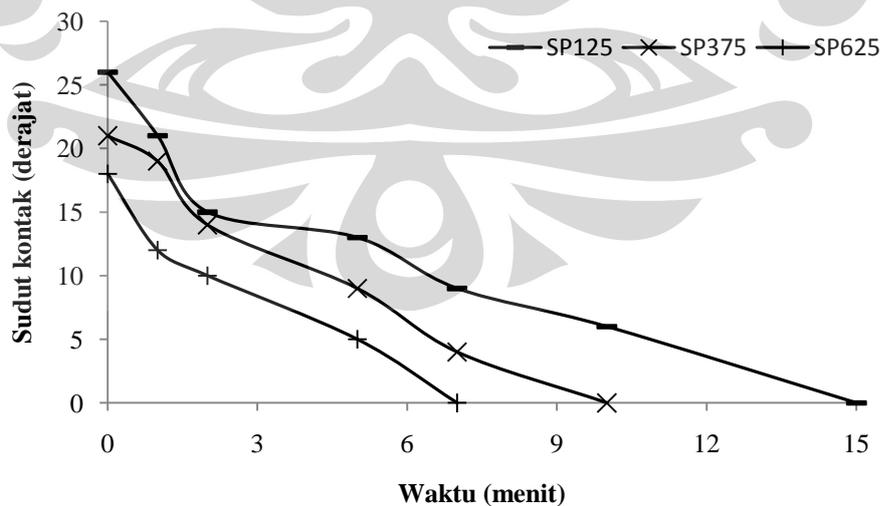
Watanabe et. al. (2000) menyebutkan bahwa fenomena hidrofilisitas adalah fenomena yang dibatasi oleh adanya hubungan antara permukaan TiO_2 (padatan) dan air di permukaan (cair). Hidrofilisitas dipengaruhi oleh pembentukan satu lapisan ion hidroksil teradsorb dan sejumlah lapisan molekul air. Dengan demikian, semakin asam permukaan, semakin sedikit pula ion hidroksil yang dapat teradsorb (Li, et.al., 2001) sehingga semakin buruk sifat hidrofilik dari permukaan tersebut. Oleh karena itu, penambahan alkohol sebagai solven dan penambahan TBA(OH) yang bersifat basa ke dalam sol sebelum dilakukan pelapisan diyakini menjadi salah satu penyebab baiknya sifat hidrofilik dari SUS, SMW, dan STP. Aditif TBA(OH) dan etanol sebagai solven berkontribusi dalam menyumbang gugus hidroksil pada film. Tingginya spektra gugus hidroksil pada hasil karakterisasi FTIR di gambar 4.2 turut mendukung alasan ini.

Untuk meneliti apakah TBA(OH) memberikan pengaruh terhadap sifat hidrofilik pada kaca helm, dilakukan pengukuran sudut kontak untuk kaca helm berlapis TBA(OH) yang dibandingkan dengan SUV dan SP125. Ditampilkan pula sudut kontak untuk kaca helm berlapis TiO_2 P-25 dengan konsentrasi yang bervariasi untuk selanjutnya dibandingkan dengan sudut kontak pada kaca helm berlapis film TiO_2 dari TTIP. Hasil pengukuran keduanya ditampilkan pada gambar 4.8 dan 4.9 berikut.



Gambar 4.8 Pengaruh TBA(OH) terhadap sudut kontak

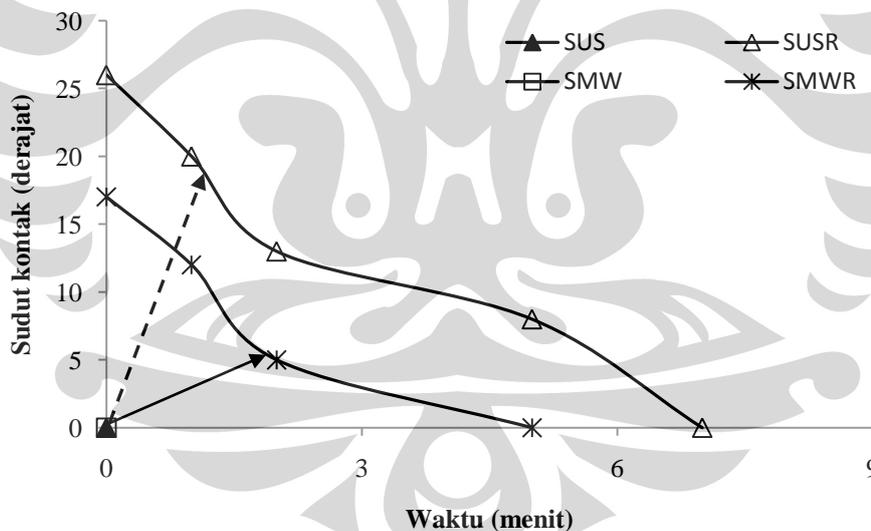
Hasil ini menunjukkan bahwa TBA(OH) tidak memberikan pengaruh terhadap sifat hidrofilik dari kaca helm. Sudut kontak pada STBA tidak berbeda secara signifikan dengan sudut kontak pada SUV. Sifat hidrofilik dari STBA pun jauh berbeda dibandingkan dengan SP125. Penurunan sudut kontak pada menit ke-nol yang terjadi pada STBA -dibandingkan dengan SUV- agaknya disebabkan oleh ikatan hidrogen yang terbentuk antara molekul TBA(OH) dengan molekul air.



Gambar 4.9 Pengaruh konsentrasi TiO₂ P-25 terhadap sudut kontak

Hasil pengukuran sudut kontak pada gambar 4.9 menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi TiO_2 di dalam sol, semakin baik pula sifat hidrofilik yang dihasilkan. Hal ini disebabkan oleh semakin kuatnya aktivitas fotokatalisis seiring dengan semakin bertambahnya katalis TiO_2 dalam film. Namun demikian, sifat hidrofilik dari kaca helm dengan film TiO_2 P-25 ini tidak sebaik kaca helm dengan film TiO_2 dari TTIP. Banyak sedikitnya gugus hidroksil yang teradsorpsi di permukaan film diduga menjadi jawaban akan fenomena ini. Spektra hidroksil untuk TiO_2 P-25 pada gambar 4.3 tidak setajam spektra hidroksil untuk film TiO_2 dari TTIP seperti pada gambar 4.2. Sol TiO_2 dari TTIP yang memiliki pH 8,4-8,8 dan sol TiO_2 P-25 dengan pH 5,6-6,1 semakin menguatkan dugaan bahwa suasana basa (menentukan banyak tidaknya gugus hidroksil yang teradsorpsi) turut berperan.

Pengukuran sudut kontak juga dilakukan pada selang waktu satu minggu setelah pelapisan untuk melihat pengaruh waktu penyimpanan terhadap sifat hidrofilik dari film. Gambar 4.10 menunjukkan hasil pengukuran tersebut.

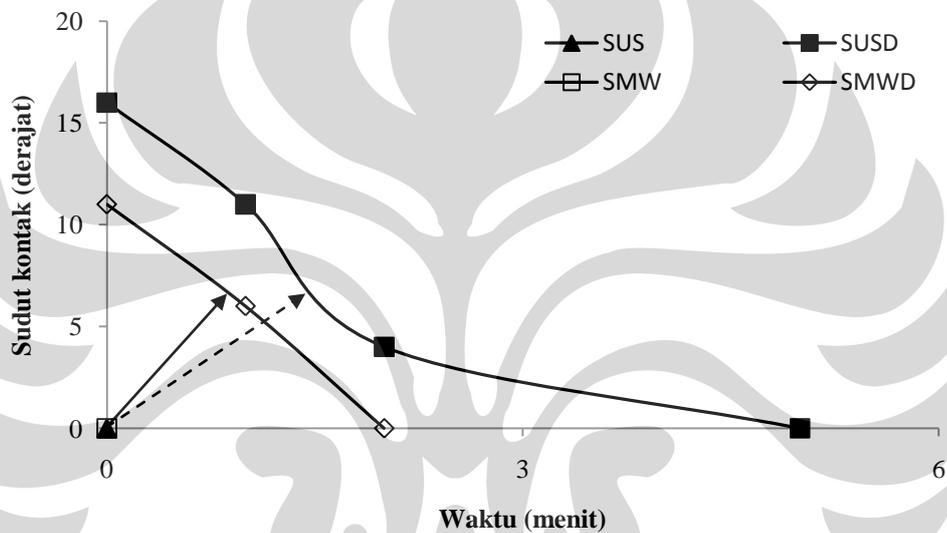


Gambar 4.10 Pengaruh waktu penyimpanan terhadap sudut kontak

Fenomena menarik didapat setelah satu minggu pelapisan. Sudut kontak untuk SUS dan SMW, naik secara drastis dari semula nol derajat. Hal ini diduga disebabkan oleh sejumlah alasan, di antaranya adalah terkontaminasinya kembali kaca helm oleh hidrokarbon yang ada di udara dan telah jenuhnya permukaan film oleh uap air di udara. Sudut kontak dari SUSR yang lebih besar daripada SMWR

agaknya disebabkan oleh pengaruh dari ultrasonikasi dan *microwave* itu sendiri. Ultrasonikasi memiliki efek di dalam memecah aglomerat-aglomerat menjadi butiran-butiran yang lebih kecil, sementara *microwave* berfungsi sebaliknya yaitu membentuk aglomerat. Oleh karena itulah film TiO₂ pada SUSR akan lebih cepat jenuh oleh air dibandingkan dengan SMWR. Jenuhnya film TiO₂ oleh air ini tentu akan mereduksi sifat hidrofilik dari film.

Selanjutnya, untuk melihat pengaruh lingkungan penyimpanan terhadap sudut kontak, SUS dan SMW disimpan di dalam desikator selama satu minggu. Hasil pengukuran sudut kontakanya ditampilkan pada gambar 4.11 berikut.



Gambar 4.11 Pengaruh lingkungan penyimpanan terhadap sudut kontak

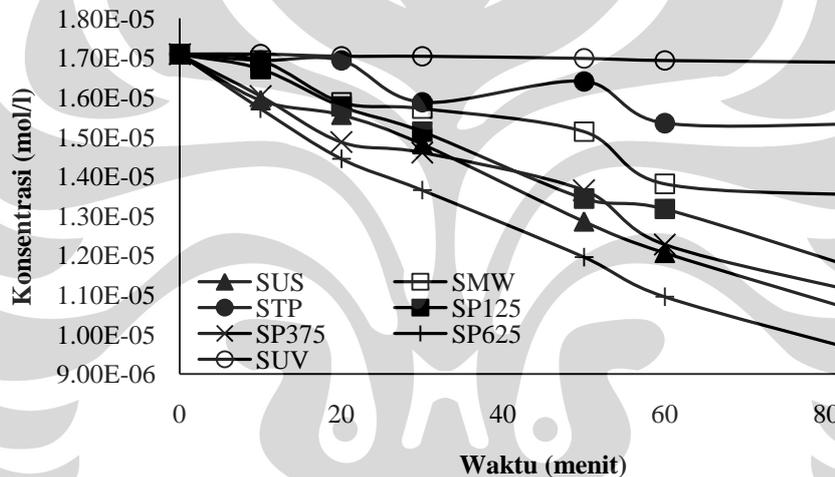
Penyebab dari naiknya sudut kontak SUS dan SMW sekalipun disimpan di dalam desikator (yang berarti tidak mengalami kontak dengan uap air di udara) adalah adanya tingkat kejenuhan air di permukaan film. Film yang telah menyerap air di permukaannya memiliki batas maksimal kejenuhan sehingga jika telah melampaui batas jenuhnya, sudut kontak yang terbentuk hanyalah merupakan hasil dari ikatan hidrogen antara molekul air dengan molekul air yang telah lebih dulu ada di permukaan film. Perbedaan sudut kontak antara SMWD dan SUSD kembali dijelaskan oleh alasan yang sama seperti penjelasan untuk gambar 4.10.

Alasan lain untuk menjelaskan fenomena di atas adalah dari substrat itu sendiri. Polikarbonat merupakan molekul polimer dengan struktur yang tersusun

atas komponen cincin karbon-hidrogen yang memiliki afinitas yang tinggi terhadap kontaminan hidrokarbon di udara.

4.2.2 Uji Degradasi Senyawa Organik

Gambar 4.12 menunjukkan hasil uji degradasi fotokatalisis asam laktat. Perubahan konsentrasi asam laktat cenderung linear seiring dengan perubahan waktu. SUS terbukti mampu mengimbangi SP625 dalam hal aktivitas fotokatalisisnya. Sementara itu, SMW agaknya memiliki aktivitas fotokatalisis yang hampir setara dengan SP125 dan STP masih cukup rendah aktivitas fotokatalisisnya.



Gambar 4.12 Hubungan antara konsentrasi asam laktat dan waktu iradiasi

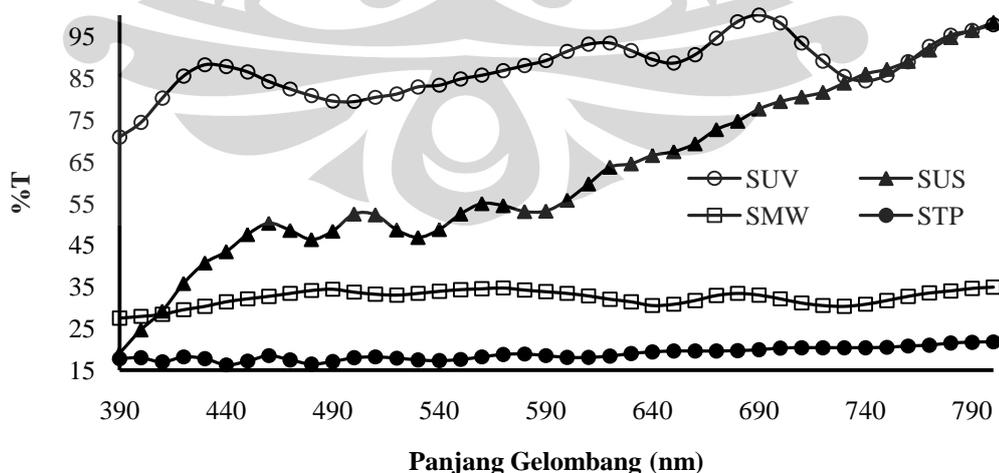
Mekanisme fotokatalisis dapat dijelaskan sebagai berikut. Karena TiO_2 adalah semikonduktor, cahaya UV dapat mengeksitasi pasangan elektron dan *hole* sebagaimana telah dijelaskan dalam mekanisme hidrofilisitas. Elektron yang tereksitasi ini kemudian bereaksi dengan molekul oksigen membentuk anion radikal O^{2-} dan *hole* bereaksi dengan air menghasilkan radikal OH. Kedua jenis radikal ini dapat bekerja bersama-sama untuk mendekomposisi radikal organik. Di lain sisi, kelompok OH^- dapat menangkap lebih banyak *hole* yang tergenerasi sehingga pemisahan *hole* dan elektron dapat terjadi lebih banyak. Hasilnya, aktivitas fotokatalisis akan semakin meningkat. Mekanisme ini dipengaruhi oleh berbagai macam faktor seperti struktur kristal dan morfologi, luas permukaan, dan

properti optis. SUS memiliki ukuran kristal yang lebih kecil daripada sampel MW (6 nm berbanding 8 nm) sehingga memiliki luas permukaan yang lebih besar. Oleh karena itulah, SUS mampu mendegradasi senyawa organik lebih baik daripada SMW (lihat gambar 4.1).

Hasil yang sejalan dengan analisis di atas juga terjadi pada STP. Film TiO₂ pada STP masih bersifat amorf sehingga mekanisme degradasi asam laktat tidak berjalan sebaik SUS dan SMW. Adapun perbedaan aktivitas fotokatalisis yang nampak antara SUS, SMW, dan kaca helm berlapis film TiO₂ P-25 disebabkan oleh konsentrasi TiO₂ yang lebih besar pada kaca helm berlapis TiO₂ P-25. Konsentrasi TiO₂ yang lebih besar ini tentunya mampu meningkatkan laju degradasi asam laktat.

4.2.3 Transparansi Film

Transparansi film yang dihasilkan dapat ditentukan melalui pengukuran transmitansi dari film yang dilapiskan pada substrat (kaca helm). Transparansi merupakan salah satu parameter optis penting untuk berbagai macam aplikasi. Suatu material dikatakan transparan manakala material tersebut memiliki nilai transmitansi yang tinggi di area panjang gelombang cahaya tampak ($\lambda = 380-760$ nm) (Ghamsari, 2008). Gambar 4.13 menunjukkan transmitansi dari SUS, SMW, dan STP. SUV digunakan sebagai perbandingan.



Gambar 4.13 Transmittansi film untuk panjang gelombang sinar tampak

SUV memiliki transmitansi yang fluktuatif, sama seperti ketiga film lainnya, karena SUV dilapisi oleh lapisan film khusus yang memberikan efek anti silau pada pengendara. SUS mampu bersaing dengan SUV dalam hal transparansi (ditandai dengan transmitansi yang mendekati transmitansi SUV pada panjang gelombang >700 nm). Sementara STP memiliki tingkat transparansi yang paling buruk.

Transparansi film yang belum mendekati substrat diduga disebabkan oleh proses kristalisasi yang terjadi. Kristalisasi dalam pembuatan film ini dilakukan sebelum pelapisan film pada substrat atau dengan kata lain terjadi pada saat masih berupa sol (ultrasonikasi, *microwave* dilakukan terhadap sol). Akibatnya, telah terbentuk kristal-kristal pada proses pendeposisian pada substrat. Berbeda halnya jika kristalisasi dilakukan pasca deposisi. Hal ini telah dibuktikan oleh Yu et. al., (2002) yang menyimpulkan bahwa anatase tidak dapat meneruskan cahaya tampak dibandingkan dengan fasa kristal TiO_2 lainnya. SMW terbukti memiliki transparansi yang lebih buruk dibandingkan dengan SUS karena kristal anatase pada SMW lebih besar ukurannya (8 nm) dibandingkan dengan SUS (6 nm). Adapun buruknya transparansi STP diduga disebabkan oleh masih terbentuknya amorf sehingga mereduksi transmitansi film.

Pengukuran transmitansi selain berguna untuk melihat transparansi dari film, juga dapat digunakan untuk melihat homogenitas dari film tersebut. Tren data transmitansi menunjukkan kecenderungan bahwa ketiga sampel bersifat kurang homogen atau seragam. Secara teoritis, tren transmitansi dari film yang homogen menunjukkan fluktuasi maksima dan minima dengan jarak yang konstan antar minima dan maksima yang satu dengan yang lain. Pada kenyataannya, transmitansi maksima dan minima memang terjadi tetapi tidak berada dalam jarak yang sama.

Grafik transmitansi yang tersedia dapat pula digunakan untuk memprediksi jarak pita energi dari film. Semakin tingginya transmitansi dari film, semakin sedikit pula energi foton yang diabsorb oleh film sehingga dapat disimpulkan bahwa cahaya tidak cukup kuat secara energi untuk mengeksitasi elektron di pita valensi menuju pita konduksi (energi foton diabsorb untuk eksitasi). Oleh karena itulah, dapat diduga bahwa jarak pita energi dari STP lebih

kecil daripada SMW, sementara SUS paling besar dibandingkan dengan keduanya. Penjelasan mengenai jarak pita energi ini juga cukup mendukung fenomena perbedaan aktivitas fotokatalisis antara ketiganya. Pada paparan oleh sinar ultraviolet, rekombinasi merupakan hal yang paling penting untuk diperhatikan. Katalis dengan jarak pita energi yang pendek akan lebih cepat mengalami rekombinasi dibandingkan dengan katalis yang memiliki jarak pita energi panjang. Akibatnya, aktivitas katalis tersebut pun akan jauh tereduksi. Oleh karena itu, aktivitas fotokatalisis pada STP (sampel dengan jarak pita energi yang paling pendek) lebih kecil dibandingkan dengan SMW. Sementara itu SUS (jarak pita energi paling panjang) memiliki aktivitas fotokatalisis yang paling baik dibandingkan dengan SMW.

4.3 Uji Kualitatif

4.3.1 Uji Kestabilan Film

SUS, SMW, dan STP diuji secara kualitatif untuk melihat kestabilan film masing-masing. Prosedurnya cukup sederhana dimana film yang melekat pada permukaan setiap sampel digores dengan tangan. Sampel yang stabil adalah sampel dengan daya lekat film yang cukup baik yang ditandai dengan tidak lunturnya film pasca penekanan. Hasil pengujian ditampilkan pada tabel 4.2 berikut.

Tabel 4.2 Hasil Uji Kualitatif Kestabilan Film

Sampel	Kualitas
SUS	+++
STP	+
SMW	++

Keterangan :

- + = buruk
- ++ = cukup
- +++ = baik

SUS terbukti paling stabil dan memiliki daya lekat film yang paling baik disusul dengan SMW dan STP. Daya lekat ini agaknya disebabkan oleh pengaruh dari perlakuan ultrasonikasi dan *microwave* itu sendiri. Ultrasonikasi terbukti cukup dapat diandalkan dalam aplikasi-aplikasi yang membutuhkan pemecahan aglomerat ke dalam ukuran yang lebih kecil. Di lain sisi, *microwave* dapat diandalkan untuk aplikasi-aplikasi yang membutuhkan kristalinitas yang baik.

Oleh karena itulah, kuatnya daya lekat pada SUS relatif terhadap SMW dan STP disebabkan oleh sifat ultrasonikasi itu sendiri. Agregat yang terbentuk pada permukaan film berukuran lebih kecil sehingga lebih kuat melekat. Adapun rapuhnya film pada STP disebabkan oleh film pada STP masih bersifat amorf.

4.4 Perbandingan Sampel Berdasarkan Parameter-parameter Tertentu

Matriks berikut dibuat dengan tujuan merangkum seluruh sifat dan properti dari setiap sampel yang ada sehingga untuk selanjutnya dapat disimpulkan keunggulan dan kekurangan setiap sampel berdasarkan parameter-parameter yang telah dibahas sebelumnya. Sebagai acuan digunakan S untuk perbandingan. Tabel 4.3 berikut menunjukkan matriks setiap sampel.

Tabel 4.3 Perbandingan Setiap Sampel Berdasarkan Parameter Tertentu

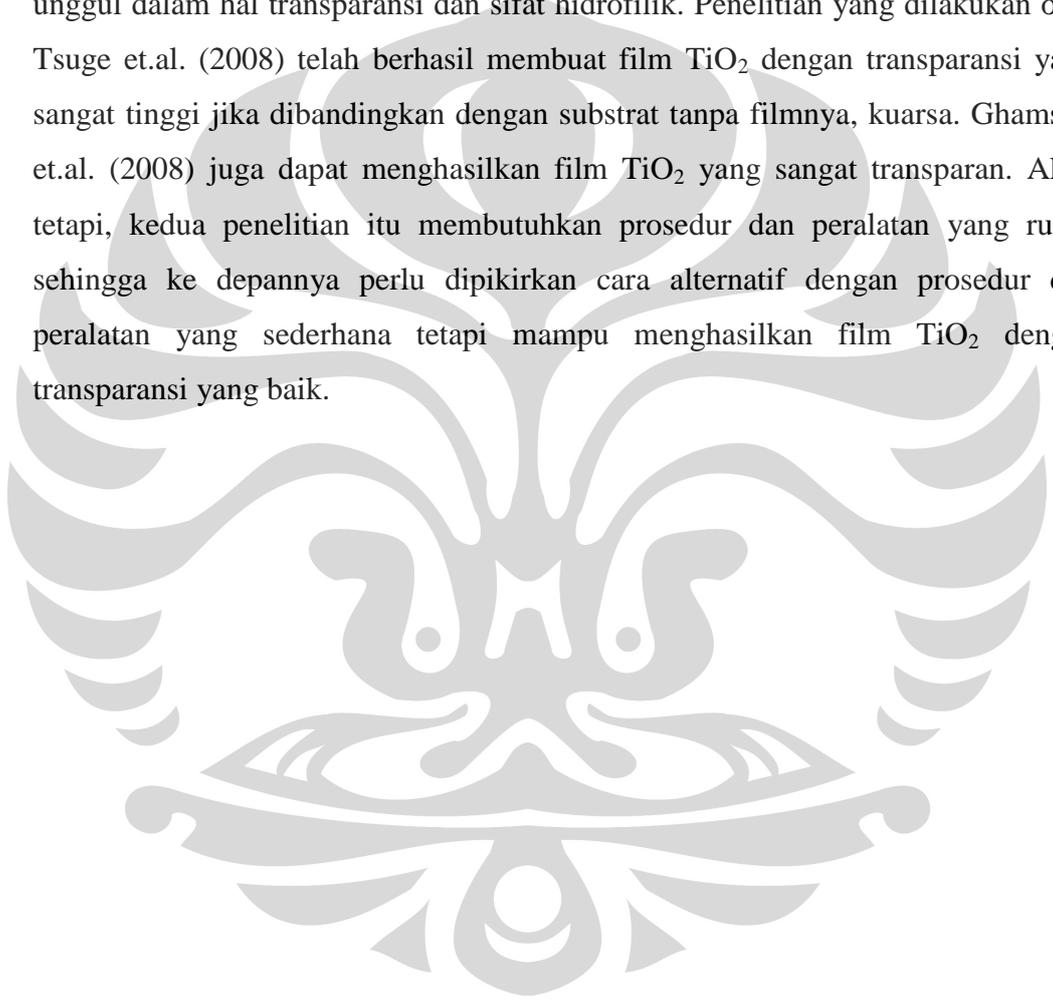
Parameter	SUS	SMW	STP	S
Sifat hidrofilik (anti kabut)	++	+++	+	-
Aktivitas fotokatalisis (degradasi senyawa organik)	+++	++	+	
Transparansi	++	+	-	++++
Daya lekat (ketahanan film akan luntur)	++	+	-	
Keterangan :				
-	= sangat buruk			
+	= buruk			
++	= cukup			
+++	= baik			
++++	= sangat baik			

Setiap sampel pada dasarnya memiliki keunggulan masing-masing. Sebagai contoh, SUS unggul dalam hal kemampuan mendegradasi senyawa organiknya tetapi kalah bersaing dengan SMW dalam hal sifat hidrofiliknya. Untuk aplikasi komersial seperti pada kaca helm, SMW lebih prospektif dibandingkan dengan SUS mengingat SUS tidak mampu mempertahankan sifat hidrofiliknya sebaik SMW setelah jangka waktu tertentu.

Di satu sisi, penggunaan SMW untuk aplikasi kaca helm juga menyisakan tanda tanya tersendiri mengingat transparansi SMW yang jauh lebih buruk daripada SUS. Oleh karena itu, setiap sampel memiliki kegunaannya masing-masing sesuai dengan kelebihanannya. Contoh dari produk komersial yang memanfaatkan kemampuan TiO_2 dalam hal sifat anti kabut dan swa bersihnya

adalah kaca Pilkington™. Sudut kontak pada Pilkington™ adalah 30°, cukup hidrofilik tetapi tidak cukup super hidrofilik. Namun, mengingat dibutuhkan transparansi yang baik pada kaca, sifat hidrofilik sebesar itu sudah cukup untuk diaplikasikan sebagai produk anti kabut.

Tantangan ke depannya dari penelitian ini adalah bagaimana mengkombinasikan keunggulan SUS dalam hal transparansi dengan keunggulan SMW dalam hal sifat hidrofiliknya sehingga dapat diperoleh film TiO₂ yang unggul dalam hal transparansi dan sifat hidrofilik. Penelitian yang dilakukan oleh Tsuge et.al. (2008) telah berhasil membuat film TiO₂ dengan transparansi yang sangat tinggi jika dibandingkan dengan substrat tanpa filmnya, kuarsa. Ghamsari et.al. (2008) juga dapat menghasilkan film TiO₂ yang sangat transparan. Akan tetapi, kedua penelitian itu membutuhkan prosedur dan peralatan yang rumit sehingga ke depannya perlu dipikirkan cara alternatif dengan prosedur dan peralatan yang sederhana tetapi mampu menghasilkan film TiO₂ dengan transparansi yang baik.



BAB V

KESIMPULAN

1. Ultrasonikasi dan *microwave* terbukti dapat mendorong kristalisasi TiO₂.
2. Ultrasonikasi dan *microwave* memiliki fungsi yang berbeda. Ultrasonikasi berperan di dalam memecah agregat berukuran besar menjadi agregat berukuran kecil, sementara *microwave* justru berperan dalam membentuk agregat. Hal ini dibuktikan dengan hasil karakterisasi XRD.
3. Gugus hidroksil yang teradsorpsi di permukaan film, yang dibuktikan dengan hasil karakterisasi FTIR, bersama-sama dengan aktivitas fotokatalis TiO₂ diduga memegang peranan dalam menentukan sifat anti kabut dari kaca helm.
4. Penambahan aditif TBA(OH) dan penggunaan solven alkohol berkontribusi di dalam menyumbang hidroksil yang mampu meningkatkan sifat hidrofilik dari film TiO₂.
5. Aditif TBA(OH) berperan dalam mengontrol reaksi hidrolisis sehingga proses aglomerasi dapat dikendalikan dan ukuran kristal yang dihasilkan sangat kecil, antara 6-8 nm.
6. Secara keseluruhan dengan mengacu kepada parameter sifat anti kabut, aktivitas fotokatalisis, transparansi, dan daya lekat film, kaca helm dengan film yang mendapatkan perlakuan ultrasonikasi adalah kaca helm yang paling baik jika dibandingkan dengan kaca helm dengan film *microwave* dan film tanpa perlakuan.

DAFTAR PUSTAKA

Amemiya, S., *Titanium-oxide Photocatalyst*, Three Bond Technical News, (2004).

Anonim. *Polycarbonat*. [Online]. [Diakses pada 15 Mei 2009]. Tersedia di :
<http://www.wikipedia.org/Polycarbonate.htm>.

Arnal, P, Robert J. P. Corriu, Dominique Leclercq, P. Hubert Mutin, Andre Vioux, *Preparation of Anatase, Brookite, and Rutile at Low Temperature by Non-Hydrolytic Sol-Gel Methods*, J. Mater. Chem. 6. (1996) pp. 1925-1932.

Bennani J, Ralf Dillert, Thorsten M. Gesing, Detlef Bahnemann, *Physical Properties, Stability, and Photocatalytic Activity of Transparent TiO₂/SiO₂ Films*, Separation and Purification Tech. 67. (2009) pp. 173-179.

Bokhimi X., A. Morales, M. Aguilar, J.A. Toledo-Antonio & F. Pedraza, *Local Order in Titania Polymorphs*, Int. J. Hydrogen Energy. 26. (2001) pp. 1279–1287.

Bosc, F.; Ayrat, A.; Albouy, P.-A.; Guizard, *A Simple Route for Low-Temperature Synthesis of Mesoporous and Nanocrystalline Anatase Thin Films*, J. Chem. Mater. 15. (2003) pp. 2463-2468.

Brinker, C.J. & Scherer, G.W., *Sol-Gel Science The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. New York Academic Press. (1989).

Chang, Raymond. *Chemistry*. Ed. 5. Singapore: McGraw Hill. (1994).

Fujishima, A.; Rao, T. N.; Tryk, D. A. *Titanium Dioxide Photocatalysis*, J. Photochem. Photobiol. 1. (2000) pp. 1-21.

Gopal M., W.J. Moberly Chan & L.C. De Jonghe, *Room Temperature Synthesis of Crystalline Metal Oxides*, J. Mater. Sci. 32. (1997) pp. 6001–6008.

Ghamsari, M. S., A. R. Bahramian, *High Transparent Sol-Gel Derived Nanostructured TiO₂ Thin Film*, Materials Letters. 62. (2008) pp. 361-364.

Guan, K, *Relationship Between Photocatalytic Activity, Hydrophilicity, and Self Cleaning Effect of TiO₂/SiO₂ Films*, Surf. & Coating Technol. 191. (2005) pp. 155-160.

Gunlazuardi, J., *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*, Seminar Nasional Kimia Fisika II, (2001).

Harper, Charles A., *Modern Plastic Handbook*. McGraw Hill. (2000).

Hu, Yuan & Chunwei Yuan, *Low Temperature Preparation of Photocatalytic TiO₂ Thin Films on Polymer Substrates by Direct Deposition from Anatase Sol*, J. Mater. Sci. 22. (2006) pp. 239-244.

Janssens, K. & Grieken, V., *X-ray Based Methods of Analysis*, Comprehensive Analytical Chemistry XLII, (2004).

Katz, J., *Solar Water Splitting: Photocatalyst Materials Discovery and Systems Development*, DOE Solar H₂ Merit Review, (2007).

Lee, Y. C., Young Pyo Hong, Ha Yong Lee, Hoon Kim, Young Jin Jung, Kyung Hyun Ko, Hyun Seok Jung, Kug Sun Hong, *Photocatalysis and Hydrophilicity of Doped TiO₂ Thin Films*, J. Colloid and Interface Sci. 267. (2003) pp. 127-131.

Li, X. Z., F. B. Li, C. L. Yang, W. K. Ge, *Photocatalytic Activity of WO_x-TiO₂ Under Visible Light Irradiation*, J. Photochem. Photobiol. 141. (2001) pp. 209-217.

Lloyd, T. B., *Experimental Procedures to Characterize Acid-Base and Dispersion Force Contributions to Solid Wettability A Review*, J. Colloids and Surf. 93. (1994) pp. 25-37.

Licciuli, *Self Cleaning Glass*, Universita Degli Studio Di Lecce, 2002.

Mason T. *An Introduction to Sonochemistry*. [Online]. [Diakses pada 18 Juni 2008]. Tersedia di: <http://www.sonochemistry.info/Research.htm>

Ou HH, Lo SL. *Review of Titania Nanotubes Synthesized via The Hydrothermal Treatment: Fabrication, Modification, and Application*, J. Sep. Purif. Technol. 58. (2007) pp. 179–191.

Peiro, Ana M., Jose Peral, Concepcion Domingo, Xavier Domenech, Jose A. Ayllon, *Low-Temperature Deposition of TiO₂ Thin Films with Photocatalytic Activity from Colloidal Anatase Aqueous Solution*, J. Chem. Mater. 13. (2001) pp. 2567-2573.

- Radecka, M., K. Zakrzewska, H. Czternastek, T. Stapinski, S. Debrus, *The Influence of Thermal Annealing on The Structural, Electrical, and Optical Properties of TiO_{2-x} Thin Films*, J. Appl. Surf. Sci. 65-66. (1993) pp.227-234.
- Saadoun, L., J. A. Ayllon, J. Jimenez Becerril, J. Peral, X. Domenech, R. Rodriguez Clemente, *Synthesis and Photocatalytic Activity of Mesoporous Anatase Prepared from Tetrabutylammonium-titania Composites*, J. Mater. Res. 35. (2000) pp. 193-202.
- Sartono, A., *Scanning Electron Microscopy*, Tugas Akhir Mata Kuliah Proyek Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA-UI, 2006.
- Schweitzer, Jim. "Scanning Electron Microscope (SEM)." <http://www.purdue.edu> (6 Oktober 2006).
- Shen H., S. Mathur, V. Sivakov, S. Barth, C. Cavelius, A. Nilsson, P. Kuhn, *Nanostructured Films of Iron, Tin, and Titanium Oxide by Chemical Vapour Deposition*, J. Thin Solid Films. 8. (2006) pp. 502-505.
- Slamet, Bismo, S., Rita, A., *Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ serta Aplikasinya sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik*, Laporan Penelitian Hibah Bersaing Universitas Indonesia, (2007).
- Su, C., Hong, B. Y. and Tseng, C. M., *Sol-gel Preparation and Photocatalysis of Titanium dioxide*, Cat. Today. 96. (2004) pp. 119-126.
- Sugimoto, T., Xingping Zhou, Atsushi Muramatsu, *Synthesis of Uniform Anatase TiO₂ Nanoparticles by Gel-sol Method : 3. Formation Process and Size Control*, J. Colloid Interface Sci. 259. (2003) pp. 43-52.
- Suryanarayana, C., and Norton, M. G., (1998), *X-ray Diffraction*,. New York: Plenum Press.
- Suslick KS. *The Chemistry of Ultrasound*. [Online]. Available at URL: <http://www.scs.uiuc.edu/suslick/britannica.html> [Diakses pada 18 April 2007].
- Tsuge Yosuke, Jinho Kim, Yuji Sone, Oriha Kuwaki, Seimei Shiratori, *Fabrication of Transparent TiO₂ Film with High Adhesion by Using Self-Assembly Method: Application to Super-Hydrophilic Film*, J. Thin Sol. Films. 516. (2008) pp. 2463-2468.
- Viriya, Jeffry, *Rekayasa Plastik Berlapis Nano TiO₂ Dari Prekursor TiCl₄ Dengan Penambahan PEG Melalui Metode Sol-Gel dan Kristalisasi Dingin*, Skripsi Sarjana, Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia, (2008).

- Wang, GH, *Hydrothermal Synthesis and Photocatalytic Activity of Nanocrystalline TiO₂ Powder in Ethanol-Water Mixed Solutions*, J. Mol. Catal. 274. (2007) pp. 185-191.
- Watanabe Toshiya, *Film Prepared by Sol-Gel Process on a Soda-Lime Glass*, J. Sol-Gel Sci. Technol. 19. (2000) pp. 71-76.
- Watson, S., Beydoun, D., Scott, J., and Amal, R., *Preparation of Nanosized Crystalline TiO₂ Particles at Low temperature for Photocatalysis*, J. Nanopart. Res. 6. (2004) pp. 193-207.
- Wong, C. P., Shijian Luo, *Effect of UV/Ozone Treatment on Surface Tension and Adhesion in Electronic Packaging*, IEEE Transactions on Components and Packaging Tech. 24. (2001) pp. 43-48.
- Yin, S., Yuichi Inoue, Satoshi Uchida, Yoshinobu Fujishiro, Tsugio Sato, *Crystallization of Titania in Liquid Media and Photochemical Properties of Crystallized Titania*, J. Mater. Res. 13. (1998) pp. 844-847.
- Yoo, K.; Choi, H.; Dionysiou, D. D, *Ionic Liquid Assisted Preparation of Nanostructured TiO₂ Particles*. J. Chem. Commun. 17. (2004) pp. 2000-2001.
- Yu, J. C., Jianguo Yu, Lizhi Zhang, Wingkei Ho, *Enhancing Effects of Water Content and Ultrasonic Irradiation on the Photocatalytic Activity of Nano-sized TiO₂ Powders*. J. Photochem. Photobiol. 148. (2002) pp. 263-271.