



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA:
PENGEMBANGAN METODE DISPERSI PARTIKEL
TITANIUM DIOKSIDA DALAM AIR**

SKRIPSI

**WINDA WARDATUL JANNAH
0606069432**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JUNI 2010**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA:
PENGEMBANGAN METODE DISPERSI PARTIKEL
TITANIUM DIOKSIDA DALAM AIR**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

**WINDA WARDATUL JANNAH
0606069432**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI KIMIA
DEPOK
JUNI 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 : Winda Wardatul Jannah

NPM : 0606069432

Tanda Tangan :

Tanggal : 7 Juni 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Winda Wardatul Jannah
NPM : 0606069432
Program Studi : Kimia
Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida:
Pengembangan Metode Dispersi Partikel Titanium
Dioksida dalam Air

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

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Jarnuzi Gunlazuardi ()
Pembimbing : Dr. Yuni K. Krisnandi ()
Penguji : Dr. Widayanti Wibowo ()
Penguji : Drs. Erzi Rizal Azwar ()
Penguji : Drs. Ismunaryo M., M.Phil ()

Ditetapkan di :
Tanggal :

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sains Departemen Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Kedua orang tua dan keluarga yang telah berkorban begitu besar serta selalu memberikan semangat, doa, dan cinta yang tidak pernah habis.
- (2) Bapak Dr. Jarnuzi Gunlazuardi dan Ibu Dr. Yuni K. Krisnandi selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini.
- (3) Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian.
- (4) Drs. Sunardi, M.Si selaku pembimbing akademis yang telah memberikan arahan dan bimbingan selama masa-masa perkuliahan.
- (5) Seluruh dosen dan staff Departemen Kimia FMIPA UI yang tidak hanya memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat, tetapi juga telah menjadi sumber inspirasi yang berarti.
- (6) Grup meeting mingguan Pak Hedi, Pak Anthony, Pak Cholid, Pak Hendra, dan Pak Irwan atas diskusi dan masukannya yang sangat bermanfaat bagi penelitian saya.
- (7) Rekan satu bimbingan Indra Saptiama dan Zico Alaia Akbar Jr. atas begitu banyaknya bantuan, diskusi dan kekompakannya selama berlangsungnya penelitian.
- (8) Feni Triana Zulfia teman senasib sepenanggungan yang selalu siap sedia menemani.

- (9) Tantri Kuswantiningsih dan Hanum Arizadeski yang selalu memberikan semangatnya.
- (10) Seluruh rekan-rekan seperjuangan Kimia 2006 atas segala inspirasi dan dukungan semangatnya.
- (11) Semua pihak yang tidak bisa disebutkan namanya yang telah membantu dan memberikan dukungan serta semangatnya.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.



Penulis
2010

HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Winda Wardatul Jannah
NPM : 0606069432
Program Studi : Kimia
Departemen : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
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 :
Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida: Pengembangan Metode Dispersi Partikel Titanium Dioksida dalam Air

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok
Pada tanggal : 4 Juni 2010
Yang menyatakan

(Winda Wardatul Jannah)

ABSTRAK

Nama : Winda Wardatul Jannah
Program Studi : Kimia
Judul : Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida: Pengembangan Metode Dispersi Partikel Titanium Dioksida dalam Air

Kristal TiO₂ anatase dipreparasi dengan proses hidrotermal pada suhu 240°C dari prekursor titanium tetraisopropoksida (TTIP) dalam larutan alkohol/air pada suasana asam. TiO₂ hasil sintesis dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Diffuse Reflectance Spectrophotometry* (DRS), *Particle Size Analyzer* (PSA) dan *Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry* (FTIR). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa TiO₂ yang dipreparasi secara hidrotermal mempunyai bentuk kristal anatase dengan ukuran kristal 10 nm, celah energy sebesar 3,33 eV dan distribusi ukuran partikel (0,72 μm – 1,47 μm dan 15,30 μm – 111,09 μm). Proses kalsinasi terhadap TiO₂ hidrotermal mengakibatkan pertumbuhan inti dan menginduksi transformasi dari fasa kristal anatase menjadi rutil. Akibatnya proses kalsinasi menghasilkan campuran kristal anatase dan rutil, masing-masing dengan ukuran kristal 11 nm dan kristal rutil 12 nm, celah energy sebesar 3,29 eV dan distribusi ukuran partikel (0,57 μm – 1,51 μm dan 31,32 μm – 170,28 μm). Serbuk TiO₂ hasil sintesis dihaluskan dan didispersikan dalam air. Evaluasi dispersi TiO₂ dilakukan dengan variasi pH, variasi konsentrasi PEG 1000, dan variasi pH pada konsentrasi PEG 1000 tertentu. Absorbansi hasil dispersi TiO₂ setelah 24 jam diukur dengan spektrofotometer UV-Vis. Kestabilan dispersi TiO₂ optimum dengan mekanisme sterik dicapai pada konsentrasi PEG 1000 0,05%, sedangkan berdasarkan mekanisme elektrostatik didapatkan kestabilan optimum pada pH 9. Dispersi TiO₂ digunakan untuk menyiapkan immobilisasi film TiO₂ pada pelat kaca dengan cara *spraying* dan digunakan untuk evaluasi aktivitas fotokatalitik. Evaluasi aktivitas fotokatalitik TiO₂ hasil sintesis dilakukan dengan cara melihat kemampuan degradasinya terhadap larutan *Methylene blue*. Pengukuran dilakukan dengan tiga kondisi yang berbeda yaitu fotokatalisis, fotolisis, dan katalisis. Hasil dari ketiga kondisi ini membuktikan bahwa degradasi terbesar terjadi pada kondisi fotokatalisis dengan *pseudo* orde pertama dimana laju reaksinya, *k*, sebesar $9,68 \cdot 10^{-3} \text{ menit}^{-1}$.

Kata Kunci : kristal TiO₂, dispersi, PEG 1000, fotokatalisis, agregat partikel.
xiii+62 halaman : 23 gambar; 6 tabel
Daftar Pustaka : 46 (1983-2009)

ABSTRACT

Name : Winda Wardatul Jannah
Program Study : Chemistry
Title : Preparation and Characterization of Titanium Dioxide:
Development of Water Base Titanium Dioxide Dispersion

Titanium tetraisopropoxide (TTIP) precursor in acidic ethanol/water solution was used to prepare TiO₂ anatase crystal by hydrothermal reaction at 240°C. Prepared TiO₂ was characterized by X-Ray Diffractometer (XRD), Diffuse Reflectance Spectrophotometry (DRS), Particle Size Analyzer (PSA) and Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry (FTIR). Characterization results indicate that prepared TiO₂ has an anatase form (crystallite size 10 nm), band gap of 3.33 eV, and an aggregate nature (0.72 μm – 1.47 μm dan 15.30 μm – 111.09 μm). A calcinations process to the TiO₂ powder leads to grain growth and induce phase transformation from anatase to rutile. As consequence, calcinations process produced anatase phase (crystallite size 11 nm) and rutile phase (crystallite size 12 nm), band gap 3.29 eV, and an aggregate nature (0.57 μm – 1.51 μm dan 31.32 μm – 170.28 μm). The TiO₂ hydrothermal powder was subjected to a ball milling and dispersed in water. The TiO₂ dispersion stability was evaluated under variations of pH, PEG 1000 concentration, and pH at a certain PEG 1000 concentration. The turbidity of dispersions were observed by UV-Vis spectrophotometer after 24 hours. Optimum stability of TiO₂ dispersion by steric mechanism was obtained at PEG 1000 0.05%, while by electrostatic mechanism at pH 9. This water base TiO₂ dispersion was used to prepared TiO₂ film on glass plate by spraying method and was used for photocatalytic activity evaluation toward methylene blue degradation. The observations were conducted at three experimental conditions, namely photocatalytic, photolytic, and catalytic. The results revealed that the highest degradation was obtained at photocatalytic condition, with rate constant, k , is $9.68 \times 10^{-3} \text{ min}^{-1}$, and apparently follows pseudo-first-order reaction.

Key Words : crystalline TiO₂, dispersion, PEG 1000, photocatalytic, particles aggregate.

xiii+62 pages : 23 pictures; 6 tables

Bibliography : 46 (1983-2009)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI ILMIAH	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Ruang Lingkup Penulisan	4
2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Semikonduktor TiO ₂	5
2.2 Mekanisme Aktivitas Fotokatalitik	5
2.3 Kinetika Reaksi Fotokatalitik pada Permukaan TiO ₂	9
2.4 Preparasi TiO ₂ Anatase	10
2.4.1 Metode Hidrotermal	10
2.5 Stabilisasi Dispersi	11
2.5.1 Stabilisasi Elektrostatik	12
2.5.2 Stabilisasi Sterik	12
2.5.3 Stabilisasi Elektrosterik	13
2.6 Instrumentasi	13
2.6.1 Spektrofotometri FTIR	13
2.6.2 Spektrofotometri UV-Vis	14
2.6.3 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
2.6.4 <i>Particle Size Distribution</i>	17
3. METODE PENELITIAN	19
3.1 Tahap Penelitian	19
3.2 Bahan dan Alat Penelitian	20
3.2.1 Bahan	20
3.2.2 Peralatan	20
3.3 Prosedur Kerja	20
3.3.1 Sintesis TiO ₂	20
3.3.2 <i>Ball Milling</i>	21
3.3.3 Karakterisasi TiO ₂	21
3.3.4 Pembuatan Dispersi TiO ₂ dalam Air	22

3.3.5 Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik	22
3.3.5.1 Immobilisasi Suspensi TiO ₂ dalam air pada Pelat Kaca	22
3.3.5.2 Modifikasi Reaktor Fotokatalitik	23
3.3.5.3 Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan Katalis TiO ₂ Hasil Sintesis	23
4. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Sintesis TiO ₂ Metode Hidrotermal	24
4.2 Karakterisasi TiO ₂	26
4.2.1 Spektrofotometri UV-Vis DRS	26
4.2.2 <i>Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry</i> (FTIR)	28
4.2.3 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	29
4.2.4 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	31
4.3 Dispersi TiO ₂	33
4.3.1 Dispersi TiO ₂ dengan Mekanisme Stabilisasi Sterik	34
4.3.2 Dispersi TiO ₂ dengan Mekanisme Stabilisasi Elektrostatik ..	36
4.3.3 Dispersi TiO ₂ dengan Mekanisme Stabilisasi Elektrosterik..	38
4.4 Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik TiO ₂	40
4.4.1 Immobilisasi TiO ₂ pada Pelat Kaca	40
4.4.2 Degradasi <i>Methylene Blue</i> dengan TiO ₂ Hasil Sintesis	42
5. KESIMPULAN DAN SARAN	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Tiga Bentuk Kristal TiO ₂	5
Gambar 2.2. Band Gap Energi dari Beberapa Fotokatalis yang Umum digunakan	6
Gambar 2.3. Mekanisme Fotokatalisis TiO ₂	7
Gambar 2.4. Autoklaf (<i>Teflon Lined Hydrothermal Bomb</i>)	11
Gambar 4.1. Larutan TTIP dalam Air/Alkohol pada Suasana Asam	24
Gambar 4.2. TiO ₂ Hasil Sintesis	25
Gambar 4.3. Spektrum Reflektan TiO ₂	26
Gambar 4.4. Spektrum DRS TiO ₂	27
Gambar 4.5. Kurva Persamaan Garis untuk Menentukan Eg TiO ₂	27
Gambar 4.6. Spektrum FT-IR Degussa P25, TiO ₂ Hidrotermal, dan TiO ₂ Kalsinasi	29
Gambar 4.7. Perbesaran Spektrum FTIR Degussa P25, TiO ₂ Hidrotermal dan TiO ₂ Kalsinasi pada Daerah Panjang Gelombang Vibrasi Ti-O-Ti	29
Gambar 4.7. X-Ray Difraktogram TiO ₂ Hidrotermal dan TiO ₂ Kalsinasi	30
Gambar 4.8. Distribusi Intensitas Hasil Pengukuran <i>Particle Size Analyzer</i>	32
Gambar 4.9. Distribusi Intensitas Kumulatif Hasil Pengukuran <i>Particle Size Analyzer</i>	33
Gambar 4.10 Interaksi PEG dengan Permukaan TiO ₂	34
Gambar 4.11 Dispersi TiO ₂ Berdasarkan Variasi Konsentrasi PEG 1000	35
Gambar 4.12 Kurva Absorbansi Dispersi terhadap Variasi Konsentrasi PEG 1000 setelah 24 Jam	36
Gambar 4.13. Dispersi TiO ₂ Berdasarkan Variasi pH	37
Gambar 4.14. Kurva Absorbansi Dispersi terhadap Variasi pH setelah 24 Jam	37
Gambar 4.15. Dispersi TiO ₂ dalam Larutan PEG 1000 2% berdasarkan Variasi pH	39
Gambar 4.16. Kurva Absorbansi Dispersi PEG 2% terhadap Variasi pH Setelah 24 Jam	39
Gambar 4.17. Spektrum Reflektan TiO ₂ pada Pelat Kaca	40
Gambar 4.18. Persen Degradasi <i>Metyhlene Blue</i> terhaap Waktu	42
Gambar 4.19. Grafik ln Co/C terhadap Waktu	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1. Nilai Energi Celah TiO ₂ Hidrotermal dan TiO ₂ Kalsinasi	28
Tabel 4.2. DataFT-IR TiO ₂	30
Tabel 4.3. Distribusi Ukuran Partikel	31
Tabel 4.4. Massa TiO ₂ yang Terlapis pada Pelat Kaca	41
Tabel 4.5. Massa TiO ₂ yang Terlapis pada Pelat Kaca Setiap Pelapisan ..	41
Tabel 4.6. Persamaan Regresi Linier untuk Ketiga Percobaan	43



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data <i>Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry</i> (FTIR)	51
Lampiran 2. Data XRD untuk TiO ₂ Hasil Sintesis	52
Lampiran 3. Data <i>Particle Size Analyzer</i>	54
Lampiran 4. Data Absorbansi Dispersi TiO ₂	57
Lampiran 5. Data Immobilisasi TiO ₂ pada Pelat Kaca	60
Lampiran 6. Data Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik	61



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Karakteristik TiO_2 yang unik karena kemampuannya berperan sebagai fotokatalis dengan bantuan sinar UV membuat senyawa ini umum digunakan sebagai bahan untuk mendegradasi zat-zat toksik yang berbahaya seperti benzena, dioksin dan senyawa-senyawa organik polutan yang lainnya menjadi senyawa lain yang tidak berbahaya. Hal tersebut menjadikan metode fotokatalitik TiO_2 menjadi metode alternatif yang menjanjikan dalam mengatasi masalah-masalah lingkungan karena reaksi yang terjadi menghasilkan produk mineral yang tidak berbahaya dan prosesnya dapat diatur dengan mudah.

Ketika permukaan titanium dioksida (TiO_2) diradiasi sinar UV dengan panjang gelombang $\leq 415\text{nm}$ yang sebanding atau lebih besar dari energi celah pitaanya 3,2 eV, maka akan terjadi pemisahan muatan dalam matriks kristal TiO_2 . Elektron akan tereksitasi ke pita konduksi (CB) meninggalkan lubang positif (h^+) pada pita valensi. Lubang positif yang terbentuk akan bereaksi dengan air atau ion OH^- menghasilkan radikal hidroksil (OH^\cdot). Radikal hidroksil merupakan spesi yang sangat reaktif dalam mendegradasi molekul-molekul organik menjadi CO_2 dan H_2O serta ion-ion halida jika molekul organik tersebut mengandung halogen. Oksidasi fotokatalitik terhadap senyawa organik dengan cara ini bersifat tidak selektif (Fujishima, Hashimoto, & Watanabe, 1999)

TiO_2 mempunyai tiga macam struktur kristal, yaitu anatase, rutil dan brookite. Akan tetapi kristal TiO_2 yang sering digunakan adalah anatase karena lebih fotoaktif daripada jenis rutil. Hal ini karena luas permukaan anatase lebih besar dari rutil sehingga sisi aktif per unit anatase lebih besar ketimbang yang dimiliki rutil. Sedangkan struktur brookite paling tidak stabil dan paling sulit dipreparasi sehingga jarang digunakan dalam aplikasi.

Banyak metode yang telah dilakukan untuk mensintesis nanokristal TiO_2 fase anatase seperti metode sol-gel dan metode hidrotermal. Walaupun metode sol-gel luas digunakan untuk preparasi TiO_2 berukuran nano, kalsinasi gel dapat mengakibatkan pertumbuhan inti dan reduksi *specific surface area* partikel TiO_2

dan bahkan menginduksi transformasi fase kristal (Supphasrironjaroen, 2008). Sintesis solvotermal, dimana reaksi kimia dapat terjadi dalam media air atau media organik di bawah tekanan pada temperatur rendah (umumnya lebih rendah dari 250°C), dapat menjawab permasalahan yang muncul pada proses sol-gel. Metode ini telah sukses digunakan untuk mensintesis berbagai tipe oksida logam yang berukuran nano dengan *surface area* yang luas, kristalinitas dan kestabilan termal yang tinggi (Supphasrironjaroen, 2008).

Dengan karakteristik celah energi dan struktur permukaannya yang unik, TiO₂ memiliki aplikasi yang menjanjikan sebagai fotokatalis untuk mendekomposisi polutan organik. Untuk aplikasi tersebut, titanium dioksida digunakan sebagai *coating* pada permukaan untuk memaksimalkan efek fotokatalitiknya.

Untuk aplikasi TiO₂ sebagai *coating* fotokatalitik, TiO₂ harus terdispersi agar permukaan lapisan seragam. Hal ini menjadi masalah karena partikel TiO₂ yang tersuspensi akan teraglomerasi, dan partikel-partikel yang teraglomerasi ini sulit dihancurkan dengan metode fisika biasa. Sebagai contoh, diameter rata-rata koloid untuk suspensi Degussa P25 TiO₂ dalam air adalah sekitar 300-500 nm, walaupun ukuran rata-rata partikel individualnya hanya 25 nm. Selain itu, setelah beberapa waktu, partikel-partikel TiO₂ pada dispersi ini akan terendapkan pada dasar wadah. Oleh karena itu, diperlukan adanya metode dispersi TiO₂ untuk meningkatkan kestabilan jangka panjang dalam suspensi agar tidak terjadi aglomerasi atau pengendapan tanpa menghilangkan aktivitas fotokatalitiknya (Seung, 2003).

Stabilisasi dispersi terhadap agregasi dapat dicapai dengan melakukan beberapa mekanisme yaitu stabilisasi elektrostatis dan stabilisasi sterik. Pada stabilisasi dispersi secara elektrostatis, muatan yang terbentuk pada permukaan partikel dapat mencegah atau mengontrol re-aglomerasi. Stabilisasi sterik berperan ketika molekul besar teradsorpsi pada permukaan partikel kemudian membentuk *physical barrier* di antara partikel-partikel tersebut. Stabilisasi dispersi juga dapat dicapai melalui gabungan kedua mekanisme tersebut yang sering juga disebut mekanisme elektrosterik (Mandzy, Grulke, & Druffel, 2005)

Pada tahun 2007, Peng Bing *et al* menggunakan dispersant komersial garam natrium asam poliakrilat (SN5040) dan PEG untuk menstabilisasi nano-TiO₂ dalam suspensi aqueous, baik masing-masing maupun kombinasi keduanya. Pada pH < 4.3, PEG lebih baik dari SN5040 untuk menstabilisasi nano-TiO₂ dalam suspensi aqueous.

Sedangkan metode stabilisasi elektrostatik dilakukan oleh Katherine *et al* (2006) yang meneliti tentang pengaruh potensial permukaan terhadap agregasi nanopartikel TiO₂ dengan cara memvariasikan pH pada dispersi nanopartikel TiO₂. Dilaporkan bahwa larutan dispersi pada pH 1 menunjukkan dispersi yang paling stabil.

Adanya kepentingan untuk membuat dispersi yang stabil memerlukan pengembangan metode-metode seperti pemecahan partikel dan pencegahan reaglomerasi dengan penambahan dispersant.

1.2 Perumusan Masalah

Banyak metode telah dikembangkan untuk preparasi nanopartikel TiO₂, diantaranya adalah metode sol-gel dan hidrotermal. Walaupun metode sol-gel luas digunakan untuk preparasi partikel TiO₂, akan tetapi proses kalsinasi gel yang dilakukan pada suhu tinggi dapat mengakibatkan pertumbuhan inti, reduksi *specific surface area*, dan bahkan menginduksi transformasi fase kristal. Sedangkan dengan metode hidrotermal dapat dilakukan pada suhu yang lebih rendah untuk mencegah terjadinya hal-hal tersebut.

Untuk aplikasinya, material TiO₂ sering digunakan sebagai *coating* untuk memperbesar luas permukaannya dan meningkatkan efisiensi fotokatalitiknya. Masalah yang sering ditemui adalah terbentuknya agregat atau aglomerat pada koloid TiO₂ yang akan dijadikan *coating* yang dapat mengakibatkan sebaran TiO₂ di permukaan menjadi tidak merata. Sehingga diperlukan adanya metode untuk meningkatkan stabilitas koloid TiO₂ baik melalui mekanisme elektrostatik, sterik, maupun gabungan keduanya.

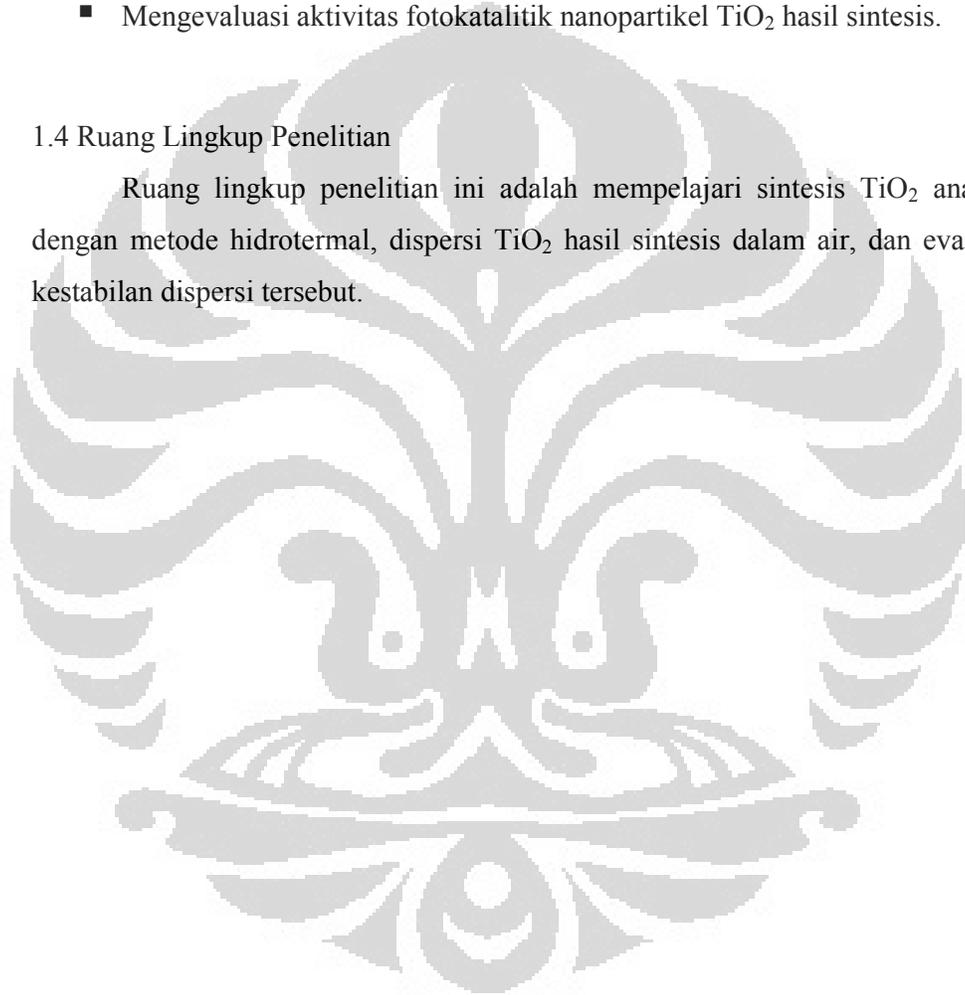
1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

- Preparasi partikel TiO₂ anatase secara hidrotermal dan karakterisasinya.
- Membandingkan dua metode stabilisasi dispersi yaitu stabilisasi elektrostatik dan stabilisasi sterik.
- Mengevaluasi kestabilan dispersi partikel TiO₂ di dalam air.
- Mengevaluasi aktivitas fotokatalitik nanopartikel TiO₂ hasil sintesis.

1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Ruang lingkup penelitian ini adalah mempelajari sintesis TiO₂ anatase dengan metode hidrotermal, dispersi TiO₂ hasil sintesis dalam air, dan evaluasi kestabilan dispersi tersebut.

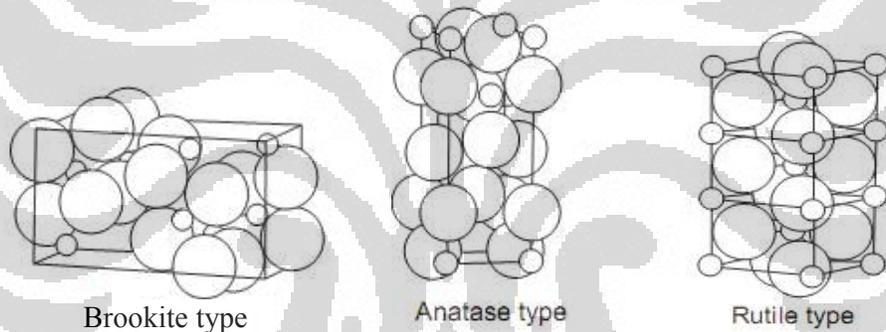


BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor TiO₂

Semikonduktor TiO₂ merupakan material yang sangat menarik karena memiliki aplikasi yang potensial untuk banyak aspek seperti konversi energi solar, fotokatalisis, sensor, dan peralatan fotokromik.

TiO₂ di alam memiliki 3 tipe bentuk kristal yakni tipe rutile, anatase, dan brookite. Akan tetapi yang umum digunakan adalah tipe anatase dan rutile. Struktur anatase memiliki band gap sebesar 3.2 eV yang setara dengan energi gelombang cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm sedangkan pada rutile memiliki band gap sebesar 3.0 eV setara dengan energi cahaya dengan panjang gelombang 413 nm.

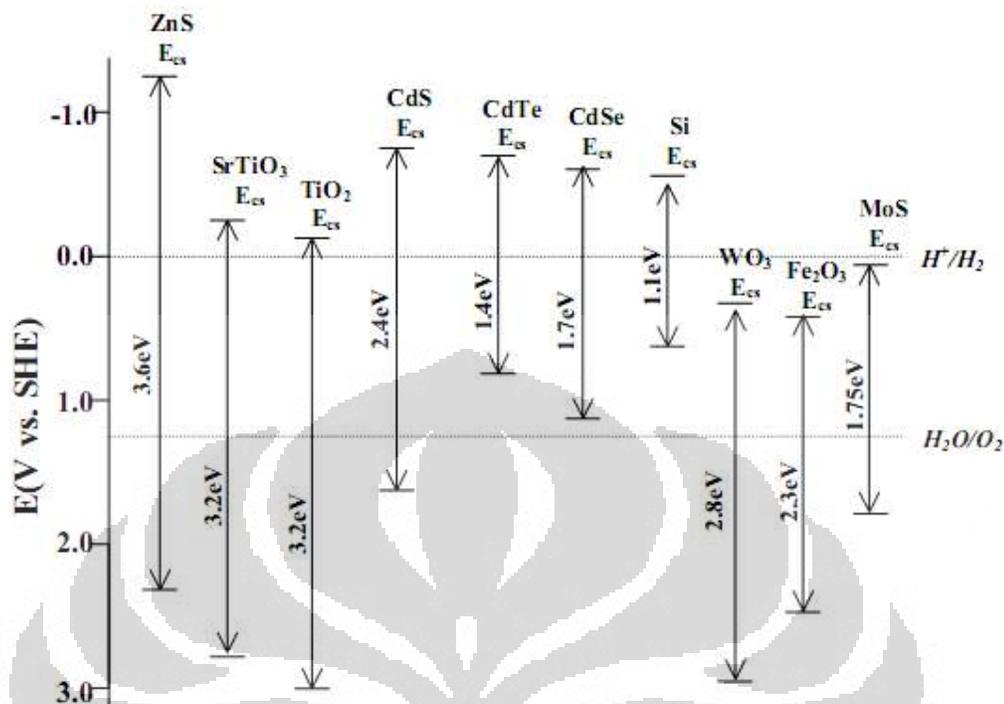


Gambar 2.1 Tiga bentuk kristal TiO₂

Di antara ketiga struktur TiO₂ tersebut, anatase terbukti lebih fotoaktif daripada jenis rutile karena luas permukaan anatase lebih besar dari rutile sehingga sisi aktif per unit anatase lebih besar ketimbang yang dimiliki rutile. Sedangkan struktur brookite paling tidak stabil dan paling sulit dipreparasi sehingga jarang digunakan dalam aplikasi.

2.2 Mekanisme Aktivitas Fotokatalitik

TiO₂ merupakan semikonduktor yang umum digunakan pada proses fotokatalitik karena memiliki kestabilan yang baik secara biologi maupun kimia, murah, dan memiliki daya oksidasi yang tinggi ($E = 3.1 \text{ eV Vs SHE}$).



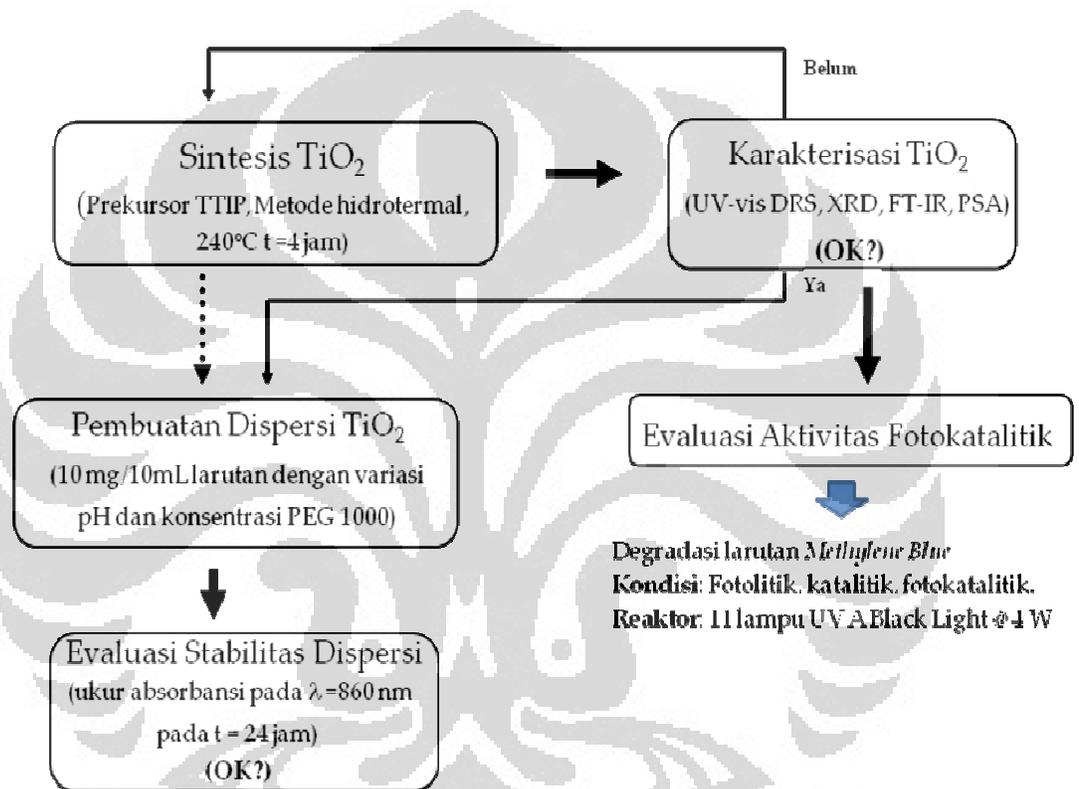
[Sumber : N.Serpone and E. Pelizetti (1989)]

Gambar 2.2 Band gap energi dari beberapa fotokatalis yang umum digunakan.

Fotokatalis merupakan kombinasi dari fotokimia dan katalis, karena pada reaksi fotokatalitik baik cahaya maupun katalis diperlukan untuk mempercepat terjadinya reaksi kimia. Fotokatalis selalu diawali dengan iradiasi cahaya kemudian terjadi penyerapan foton, dimana jika energi yang diberikan setara maupun lebih besar dari pada band gap yang dimiliki TiO₂ maka akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi yang menghasilkan pasangan hole dan elektron.

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Tahap Penelitian



3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium tetraisopropoksida (TTIP), aquabides, etanol absolut, asam asetat glacial, NH_4OH , PEG 1000, dan *methylene blue*.

3.2.2 Peralatan

1. Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 2450 (dilengkapi dengan Diffuse Reflectance Cell), untuk mengukur energi celah nanopartikel TiO_2 hasil sintesis dan mengukur absorbansi larutan dye.
2. Difraktometer sinar-X (XRD), untuk mengetahui ukuran kristalit dan jenis kristal TiO_2 hasil sintesis.
3. Shimadzu Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry (FTIR) digunakan untuk identifikasi puncak serapan terkait keadaan ikatan kimia antar molekul dalam partikel TiO_2 .
4. Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950 untuk mengetahui diameter dan ukuran partikel TiO_2 hasil sintesis pada bentuk serbuk dan tersuspensi.
5. Instrumentasi lainnya seperti: *ultrasonic horn*, pH meter, Oven (Fischer scientific, Isotemp Oven, 655 F), Neraca analitik (Mettler), *Magnetic Stirrer*, *Magnetic Bar*, *Teflon lined hydrothermal bomb*, serta peralatan gelas laboratorium lainnya seperti: labu erlenmeyer, labu ukur, alat refluks, gelas ukur, pipet volumetri, pipet tetes, *beaker glass*, batang pengaduk, corong gelas, botol semprot, propipet (bulb), tabung reaksi.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Sintesis TiO_2 (Seung, 2003)

Titanium isopropoksida sebanyak 15 mmol ditambahkan dengan cara meneteskan ke dalam 150 mL campuran etanol dan air (4:1). Prekursor Titanium isopropoksida sangat mudah terhidrolisis dengan uap air di udara membentuk endapan putih. Untuk mencegah hidrolisis ini pada saat penetesan, prekursor TTIP

dilarutkan terlebih dahulu dalam sebagian etanol yang digunakan. pH larutan diatur hingga 0,7 dengan menambahkan asam nitrat. Dalam lingkungan etanol/air asam ini, prekursor Ti akan tetap berupa larutan jernih tanpa pengendapan. Setelah beberapa jam pengadukan, larutan jernih ini dipindahkan ke dalam suatu *teflon-lined hydrothermal bomb*, dan kemudian direaksikan pada suhu 240°C selama 4 jam.

Setelah reaksi hidrotermal, TiO₂ yang terkristalisasi didapatkan sebagai suspensi koloid. Untuk mendapatkan TiO₂ serbuk, suspensi dicuci dengan etanol 2-3 kali kemudian disentrifugasi untuk mendapatkan endapannya. Setelah larutan pencuci bening, endapan yang didapatkan dikeringkan pada suhu kamar. Endapan ini kemudian dibagi menjadi 2 bagian.

- **Endapan bagian 1:**

Endapan kering ditumbuk dan disaring menggunakan saringan 100µm untuk mendapatkan serbuk yang lebih halus. Hasil serbuk ini kemudian akan disebut dengan TiO₂ hidrotermal.

- **Endapan bagian 2:**

Endapan dikalsinasi pada suhu 450°C dalam furnace selama 4 jam. Hasil kalsinasi kemudian ditumbuk dan disaring menggunakan saringan 100 µm. Hasil serbuk ini kemudian akan disebut dengan TiO₂ kalsinasi.

3.3.2 *Ball Milling*

Proses *Ball Milling* dilakukan di Pusat Penelitian Fisika, Puspiptek, LIPI, Serpong. Proses *Ball Milling* ini dilakukan pada serbuk TiO₂ hidrotermal selama 15 jam. Adapun tujuan dilakukannya proses *Ball Milling* adalah untuk memperkecil ukuran partikel TiO₂ hasil sintesis.

3.3.3 Karakterisasi TiO₂

1. Kristal TiO₂ yang diperoleh dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 2450 (dilengkapi dengan Diffuse Reflectance Cell), untuk mengukur energi celah kristal TiO₂ hasil sintesis.
2. Karakterisasi dengan Shimadzu Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry (FTIR) digunakan untuk identifikasi puncak serapan

terkait keadaan ikatan kimia antar molekul dalam partikel TiO₂. Karakterisasi ini dilakukan pada serbuk TiO₂ hasil sintesis yang telah dipanaskan pada suhu 120°C selama 6 jam.

3. Karakterisasi ukuran kristalit dan jenis kristal TiO₂ hasil sintesis dilakukan dengan difraktometer sinar-X.
4. Horiba Laser Scattering Particle Size Distribution Analyzer LA-950 untuk mengetahui diameter dan ukuran partikel TiO₂ hasil sintesis pada bentuk serbuk.

3.3.4 Pembuatan Dispersi TiO₂ dalam Air

1. Membuat dispersi TiO₂ anatase dalam air dengan menimbang 10 mg TiO₂ dalam 10 mL masing-masing larutan di bawah ini:
 - a. pH 3-10 (variasi pH)
 - b. Larutan PEG 1000 10 ppm, 50 ppm, 500 ppm, 1000 ppm, 5000 ppm, dan 2%
 - c. Larutan PEG 1000 2% pH 3-10
2. Kemudian suspensi ini didispersikan dengan *ultrasonic horn* selama 15 menit.
3. Hasil dispersi tersebut kemudian dibiarkan selama 24 jam.
4. Setelah 24 jam kemudian dilihat kekeruhannya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 860 nm.

3.3.5 Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik

3.3.5.1 Immobilisasi Suspensi TiO₂ dalam Air pada Pelat Kaca

Pelat kaca yang digunakan berukuran 7 cm x 2,5 cm (2 buah), proses immobilisasi katalis TiO₂ yang telah dibuat agar menempel pada pelat kaca dilakukan dengan teknik *spray coating*. Sebelum melakukan *spraying*, terlebih dahulu dibuat suspensi TiO₂ dalam larutan dengan mensuspensikan 10 mg TiO₂ dalam 10 mL larutan yang telah diatur pH=10. Suspensi yang telah dibuat kemudian di-*spray* dengan menggunakan pompa, selanjutnya pelat kaca dikeringkan pada suhu 110°C. Sebelum dan sesudah di-*spray* masing-masing pelat

kaca ditimbang untuk mengetahui seberapa banyak massa TiO_2 yang terlapiskan pada pelat kaca.

3.3.5.2 Modifikasi Reaktor Fotokatalitik

Unit reaktor meliputi sebelas buah lampu UV-A black light, *magnetic stirrer*, *beaker glass* dan *stirrer bar*. Ke dalam *beaker glass* tersebut dimasukkan pelat kaca berukuran 7 cm x 2,5 cm yang telah di-*spray* dengan TiO_2 yang telah disuspensikan dalam air.

3.3.5.3 Degradasi *Methylene Blue* dengan Katalis TiO_2 Hasil Sintesis

Sebelum dilakukan proses degradasi, dilakukan pembuatan kurva standar. *Methylene blue* ditempatkan dalam *beaker glass* yang dilengkapi *stirrer bar*. *Beaker glass* tersebut diletakkan di atas *magnetic stirrer* dalam reaktor. Kemudian dengan menggunakan pipet, larutan *methylene blue* diambil dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui absorbansi larutan pada waktu 0.

Selanjutnya dilakukan pengukuran degradasi *Methylene blue* dalam reaktor fotokatalitik. Pengukuran dilakukan selama 60 menit dengan interval waktu 10 menit. Pengukuran juga dilakukan dengan tiga kondisi yang berbeda, yaitu:

Fotolisis : *Methylene blue* tanpa TiO_2 , lampu UV black light menyala.

Katalisis : *Methylene blue* dengan TiO_2 , lampu UV black light tidak menyala

Fotokatalisis : *Methylene blue* dengan TiO_2 , lampu UV black light menyala

Sebanyak 20 mL *Methylene blue* 2 ppm dimasukkan dalam *beaker glass*, kemudian diletakkan dalam reaktor, selanjutnya reaktor fotokatalitik ditutup rapat dan dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis TiO₂ Metode Hidrotermal

Preparasi TiO₂ pada penelitian ini dilakukan dengan metode hidrotermal. Metode hidrotermal umum digunakan pada preparasi kristal TiO₂ dan material logam oksida lainnya. Kelebihan metode hidrotermal adalah dapat diperoleh bentuk dari kristal TiO₂ yang diinginkan dengan memvariasikan reagen, temperatur, durasi pemanasan, dan parameter-parameter sintesis lainnya (Zheng, Shi, & Chui, 2000)

Pemilihan reagen dan komposisi yang dilakukan pada penelitian ini mengacu pada penelitian Seung Yong Chae et.al (2003) dengan prosedur yang dimodifikasi. Preparasi TiO₂ melalui metode hidrotermal dilakukan menggunakan prekursor TTIP (titanium tetraisopropoksida) di dalam kondisi asam. Pada penelitian ini, prekursor distabilisasikan di dalam larutan air/alkohol pada suasana asam sebelum dilakukan proses hidrotermal. Sol TTIP dalam larutan air/alkohol pada suasana asam ini berupa larutan jernih. Penambahan etanol akan mempengaruhi ukuran kristal TiO₂ dengan menstabilisasi prekursor TTIP, sedangkan kondisi hidrotermal menginduksi kristalinitas yang tinggi (Seung, 2003).



Gambar 4.1 Larutan TTIP dalam air/alkohol pada suasana asam

Pada metode hidrotermal wadah yang digunakan adalah wadah tertutup yang dapat menahan tekanan yang dihasilkan pada proses pemanasan. Alat yang digunakan adalah autoklaf (*Teflon-Lined Hydrothermal Bomb*) yang bagian luarnya terbuat dari *stainless steel* dan bagian dalamnya yang merupakan wadah

sampel terbuat dari teflon, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.4 (pada BAB Tinjauan Pustaka).

Pada proses hidrotermal ini terjadi reaksi-reaksi hidrolisis, polikondensasi, nukleasi TiO_2 , pertumbuhan, dan rekristalisasi. Dalam penelitian ini, kristalisasi atau pembentukan kristal yang diharapkan adalah perubahan dari TiO_2 amorphous menjadi TiO_2 anatase.



Keterangan : a = TiO_2 Kalsinasi
b = TiO_2 Hidrotermal

Gambar 4.2 TiO_2 hasil sintesis

Gambar 4.2 menunjukkan TiO_2 hasil sintesis hidrotermal dan kalsinasi. TiO_2 hidrotermal merupakan TiO_2 hasil proses hidrotermal yang telah dicuci dengan etanol dan dikeringkan pada suhu kamar tanpa perlakuan lebih lanjut. Sedangkan TiO_2 kalsinasi merupakan TiO_2 hidrotermal yang dikalsinasi pada suhu 450°C selama 4 jam. Proses kalsinasi dapat meningkatkan kristalinitas TiO_2 dan menghilangkan pengotor yang berupa zat organik. Akan tetapi proses ini memiliki efek samping terhadap pertumbuhan inti dan bahkan transformasi fase kristal.

Pada Gambar 4.2 terlihat adanya perbedaan warna pada serbuk TiO_2 hidrotermal dan TiO_2 kalsinasi. Warna serbuk pada TiO_2 kalsinasi lebih putih cemerlang dibandingkan dengan serbuk TiO_2 hidrotermal. Perbedaan warna ini diakibatkan oleh adanya sisa reaktan pada TiO_2 hidrotermal yang sulit hilang pada saat pencucian. Sedangkan setelah dilakukan proses kalsinasi, sisa-sisa reaktan tersebut telah hilang.

Dari pemilihan reagen dan metode preparasi diharapkan TiO_2 hasil sintesis hanya terdiri dari fase kristal anatase. Untuk membuktikan hal tersebut, dilakukan

Universitas Indonesia

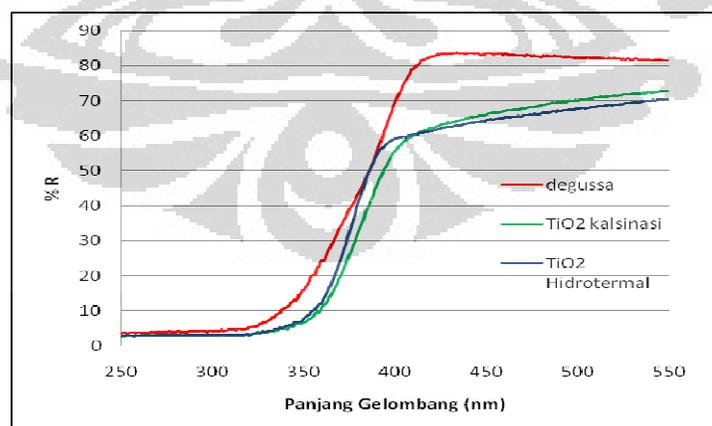
karakterisasi TiO_2 hasil sintesis. Selain itu, karakterisasi TiO_2 hasil sintesis dilakukan untuk mengetahui pengaruh proses kalsinasi terhadap pertumbuhan inti dan perubahan fase kristal.

4.2 Karakterisasi TiO_2

Karakterisasi TiO_2 yang dilakukan dalam penelitian ini antara lain menentukan nilai celah energi dengan metode spektrofotometri UV-Vis DRS. Kemudian identifikasi puncak serapan terkait keadaan ikatan kimia antar molekul dalam partikel TiO_2 dilakukan dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry*). Untuk mengetahui jenis dan ukuran kristal TiO_2 hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Terakhir dilakukan pengukuran dengan PSA (*Particle Size Analyzer*) untuk menentukan ukuran partikel serbuk TiO_2 hasil sintesis.

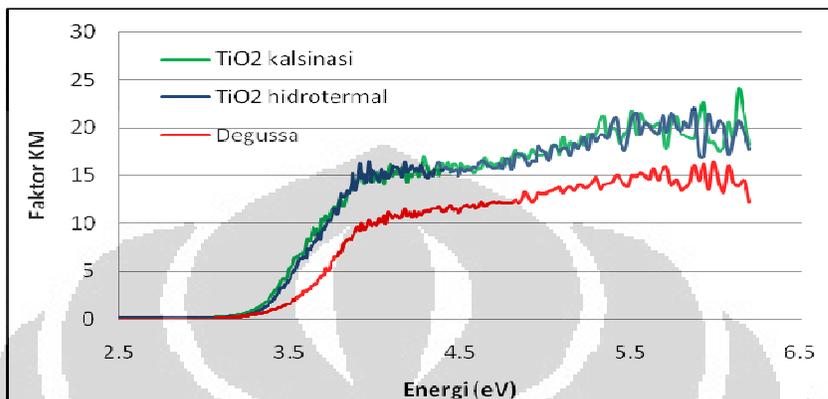
4.2.1 Spektrofotometri UV-Vis DRS

Pengukuran UV-Vis *diffuse reflectance* dilakukan pada sampel titanium dioksida hidrotermal, kalsinasi dan Degussa P25 sebagai referensi. Pengukuran ini dilakukan untuk membandingkan nilai energi celah antara TiO_2 hidrotermal dengan TiO_2 kalsinasi. Hasil pengukuran menggunakan Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 2450 yang dilengkapi dengan *Diffuse Reflectance Cell*.



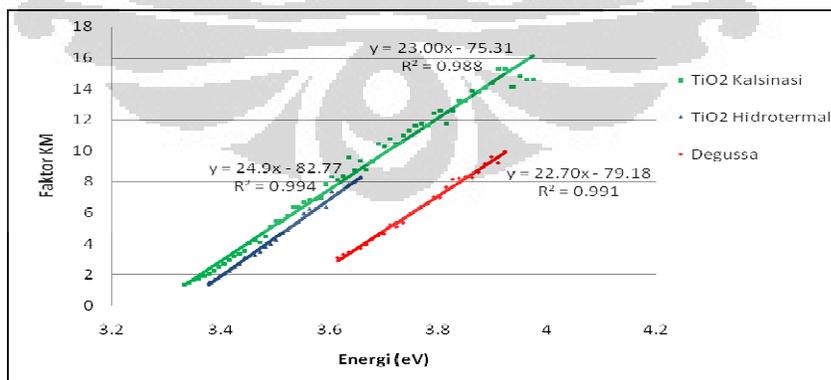
Gambar 4.3 Spektrum Reflektan TiO_2

Dari Gambar 4.3 tampak adanya sedikit pergeseran ke arah panjang gelombang yang lebih rendah (energi lebih tinggi) untuk spektrum dari TiO₂ hidrotermal. Pergeseran ini diistilahkan dengan *blue shift*.



Gambar 4.4 Spektrum DRS TiO₂

Untuk mendapatkan nilai celah energi TiO₂, data %R terlebih dahulu diubah menjadi faktor Kubelka-Munk dan nilai panjang gelombang diubah menjadi satuan eV. Konversi tersebut perlu dilakukan karena data spektrum *diffuse reflectance* kasar akan muncul berbeda dari equivalen transmisinya. Spektrum DRS TiO₂ yang telah dikonversi dapat dilihat pada Gambar 4.4. Konversi Kubelka-Munk dapat dilakukan terhadap spektrum *diffuse reflectance* untuk mengkompensasi perbedaan ini (Pike Technologies, 2009).



Gambar 4.5 Kurva Persamaan Garis untuk Menentukan Eg TiO₂

Pada Gambar 4.5 merupakan kurva persamaan garis untuk menentukan energi celah (E_g) TiO_2 . Garis tersebut merupakan garis linier pada spektrum Gambar 4.4. Energi celah (sumbu x) pada TiO_2 diperoleh dari persamaan garis linier pada saat $y=0$. Nilai Energi celah TiO_2 hasil sintesis dan Degussa sebagai referensi dapat dilihat pada Tabel 4.1.

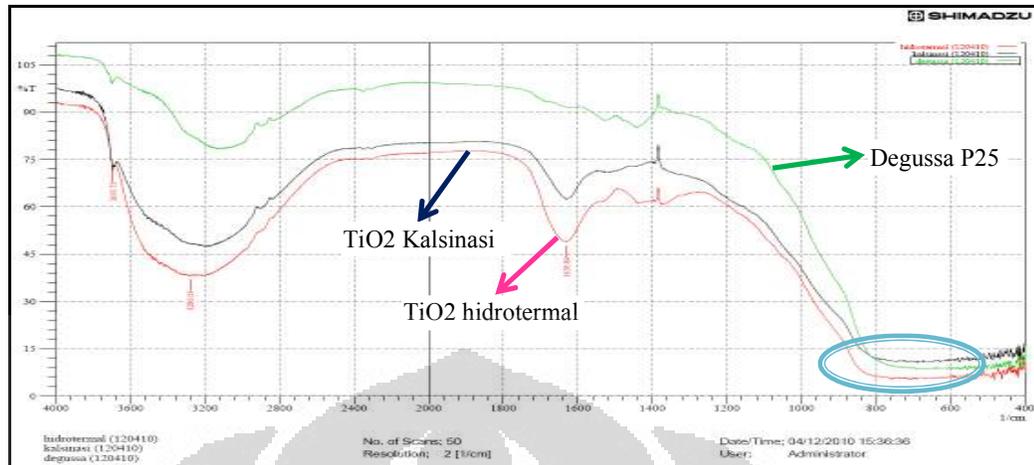
Tabel 4.1 Nilai Energi Celah TiO_2 hidrotermal dan TiO_2 kalsinasi

Sampel	Energi Celah (eV)
TiO_2 Degussa P25	3,40
TiO_2 Hidrotermal	3,33
TiO_2 Kalsinasi	3,29

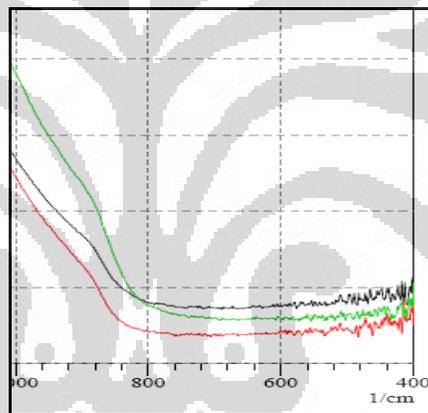
Nilai energi celah pada TiO_2 hidrotermal lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 kalsinasi. Hal ini sesuai dengan karakteristik fenomena pada nanopartikel yaitu semakin kecil ukuran partikel suatu material semikonduktor, maka semakin besar energi celahnya. Fenomena ini terjadi akibat adanya efek *quantum size*. Pada TiO_2 kalsinasi terjadi pertumbuhan inti dan pembentukan agregat yang lebih kuat sehingga ukuran partikelnya menjadi lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 hidrotermal.

4.2.2 Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry (FTIR)

Pengukuran spektrofotometri FTIR bertujuan untuk identifikasi puncak serapan terkait keadaan ikatan kimia antar molekul dalam partikel TiO_2 .



Gambar 4.6 Spektrum FT-IR Degussa P25, TiO₂ hidrotermal, dan TiO₂ kalsinasi.



Keterangan: Spektrum hijau = Degussa P25
Spektrum merah = TiO₂ hidrotermal
Spektrum biru = TiO₂ kalsinasi

Gambar 4.7 Perbesaran spektrum FTIR Degussa P25, TiO₂ hidrotermal dan TiO₂ kalsinasi pada daerah panjang gelombang vibrasi Ti-O-Ti.

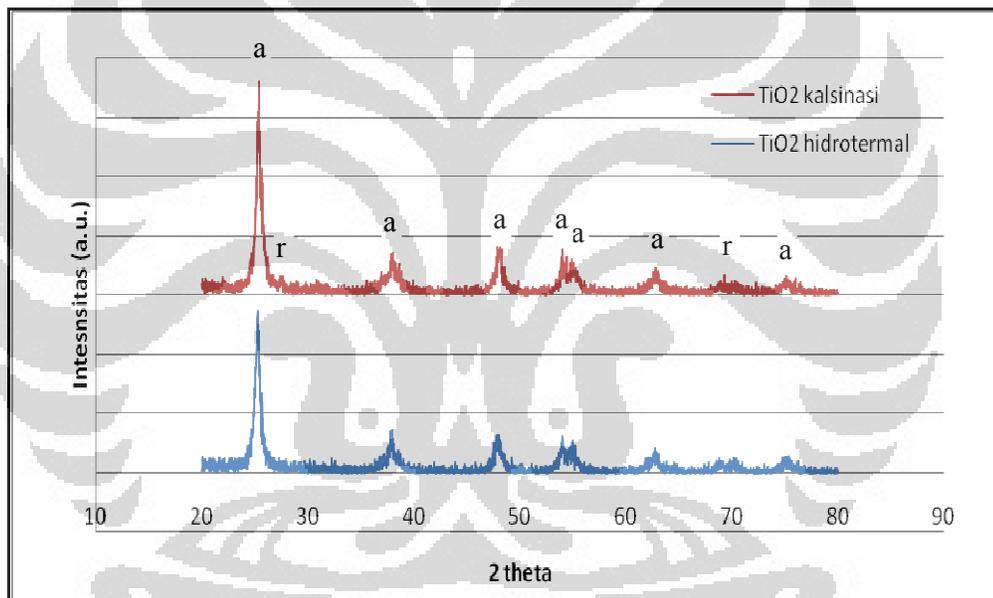
Data FT-IR untuk TiO₂ dirangkum pada Tabel 4.2. Puncak yang teramati pada 3280 cm dan 1630 cm⁻¹ merupakan vibrasi ulur dan tekuk air dan hidroksil. Pita kuat pada 860 cm⁻¹ merupakan karakteristik ikatan Ti-O-Ti. Dapat diamati pula bahwa profil serapan Degussa P25 mirip dengan profil serapan TiO₂ hasil sintesis baik kalsinasi maupun hidrotermal.

Tabel 4.2 Data FT-IR TiO₂

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Karakteristik Ikatan
860	Ti-O-Ti vibrasi
1630	- OH vibrasi tekuk
3280	- OH vibrasi ulur

4.2.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui jenis dan ukuran kristal TiO₂ hasil sintesis. Jenis kristal dapat ditentukan berdasarkan pola difraksi sinar-X suatu kristal yang bersifat khas. Pola difraksi ini ditentukan oleh susunan atom dalam kristal.



Keterangan : a = anatase
r = rutile

Gambar 4.7 X-Ray Difraktogram TiO₂ hidrotermal dan TiO₂ kalsinasi

Pola difraktogram pada serbuk TiO₂ hasil sintesis, baik TiO₂ hidrotermal maupun TiO₂ kalsinasi, muncul puncak tertinggi pada $2\theta = 25,3^\circ$ yang merupakan karakteristik puncak fase kristal anatase. Pada difraktogram TiO₂ kalsinasi muncul puncak-puncak yang awalnya tidak muncul pada difraktogram TiO₂ hidrotermal yaitu puncak pada $2\theta = 27,5^\circ$ dan $2\theta = 69,3^\circ$ yang merupakan karakteristik puncak

fase kristal rutile. Hal ini membuktikan bahwa proses kalsinasi menyebabkan adanya transformasi kristal menjadi rutile.

Puncak-puncak yang muncul ini kemudian dibandingkan dengan *database* PCPDFWIN ICDD no. 73-1764, TiO₂ anatase syn, dan no. 78-2485, TiO₂ rutile syn. Dari hasil perbandingan diperoleh bahwa TiO₂ kalsinasi terdiri dari fase anatase dan fase rutile, sedangkan pada TiO₂ hidrotermal hanya terdiri dari fase anatase.

Puncak TiO₂ pada $2\theta = 25,3^\circ$ digunakan untuk menentukan ukuran kristal anatase dan puncak pada $2\theta = 27,5^\circ$ untuk kristal rutile. Dengan menggunakan software X Powder untuk mengetahui ukuran kristalit TiO₂ hasil sintesis berdasarkan persamaan Debye-Scherrer didapatkan ukuran kristal yang pada kristal anatase TiO₂ hidrotermal yaitu sekitar 10 nm. Sedangkan pada kristal anatase TiO₂ kalsinasi sebesar 11 nm dan kristal rutile sebesar 12 nm. Terlihat bahwa ukuran pada kristal TiO₂ kalsinasi lebih besar daripada ukuran kristal TiO₂ hidrotermal akibat adanya pertumbuhan inti yang menyebabkan penambahan ukuran kristal.

4.2.4 Particle Size Analyzer (PSA)

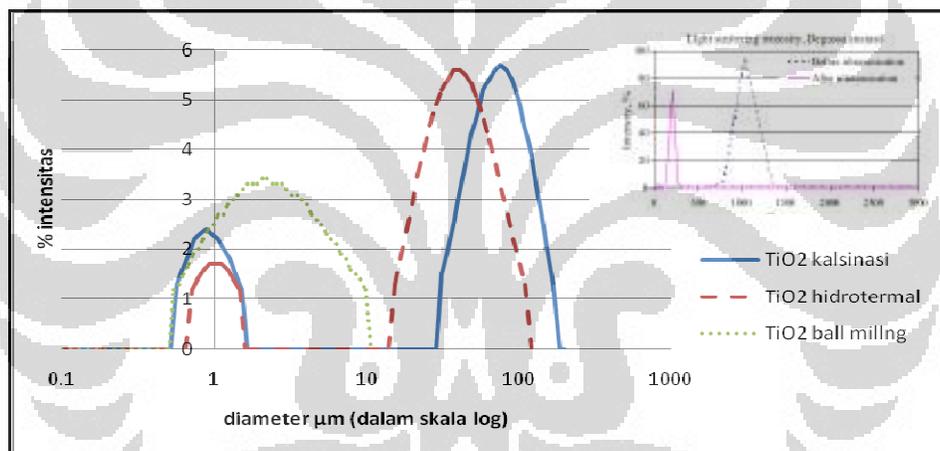
Pengukuran ini bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusi ukuran partikel TiO₂ hasil sintesis. Pengukuran dilakukan di CV. Nanotech Indonesia, PUSPIPTEK, Serpong. Distribusi intensitas ukuran partikel TiO₂ hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 4.3, Gambar 4.8 dan Gambar 4.9.

Tabel 4.3 Distribusi Ukuran Partikel

TiO ₂ hasil sintesis	Puncak 1 : distribusi ukuran partikel (μm)	Puncak 2 : distribusi ukuran partikel (μm)
TiO ₂ kalsinasi	0,57 – 1,51	31,32 – 170,28
TiO ₂ hidrotermal	0,72 – 1,47	15,30 – 111,09
TiO ₂ ball milling	0,55 – 9,90	-
Degussa P-25	0,70 – 1,35	-

Hasil pengukuran PSA menyatakan bahwa TiO_2 hasil sintesis masih merupakan berukuran μm . Hal ini menunjukkan bahwa TiO_2 hasil sintesis masih merupakan agregat-agregat partikel mengingat ukuran kristal berukuran 10 nm (hasil pengukuran XRD).

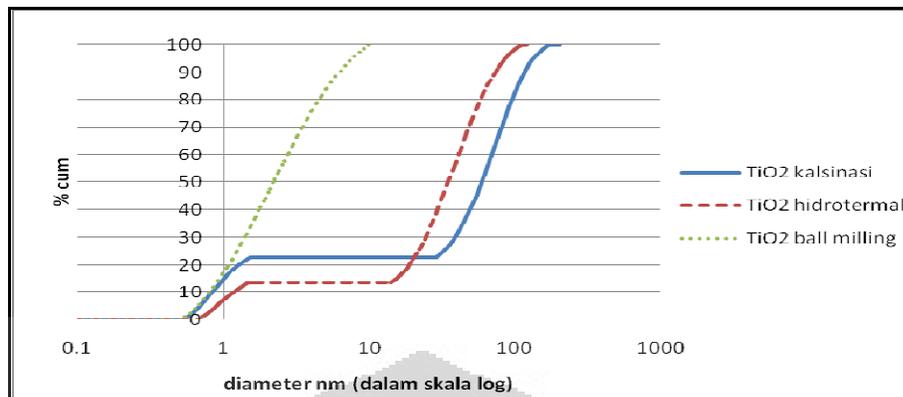
Dari Gambar 4.8, terlihat bahwa pada TiO_2 kalsinasi dan TiO_2 hidrotermal memiliki dua puncak, sedangkan pada TiO_2 yang telah di-*ball milling* hanya memiliki satu puncak. Pada TiO_2 hidrotermal dan kalsinasi, puncak kedua merupakan agregat-agregat dari partikel-partikel TiO_2 dari puncak pertama. Sehingga dengan adanya proses *ball milling* yang pada prinsipnya adalah menghancurkan agregat partikel secara fisik (tumbukan), dapat memecah agregat-agregat yang terbentuk dan menyeragamkan ukuran partikel.



Keterangan : Gambar di pojok kanan atas merupakan distribusi intensitas Degussa P-25 sumber: Mandzy *et.al* (2005)

Gambar 4.8 Distribusi Intensitas Hasil Pengukuran *Particle Size Analyzer*

Jika diperhatikan lebih lanjut, puncak kedua pada TiO_2 kalsinasi memiliki distribusi ukuran yang lebih besar ($31,32\mu\text{m} - 170,28\mu\text{m}$) dibandingkan dengan TiO_2 hidrotermal ($15,30\mu\text{m} - 111,09 \mu\text{m}$). Adanya perbedaan ini diakibatkan adanya proses kalsinasi pada suhu tinggi (450°C) pada TiO_2 kalsinasi yang dapat mengakibatkan pembentukan agregat-agregat dengan interaksi yang kuat.



Gambar 4.9 Distribusi Intensitas Kumulatif Hasil Pengukuran *Particle Size Analyzer*

Pada distribusi intensitas kumulatif ukuran partikel TiO₂ hasil sintesis, menunjukkan bahwa nilai tengah (D_{50}) TiO₂ kalsinasi > TiO₂ hidrotermal > TiO₂ *ball milling*, dengan nilai masing-masing untuk TiO₂ kalsinasi sebesar 58,77 μ m, TiO₂ hidrotermal sebesar 34,76 μ m, dan TiO₂ *ball milling* sebesar 2,19 μ m.

Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa TiO₂ hasil sintesis hidrotermal merupakan suatu kristal anatase dengan ukuran 10 nm yang memiliki energi celah sebesar 3,33 eV dan distribusi ukuran partikel 0,72 μ m – 1,47 μ m dan 15,30 μ m – 111,09 μ m. Sedangkan pada TiO₂ yang dikalsinasi merupakan suatu kristal yang terdiri dari fase anatase berukuran 11 nm dan rutil berukuran 12 nm, memiliki energi celah 3,29 eV dan distribusi ukuran partikel 0,57 μ m – 1,51 μ m dan 31,32 μ m – 170,28 μ m. Keduanya memiliki serapan IR pada bilangan gelombang 860 cm^{-1} yang merupakan karakterisasi vibrasi ulur Ti-O-Ti.

Perbedaan hasil karakterisasi antara TiO₂ hidrotermal dan TiO₂ kalsinasi menunjukkan benar bahwa adanya proses kalsinasi mengakibatkan pertumbuhan inti dan menginduksi transformasi fase kristal (Supphasrirongjaroen, 2008), selain itu juga mengakibatkan pembentukan agregat-agregat partikel dengan interaksi yang kuat.

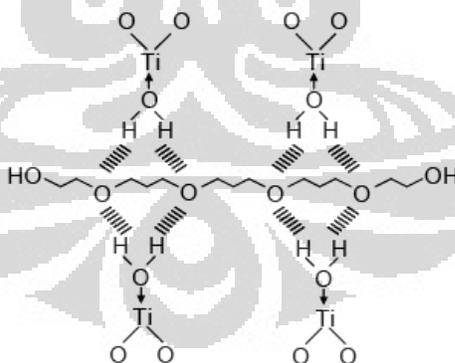
Dari hasil pengukuran PSA tampak bahwa setelah dilakukan proses *ball milling* terjadi reduksi ukuran yang cukup signifikan. Akan tetapi partikel tersebut masih cukup besar sehingga untuk dibuat dispersinya diperlukan suatu perlakuan

lebih lanjut seperti dengan cara sonikasi. Untuk selanjutnya TiO_2 yang digunakan adalah hasil *ball milling*.

4.3 Dispersi TiO_2

Pada penelitian ini, pembuatan dispersi TiO_2 menggunakan TiO_2 hasil *ball milling* karena memiliki ukuran yang lebih seragam. Setiap dispersi memiliki konsentrasi TiO_2 yang sama yaitu 0,1% dalam 10 mL larutan. Hasil dispersi yang sebelumnya telah disonikasi selama 15 menit kemudian didiamkan selama 24 jam untuk melihat perubahan kekeruhannya. Sonikasi dilakukan dengan cara mengalirkan energi gelombang ultrasonik yang dapat mengguncang larutan, dan mengakibatkan nukleasi dan pecahnya gelembung pendispersi (dalam hal ini air). Gelembung ini menginisiasi pemecahan permukaan serbuk TiO_2 yang sangat efektif untuk memecahkan agregat partikel TiO_2 . Pemecahan agregat dapat dikontrol terutama dengan *specific energy input* (daya, waktu dan volume dispersi) (Pohl & Schubert, 2004).

Agregat-agregat yang telah pecah akibat sonikasi dapat bergabung kembali menjadi suatu partikel besar dan kemudian mengendap di dasar wadah. Oleh karena itu, dispersi tersebut perlu penstabil untuk mencegah terjadinya reagregasi.



[Sumber gambar: Lam et.al.(2008)]

Gambar 4.10 Interaksi PEG dengan permukaan TiO_2 .

Pada penelitian ini kestabilan dispersi dilakukan melalui tiga mekanisme, yaitu sterik, elektrostatis, dan gabungan keduanya yaitu elektrosterik. Mekanisme elektrostatis diamati dengan melakukan variasi pH dan mekanisme sterik

dilakukan dengan penambahan PEG (*polyethylene glycol*) 1000 pada dispersi TiO_2 . PEG 1000, suatu polimer yang memiliki berat molekul 1000 g/mol ini, dapat teradsorpsi pada permukaan TiO_2 . Kemudian dilakukan juga gabungan kedua mekanisme sterik dan elektrostatis dengan melakukan variasi pH pada dispersi TiO_2 dalam larutan PEG 1000.

Kestabilan diamati berdasarkan perubahan kekeruhan dispersi setelah didiamkan selama 24 jam. Kekeruhan dideteksi sebagai absorbansi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 860 nm dengan menggunakan air sebagai blanko. Nilai absorbansi yang terukur sebanding dengan jumlah partikel per volume dispersi, sehingga dapat dilihat kestabilan dispersi partikel dalam air.

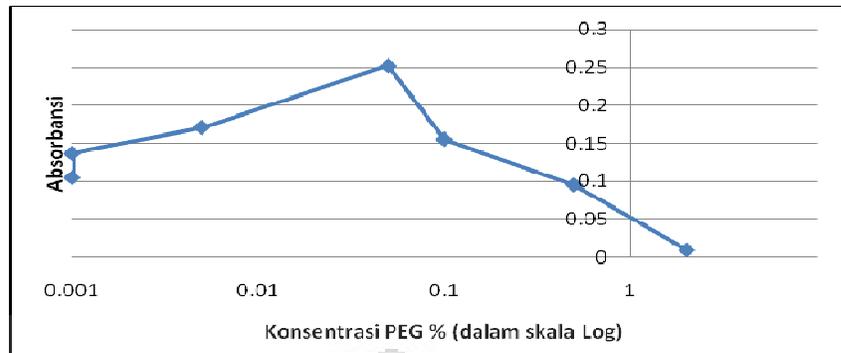
4.3.1 Dispersi TiO_2 dengan Mekanisme Stabilisasi Sterik

Dispersi TiO_2 dengan mekanisme stabilisasi sterik diamati berdasarkan variasi konsentrasi PEG 1000. Variasi konsentrasi PEG 1000 yang digunakan adalah 0,001%, 0,005%, 0,05%, 0,1%, 0,5% dan 2%. Gambar 4.11 memperlihatkan hasil dispersi TiO_2 berdasarkan variasi konsentrasi PEG 1000. Setelah proses sonikasi ($t=0$), seluruh TiO_2 terdispersi sempurna dan memiliki kekeruhan yang sama. Setelah didiamkan selama 24 jam, terlihat perubahan kekeruhan pada dispersi-dispersi tersebut.



Keterangan: Dari kiri ke kanan: 0,001%; 0,005%; 0,05%; 0,1%; 0,5% dan 2% pada (a) $t=0$ jam dan (b) $t=24$ jam.

Gambar 4.11 Dispersi TiO_2 berdasarkan variasi konsentrasi PEG 1000

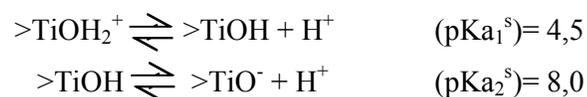


Gambar 4.12 Kurva absorbansi dispersi terhadap variasi konsentrasi PEG 1000 setelah 24 jam

Pada Gambar 4.12 jika dilihat secara visual, dispersi TiO_2 tanpa PEG; 0,001%; 0,005% dan 0,05% terlihat sama keruh. Akan tetapi, ternyata hasil pengukuran absorbansinya menunjukkan bahwa kekeruhan dispersi meningkat, dengan urutan kekeruhan dispersi PEG 1000 0,05% > 0,005% > 0,001% > tanpa PEG. Hal ini menunjukkan bahwa keberadaan PEG 1000 meningkatkan kestabilan dispersi TiO_2 . Dispersi TiO_2 yang paling keruh dicapai ketika konsentrasi PEG 1000 pada 0,05%. Hal ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi PEG 1000 0,05% dicapai kestabilan dispersi yang paling optimum. Sedangkan pada konsentrasi PEG 1000 lebih besar dari 0,05% terlihat penurunan kekeruhan. Penurunan kekeruhan yang drastis terlihat pada dispersi dengan konsentrasi PEG 1000 2%. Hal ini terjadi akibat pada konsentrasi PEG yang tinggi, PEG akan membentuk makromolekul sehingga sulit untuk teradsorpsi di permukaan TiO_2 .

4.3.2 Dispersi TiO_2 dengan Mekanisme Stabilisasi Elektrostatik

Dispersi TiO_2 dengan mekanisme stabilisasi elektrostatik diamati berdasarkan variasi pH. TiO_2 ketika kontak dengan media aqueous akan bersifat amfoter. Pada prinsipnya sifat permukaan yang amfoter diakibatkan adanya gugus “titanol”, yang didenotasikan $>\text{TiOH}$. Gugus hidroksil pada permukaan TiO_2 diketahui memiliki kesetimbangan asam-basa sebagai berikut (Dianlu, 2004):



Konstanta keasaman permukaan diketahui sebagai $pK_{a1}^s = 4,5$ dan $pK_{a2}^s = 8,0$, dimana menghasilkan p.z.c = 6,25.

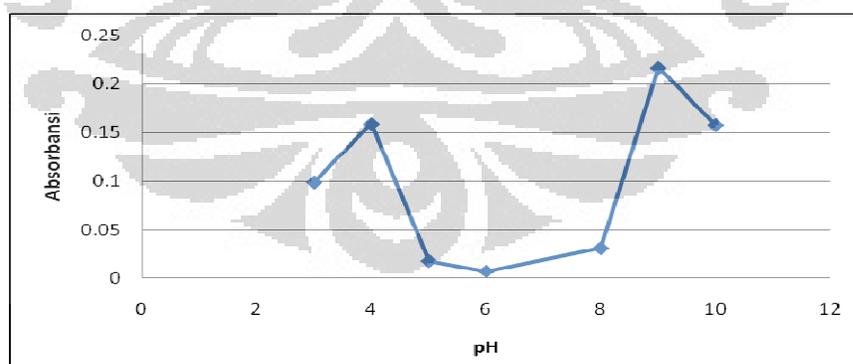
Variasi pH dispersi bertujuan untuk mengamati mekanisme stabilisasi elektrostatik yang dikatakan oleh Guozhong (2003) bahwa pada sistem oksida, ion-ion penentu adalah gugus-gugus proton dan hidroksil dan konsentrasinya dinyatakan dengan pH ($pH = -\log [H^+]$).

Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan CH_3COOH untuk kisaran pH asam (pH 3, 4, 5 dan 6) dan penambahan NH_4OH untuk kisaran pH basa (pH 8, 9 dan 10). Medium pendispersi yang digunakan adalah aquademin yang memiliki pH sekitar 8.



Keterangan: Dari kiri ke kanan: 3, 4, 5, 6, 8, 9 dan 10 pada (a) $t=0$ jam dan (b) $t=24$ jam.

Gambar 4.13 Dispersi TiO_2 berdasarkan variasi pH



Gambar 4.14 Kurva absorbansi dispersi terhadap variasi pH setelah 24 jam

Dapat terlihat pada Gambar 4.13 bahwa sama seperti variasi dispersi sebelumnya, pada awal pendispersian setiap dispersi memiliki kekeruhan yang

sama. Ketika didiamkan selama 24 jam, terlihat perubahan kekeruhan pada setiap dispersi.

Secara visual, pada dispersi dengan pH 5 dan 6 merupakan dispersi dengan kekeruhan yang paling rendah. Sedangkan jika dilihat absorbansinya kekeruhan paling rendah dicapai pada pH 6. Hal ini terjadi karena pada pH tersebut merupakan pH yang mendekati p.z.c pada permukaan TiO_2 . Pada $\text{pH} = \text{p.z.c}$, permukaan TiO_2 tidak bermuatan/ muatan = 0 sehingga tidak ada gaya tolak menolak antarpartikel dan mengakibatkan partikel segera menempel satu sama lain membentuk aglomerat dan mengendap di dasar wadah. Sedangkan semakin kecil atau besar nilai pH, gugus-gugus proton dan hidroksil bertambah, dispersi semakin keruh yang menunjukkan kestabilan dispersi bertambah.

Akan tetapi terjadi penurunan kekeruhan pada pH 3 dan pH 10 akibat adanya flokulasi partikel. Hal ini terjadi karena ketika jumlah ion (H^+ dan OH^-) dalam larutan terlalu banyak akan mengakibatkan lapisan rangkap listrik pada pH tersebut terkompresi dan mereduksi gaya tolakan antar partikel sehingga menghasilkan flokulasi partikel (Guo *et.al.* 2002). Sehingga dispersi paling keruh dicapai pada pH 9.

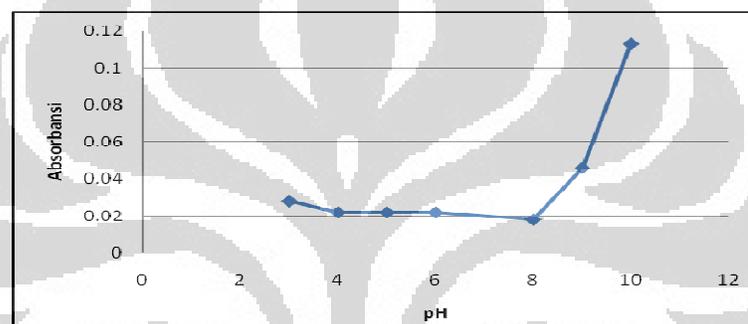
4.3.3 Dispersi TiO_2 dengan Mekanisme Stabilisasi Elektrosterik

Dispersi TiO_2 dengan mekanisme stabilisasi elektrosterik dilakukan dalam larutan PEG 1000 2% dengan variasi pH. Konsentrasi larutan PEG 1000 yang digunakan sebagai medium pendispersi yang digunakan adalah 2% dan pada pH 3, 4, 5, 6, 8, 9 dan 10. Konsentrasi ini dipilih karena pada variasi konsentrasi PEG 1000 sebelumnya terlihat bahwa pada PEG 1000 2% mulai terjadi penurunan terhadap kekeruhan dispersi. Sehingga ingin dilihat apakah hal yang sama juga terjadi pada berbagai pH.



Keterangan: Dari kiri ke kanan: 3, 4, 5, 6, 8, 9 dan 10 pada (a) $t=0$ jam dan (b) $t=24$ jam.

Gambar 4.15 Dispersi TiO_2 dalam larutan PEG 1000 2% berdasarkan variasi pH.



Gambar 4.16 Kurva absorbansi dispersi PEG 1000 2% terhadap variasi pH setelah 24 jam

Dari hasil pengamatan yang tersaji pada Gambar 4.15, bahwa dari awal pendispersian, TiO_2 dapat didispersikan dengan baik. Sedangkan setelah 24 jam, hampir semua dispersi menjadi bening kecuali pada pH 9 dan 10. Hal ini terjadi akibat pada pH ini mendekati dengan nilai p.z.c pada permukaan TiO_2 . Dispersi yang paling keruh dicapai pada saat pH larutan diatur menjadi 10.

Hasil dispersi dengan variasi pH menunjukkan bahwa p.z.c TiO_2 hasil sintesis terletak di antara pH 5-6, dan kestabilan terbaik dicapai pada larutan pH 9. Kemudian pada dispersi dengan variasi konsentrasi PEG 1000 mencapai kestabilan terbaik dengan konsentrasi PEG 1000 sebesar 0,05%. Dari kedua kestabilan terbaik berdasarkan mekanisme sterik dan elektrostatis, dapat disimpulkan bahwa mekanisme sterik lebih baik. Hal ini dapat dilihat pada kondisi optimum variasi pH dan konsentrasi PEG, absorbansi pada larutan PEG 0,05% lebih tinggi dibandingkan dengan pada pH 9.

Dapat dilihat dari hasil dispersi di atas bahwa semakin jauh pH larutan dari p.z.c permukaan TiO_2 , maka kestabilan dispersi akan bertambah. Katherine, Guzman, Finnegan, dan Banfield (2006) menyatakan bahwa “pada pH yang jauh dari p.z.c, diharapkan partikel memiliki lapisan rangkap bermuatan dengan gaya tolak menolak yang kuat”.

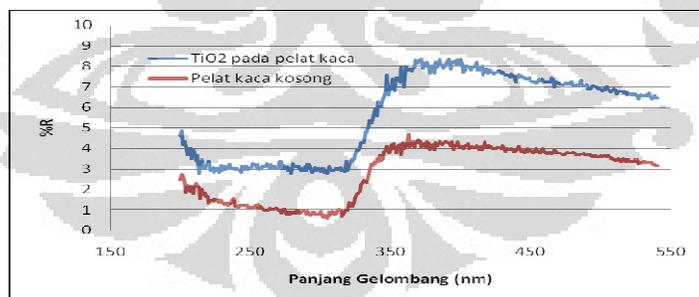
4.4 Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik TiO_2

Pada penelitian ini dilakukan evaluasi aktivitas fotokatalitik TiO_2 terhadap suatu zat warna organik yang umum digunakan pada industri yaitu *Methylene blue*.

Sebelum dilakukan uji aktivitas fotokatalitik terhadap *Methylene blue*, dilakukan pembuatan kurva standar untuk mengetahui hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi larutan.

4.4.1 Immobilisasi TiO_2 pada Pelat Kaca

TiO_2 hasil sintesis yang digunakan untuk dilapiskan ke pelat kaca adalah TiO_2 hasil *ball milling*. Pelapisan TiO_2 pada pelat kaca menggunakan koloid 0,1% TiO_2 . Pelapisan dilakukan dengan cara *spraying*. Koloid TiO_2 di-*spray* menggunakan pompa dengan posisi sekitar 15-20 cm dari pelat kaca.



Gambar 4.17 Spektrum reflektan TiO_2 pada pelat kaca.

Untuk membuktikan ada tidaknya TiO_2 yang terimobilisasi pada pelat kaca, dilakukan pengukuran reflektan pada pelat kaca dengan TiO_2 dan tanpa TiO_2 . Gambar 4.17 memperlihatkan spektrum reflektan TiO_2 pada pelat kaca. Gambar tersebut menunjukkan adanya perbedaan reflektan pada pelat kaca yang

dilapisi TiO_2 dengan yang tidak. Dari spektrum tersebut juga dapat diketahui bahwa yang terlapisi pada pelat kaca adalah TiO_2 karena terjadi kenaikan nilai reflektan pada panjang gelombang 300 nm – 400 nm.

Perbedaan nilai reflektan pada pelat kaca kosong dengan pelat kaca yang terlapisi TiO_2 tidak terlalu jauh. Hal ini disebabkan karena lapisan TiO_2 yang terlapisi terlalu tipis. Banyaknya TiO_2 yang terlapisi pada pelat kaca dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Massa TiO_2 yang Terlapisi pada Pelat Kaca

Pelat Kaca	1	2
Massa pelat kaca	4,4805 g	5,1076 g
Massa pelat kaca + TiO_2	4,4808 g	5,1080 g
Massa TiO_2	0,0003 g	0,0004 g

Dari Tabel 4.4 terlihat bahwa massa TiO_2 yang terlapisi pada pelat kaca hanya 0,3 mg pada pelat kaca 1 dan 0,4 mg pada pelat kaca 2. Pelapisan dengan cara *spray* dilakukan empat kali. Setiap pelapisan dilakukan pengeringan dalam oven dengan suhu 110°C kemudian didinginkan dan ditimbang. Hasil penimbangan setiap pelapisan dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Massa TiO_2 yang Terlapisi pada Pelat Kaca Setiap Pelapisan

Pelapisan	Massa pelat kaca 1	Massa TiO_2	Massa pelat kaca 2	Massa TiO_2
0	4,4805	0	5,1076	0
1	4,4808	0,0003	5,1078	0,0002
2	4,4809	0,0004	5,1076	0
3	4,4806	0,0001	5,1078	0,0002
4	4,4808	0,0003	5,1080	0,0004

Dari data tersebut terlihat bahwa pada setiap pelapisan, massa TiO_2 yang terlapisi tidak selalu bertambah. Hal ini terjadi karena TiO_2 yang telah terlapisi pada pelapisan sebelumnya ada yang terlepas akibat tekanan yang dihasilkan pada saat *spraying*.

4.4.2 Degradasi *Methylene Blue* dengan TiO_2 Hasil Sintesis

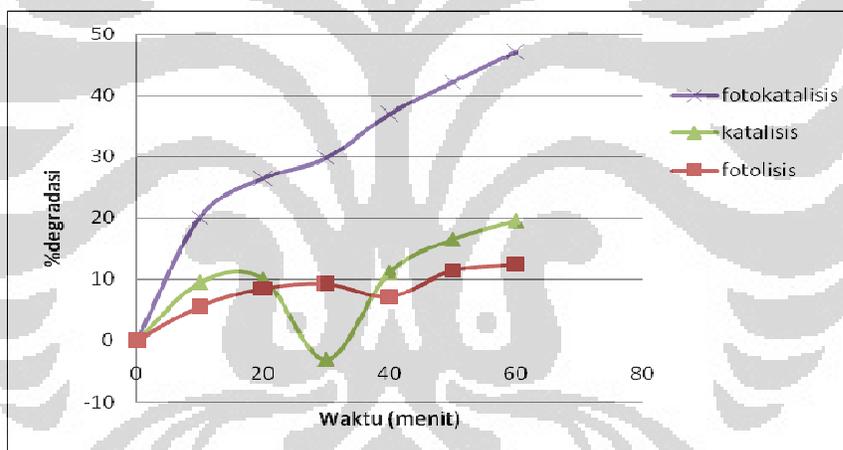
Untuk evaluasi aktivitas fotokatalisis TiO_2 yang telah diimobilisasi di pelat kaca dimasukkan ke dalam larutan *Methylene Blue* dan diiradiasi dengan sinar UV sambil diaduk. Pengujian dilakukan dengan tiga kondisi yang berbeda, yaitu:

Fotolisis : *Methylene blue* tanpa TiO_2 , lampu UV black light menyala.

Katalisis : *Methylene blue* dengan TiO_2 , lampu UV black light tidak menyala.

Fotokatalisis: *Methylene blue* dengan TiO_2 , lampu UV black light menyala.

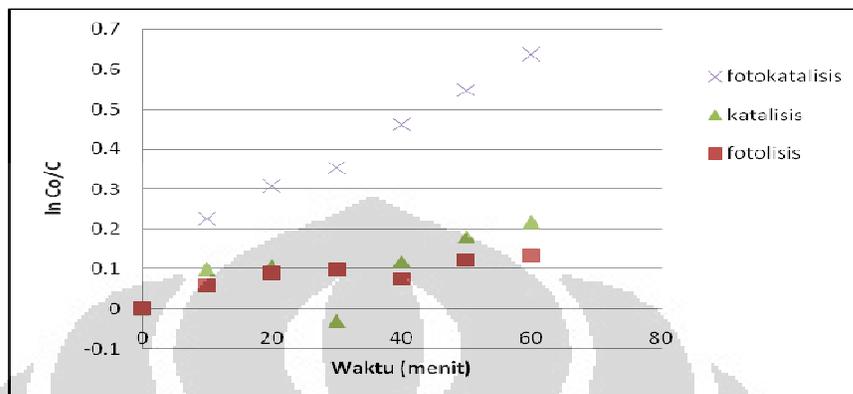
Radiasi dengan lampu UV dilakukan selama 60 menit dan diukur absorbansi larutan *Methylene blue* setiap interval waktu 10 menit. Absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang maksimum larutan *Methylene blue* yaitu 665 nm.



Gambar 4.18 Persen degradasi *Methylene Blue* terhadap waktu

Pada Gambar 4.18 menunjukkan persen degradasi *Methylene blue* terhadap waktu. Persen degradasi didasarkan pada pengurangan nilai absorbansi larutan *methylene blue*. Dari hasil pengamatan, persen degradasi maksimum dicapai pada kondisi fotokatalisis setelah 60 menit yaitu sekitar 47%. Sedangkan pada kondisi katalisis dan fotolisis persen degradasi maksimum hanya sekitar 20% dan 12%. Pada kondisi katalisis, terjadi adanya penurunan persen degradasi pada saat 30 menit. Hal ini terjadi karena pada kondisi katalisis terjadi absorpsi *methylene blue* di permukaan TiO_2 . Kemudian setelah 30 menit, terjadi proses

desorpsi *methylene blue* kembali ke larutan dan menambah absorbansi larutan yang terukur.



Gambar 4.19 Grafik Ln Co/C terhadap waktu

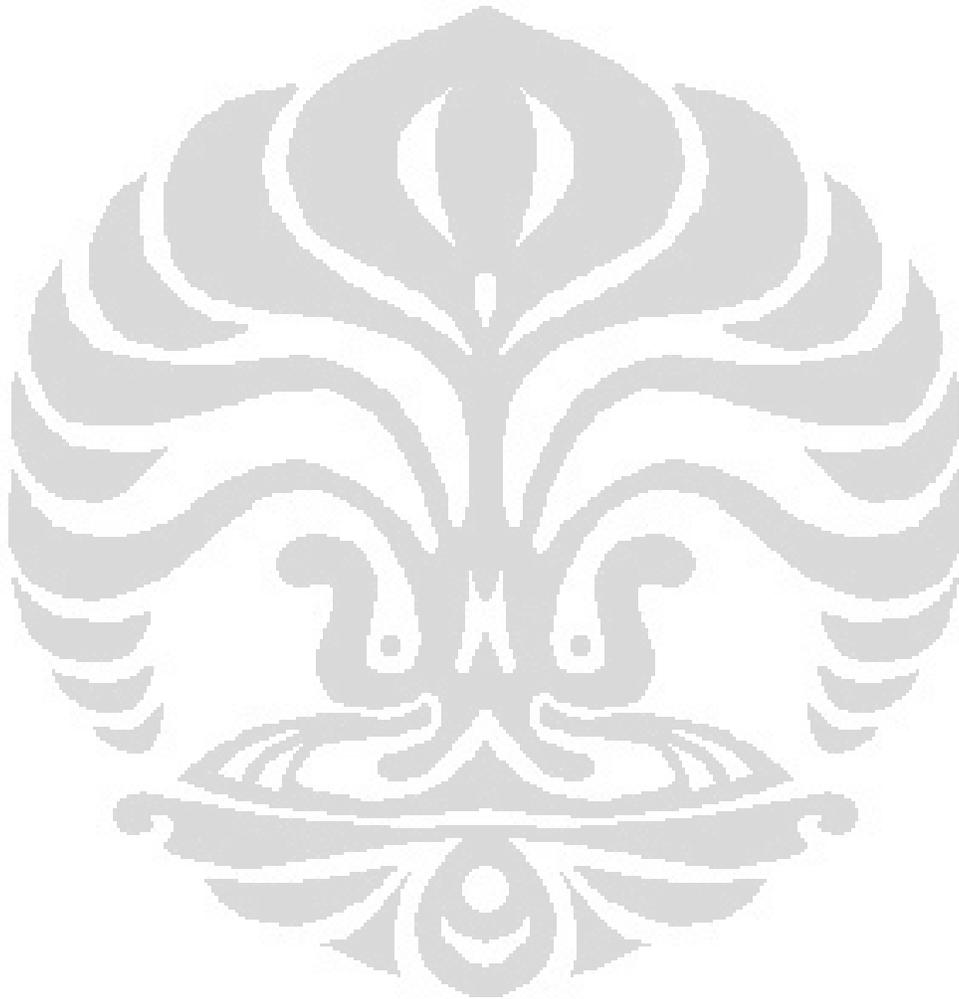
Gambar 4.19 menunjukkan hubungan $\ln Co/C$ terhadap waktu. Grafik tersebut menunjukkan bahwa kurva pada kondisi fotokatalisis berupa garis linier dengan nilai $R^2 = 0,962$ yang berarti mengikuti persamaan Langmuir-Hinshelwood di mana $\ln Co/C = kt$, nilai $k = K$ dan laju reaksi akan mengikuti *pseudo* orde pertama.

Tabel 4.6 Persamaan regresi linier untuk ketiga percobaan

variabel	persamaan regresi $\ln Co/C$	R^2	K
fotolisis	$y = 1,84 \cdot 10^{-3}x + 0.027$	0.794	$1,84 \cdot 10^{-3}$
katalisis	$y = 2,69 \cdot 10^{-3}x + 0.103$	0.512	$2,69 \cdot 10^{-3}$
fotokatalisis	$y = 9,68 \cdot 10^{-3}x + 0.071$	0.962	$9,68 \cdot 10^{-3}$

Tabel 4.6 memperlihatkan persamaan regresi linier dan konstanta laju untuk ketiga kondisi percobaan. Dari tabel tersebut terlihat konstanta laju degradasi *methylene blue* terbesar dicapai pada kondisi fotokatalisis yaitu sebesar $9,68 \cdot 10^{-3}$. Sedangkan konstanta laju pada kondisi katalisis jauh lebih kecil dibandingkan pada kondisi fotokatalisis yaitu sebesar $2,69 \cdot 10^{-3}$. Dan konstanta laju terkecil yaitu sebesar $1,84 \cdot 10^{-3}$ pada kondisi fotolisis.

Hasil pengamatan menunjukkan bahwa TiO_2 hasil sintesis dapat diimmobilisasi pada pelat kaca dengan teknik *spraying*. Meskipun jumlah TiO_2 yang menempel pada pelat kaca hanya sedikit, akan tetapi terbukti dapat mendegradasi larutan *methylene blue* hingga 47%. Proses fotokatalitik TiO_2 terhadap larutan *Methylene Blue* mengikuti persamaan Langmuir-Hinshelwood dan memiliki konstanta Langmuir sebesar $9,68 \cdot 10^{-3} \text{ menit}^{-1}$.



BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. TiO₂ hasil sintesis hidrotermal merupakan suatu kristal anatase berukuran (*crystallite size*) 10 nm dengan energi celah sebesar 3,33 eV, sedangkan TiO₂ kalsinasi terdiri dari kristal fase anatase berukuran 11 nm dan fase rutil berukuran 12 nm dengan energi celah sebesar 3,29 eV.
2. TiO₂ hasil sintesis kalsinasi memiliki distribusi ukuran yang lebih besar (0,57 μm – 1,51 μm dan 31,32 μm – 170,28 μm) dibandingkan dengan TiO₂ hidrotermal (0,72 μm – 1,47 μm dan 15,30 μm – 111,09 μm), setelah dilakukan proses *ball milling* ukuran partikel tereduksi hingga 0,55 μm – 9,90 μm.
3. Proses kalsinasi menunjukkan adanya pertumbuhan inti dan menginduksi transformasi fase kristal, selain itu juga mengakibatkan pembentukan agregat-agregat partikel dengan interaksi yang kuat.
4. Kestabilan dispersi TiO₂ optimum dengan mekanisme sterik dicapai pada konsentrasi PEG 1000 0,05%, sedangkan berdasarkan mekanisme elektrostatik didapatkan kestabilan optimum pada pH 9.
5. Mekanisme kestabilan yang lebih baik dicapai dengan mekanisme kestabilan sterik.
6. Degradasi fotokatalitik *Methylene blue* dengan TiO₂ hasil sintesis mengikuti mekanisme Langmuir-Hinshelwood, yaitu reaksi *pseudo* orde pertama dengan nilai konstanta laju reaksinya (*k*) 9,68.10⁻³ menit⁻¹, dan nilai persen degradasi sebesar 47% dalam waktu 60 menit.

5.2 Saran

Perlu dilakukan replikasi percobaan agar dihasilkan data yang memiliki akurasi dan presisi yang tinggi, sehingga diperoleh validitas internal dan eksternal yang baik.

Karakterisasi TEM (*Transmission Electron Microscopy*) perlu dilakukan untuk melihat ukuran partikel TiO_2 sebenarnya dengan lebih jelas.

Selain itu, perlu diteliti lebih lanjut tentang metode stabilisasi yang tepat untuk mencegah pembentukan agregat-agregat agar diperoleh katalis dengan ukuran partikel berskala nano.

Pada observasi kestabilan dispersi perlu dilakukan adanya pengukuran kekeruhan pada waktu di antara 0 sampai 24 jam. Hal ini perlu dilakukan untuk melihat perubahan kekeruhan yang terjadi.



DAFTAR PUSTAKA

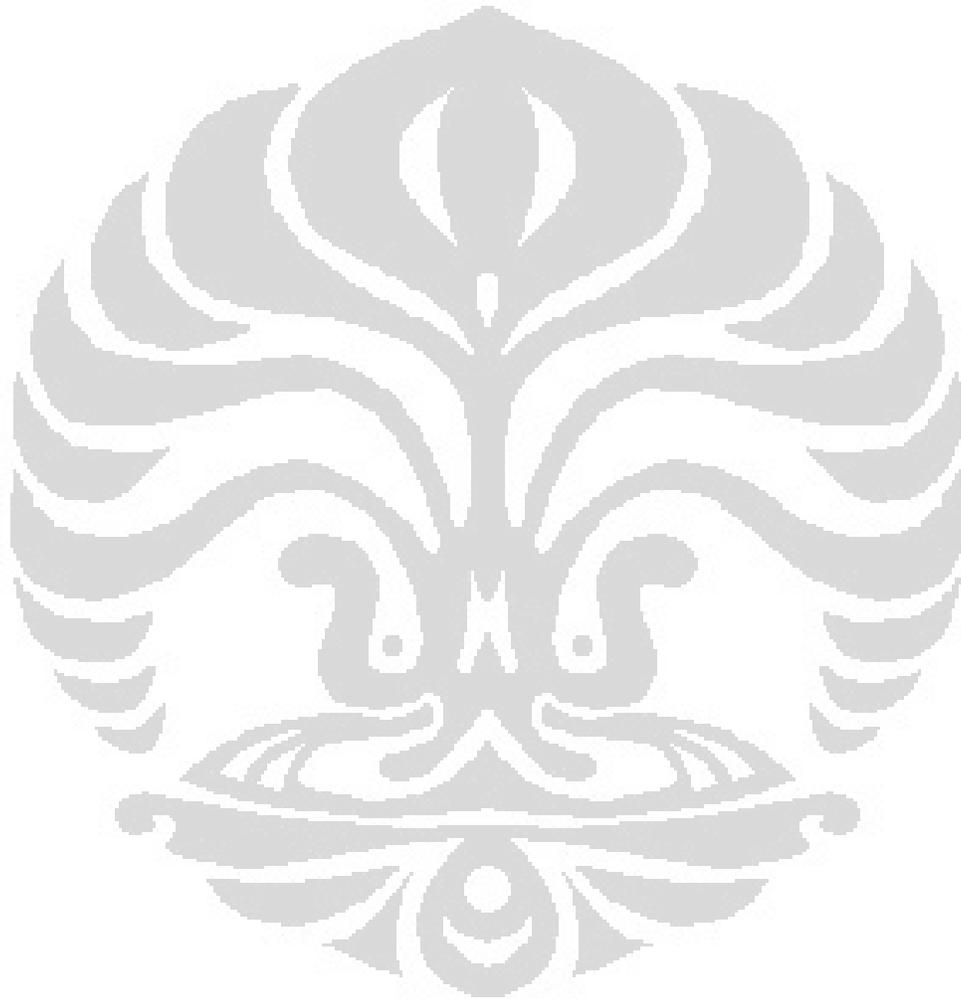
- A. Hagfeldt, M. Grätzel. (1995). *Chem. Rev.* 95, 49.
- A. Katherine et.al. (2006). Influence of Surface Potential on Aggregation and Transport of Titania Nanoparticles, *Environ. Sci. Technol.*, 40, 7688-7693
- B. O'Regan, M. Grätzel, (1991). *Nature* 353 (1991) 737.
- Byrappa, K and Masahiro Yoshimura. (2001). *Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Material Processing*. U.S. of America: Noyes Publications. 719.
- C. J. Brinker and G. W. Scherer, (1990). *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*; Academic Press, New York, p.240.
- D. Bahnemann, A. Henglein and L. Spanhel. (1984). *Faraday Discuss. Chem. Soc.*, 78, 151.
- Dianlu Jiang. (2004). *Studies of Photocatalytic Processes at Nanoporous TiO₂ Film Electrodes by Photoelectrochemical Techniques and Development of a Novel Methodology for Rapid Determination of Chemical Oxygen Demand*. Australia: Griffith University.
- Fujishima, A., Hashimoto, K., & Watanabe, T. (1999). *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*, *BKC, Inc, Japan*.
- Guozhong Cao. (2003). *Nanostructures & Nanomaterials*. London: Imperial College Press
- H. Nishizawa and Y. Aoki (1985). *J. Solid State Chem.* 56, 158
- Hengbo Yin et.al. (2001). Hydrothermal synthesis of nanosized anatase and rutile TiO₂ using amorphous phase TiO₂. *J. Mater. Chem.*, 11, 1694–1703
- Hidayat, Nurul. (2009). *Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida: Uji Aktifitas terhadap Congo Red dan Uji Aplikasi sebagai Pelapis Dinding dalam Ruang Kaca untuk Degradasi Uap Xilena*. Depok: Universitas Indonesia.
- Hoffmann, M.R., et.al. (1995). Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis, *Chem. Rev.* 95, 69-96

- J. Guo, C. Tiu, P. H. T. Uhlherr and T. N. Fang. (2003). Yielding Behaviour of Organically Treated Anatase TiO₂ Suspension. *Korea-Australia Rheology Journal* Vol. 15, No.1, March 2003 pp 9-17.
- K. Iuchi, Y. Ohko, T. Tatsuma, A. Fujishima (2004) *Chem. Mater.* 16 (7) 1165.
- K. Yanagisawa & J. Ovenstone, (1999). *J. Phys, Chem. B*, 103, 7781
- K.L. Chopra, S. Major, D.K. Pandya. (1983). *Thin Solid Films* 102, 1.
- Kormann, C.; Bahnemann, D. W.; Hoffmann, M. R. *Environ. Sci. Technol.* 25, 494.
- Lestari, Dian Novita. (2009). *Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA)*. Depok: Universitas Indonesia.
- Linsebigler, A.L, Guangquan, L. & Yates, J.T. (1995). Photocatalysis on TiO₂ Surface : Principles, Mechanism and Selected Result, *Chem. Rev*, 95, 735-758.
- M. Addamo, M. Bellardita, A.D. Paola, L. Palmisano, (2006). *Chem. Commun.* 47, 4943.
- M. Biancardo, R. Argazzi, C.A. Bignozzi. (2005). *Inorg. Chem.* 44 (26) 9619.
- M. Pohl & H. Schubert. (2004). Dispersion and de-agglomeration of nanoparticles in aqueous solutions, *International Congress for Particle Technology Partec, Nuremberg, Germany*, 16– 18 March 2004.
- M.C. Carotta et.al. (1999). *Sens. Actuators B Chem.* 58, 310.
- Mandzy, N.; Grulke, E.; and T. Druffel. (2005). Breakage of TiO₂ agglomerates in electrostatically stabilized aqueous dispersions. *Powder Technology*, 160, 121 – 126.
- N. Wu, S. Wang, I.A. Rusakova, (1999). *Science* 285, 1375.
- Peng Bing et.al. (2007). Influence of polymer dispersants on dispersion stability of nano-TiO₂ aqueous suspension and its application in inner wall latex paint. *J. Cent. South Univ. Technol*, 04–0490–06
- Pike Technologies. (2009). *Diffuse Reflectance – Theory and Applications*.
- Ping Wang et.al. (2007). A facile solution-phase synthesis of high quality water-soluble anatase TiO₂ nanocrystals, *Journal of Colloid and Interface Science* 314, 337–340

- R.K. Sharma, M.C. Bhatnagar, G.L. Sharma. (1998). *Sens. Actuators B Chem.* 46, 194.
- S. Nakade et.al. (2002). *J. Phys. Chem. B* 106, 10004.
- S. Sakthivel, H. Kisch, Angew. (2003). *Chem. Int. Ed.* 42, 4908.
- S.W. Lam, W.Y. Gan, K. Chiang, & R. Amal. (2008). TiO₂ Semiconductor – A Smart Self-Cleaning Material. *Journal of the Australian Ceramic Society* Volume 44[2], 2008, 6-11.
- Sayilkan, Funda et.al. (2007). Hydrothermal Synthesis, Characterization and Photocatalytic Activity of Nanosized TiO₂ Based Catalysts for Rhodamine B Degradation. *Turk J Chem* 31, 211 – 221.
- Serpone, N.; Pelizzetti, E. (1989). *Photocatalysis, Fundamental and Application*. New York, Brisbane: John Wiley & Sons
- Seung Yong Chae, et.al. (2003). Preparation of Size-Controlled TiO₂ nanoparticles and Derivation of Optically Transparent Photocatalytic Films, *Chem. Mater*, 15, 3326-3331
- Shqau, K. (2005). *Electrosteric Dispersant Used in Colloidal Processing of Ceramics*. USA: The Ohio State University.
- Supphasrironjaroen, Piyawat., et.al. (2008). Dependence of Quenching Process on the Photocatalytic Activity of Solvothermal-Derived TiO₂ with Various Crystallite Sizes, *Ind. Eng. Chem. Res.* 47, 693-697
- Terzian, R & Serpon, (1998). Heterogeneous Photocatalyzed Oxidation of Cresote component : mineralization of Xylenols by illuminated TiO₂ in Oxygenated Aqueous Media, *J Photochem, Photobiol, A: Chemistry*, 89, 163-175
- Wahi, Rajeev K. et.al. (2005). Photodegradation of Congo Red catalyzed by nanosized TiO₂, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 242, 48–56
- Y. Bessekhoud, D. Robert and J.W. Veber. (2003). *J. Photochem. Photobiol. A: Chemistry*, 157, 47
- Y. Chen, K. Wang and L. Lou. (2004) *J. Photochem. Photobiol. A: Chemistry* 163, 281.
- Y. Zhu, J. Shi, Z. Zhang, C. Zhang, X. Zhang (2002). *Anal. Chem.* 74, 120.
- Y.Q. Zheng, E. W. Shi, S. X. Cui, et al. (2000). *J. Am. Ceram. Soc.*, 83, 2634

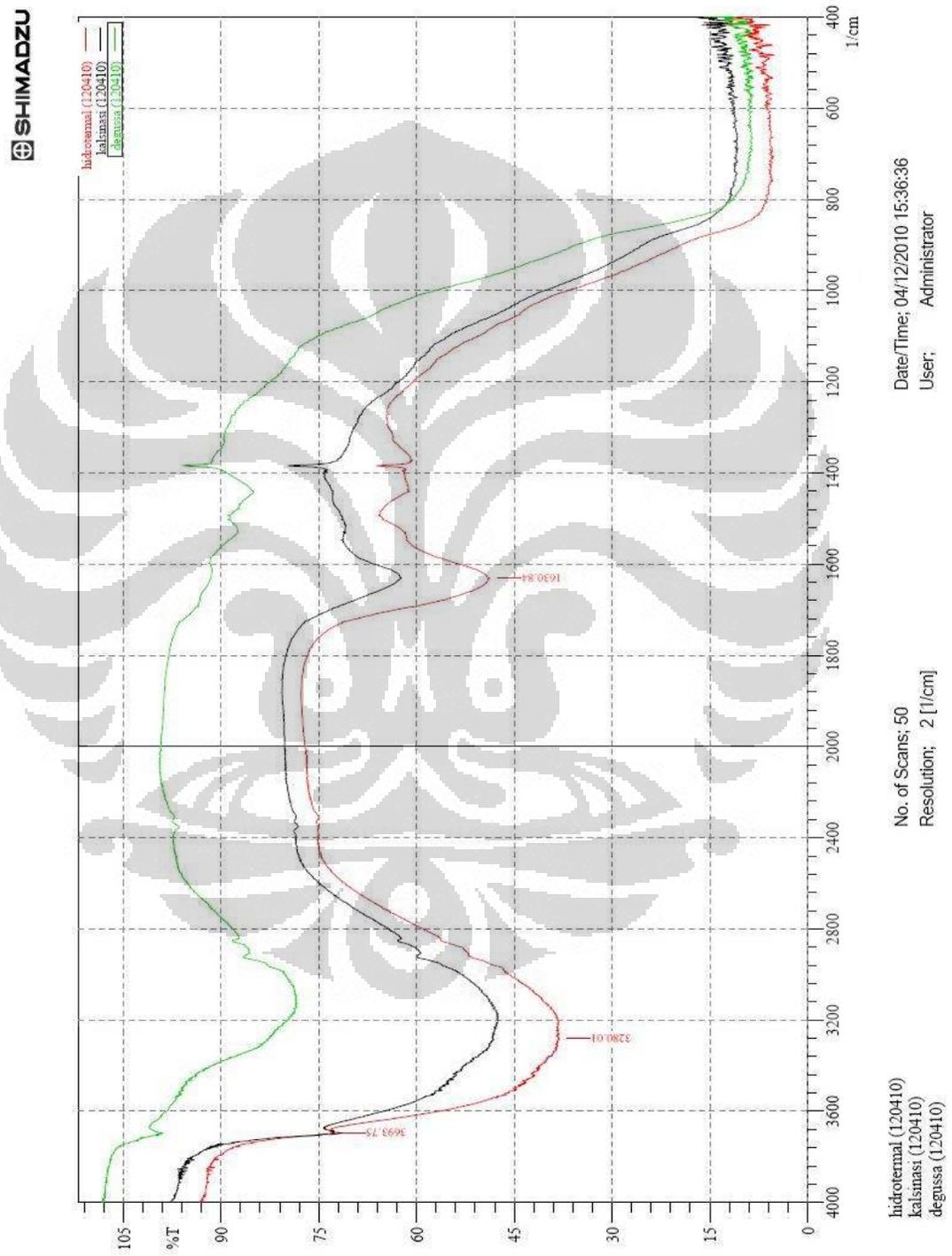
Yulizar, Yoki. (2004). Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel Logam (KSKF IV).
Depok: Universitas Indonesia.

“Photocatalyst.” 29 April 2010. <<http://www.photocatalyst.co.jp/e/toha/toha.htm>>



Lampiran 1

Data Fourier Transform Infra Red Spectrophotometry (FTIR)



Lampiran 2

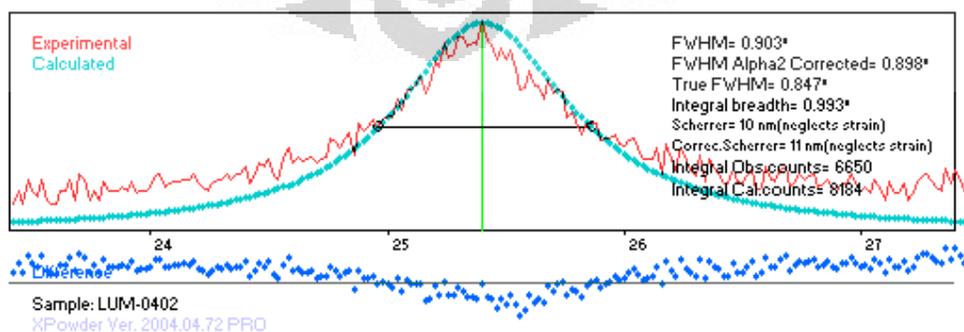
Data XRD untuk TiO₂ Hasil SintesisTabel Nilai d(Å) dari Hasil Pengukuran dan Kartu Interpretasi Data TiO₂

Kartu interpretasi data d (Å)		Pengukuran TiO ₂ sintesis d (Å)		Keterangan	
Anatase	Rutile	Puncak-puncak TiO ₂ Kalsinasi	Puncak-puncak TiO ₂ Hidrotermal	TiO ₂ kalsinasi	TiO ₂ Hidrotermal
3,51	3,25	3,51	3,52	Anatase	Anatase
2,43	2,49	3,24	2,38	Rutile	Anatase
2,38	2,29	2,37	1,90	Anatase	Anatase
2,33	2,19	1,91	1,89	Anatase	Anatase
1,89	2,05	1,89	1,70	Anatase	Anatase
1,70	1,69	1,70	1,67	Anatase	Anatase
1,67	1,62	1,67	1,48	Anatase	Anatase
1,49	1,48	1,48	1,26	Anatase	Anatase
1,48	1,45	1,48	-	Anatase	
1,37	1,42	1,47	-	Rutile	
1,34	1,36	1,35	-	Rutile	
1,26	1,35	1,27	-	Anatase	
1,25	1,30	1,25	-	Anatase	
1,17	1,27	-	-		
1,16	1,24	-	-		

Sumber: Database PCPDFWIN ICDD no. 73-1764, TiO₂ anatase syn, dan no. 78-2485, TiO₂ rutile syn

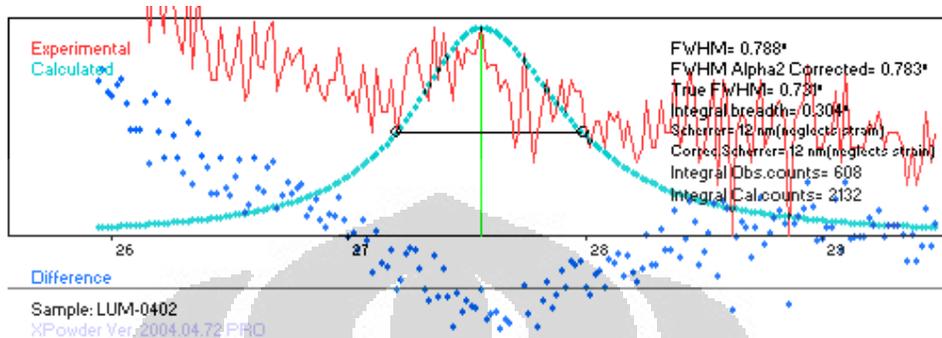
Perhitungan Crystallite Size Menggunakan Software X-Powder TiO₂ kalsinasi

- Puncak anatase $2\theta = 25,3^\circ$



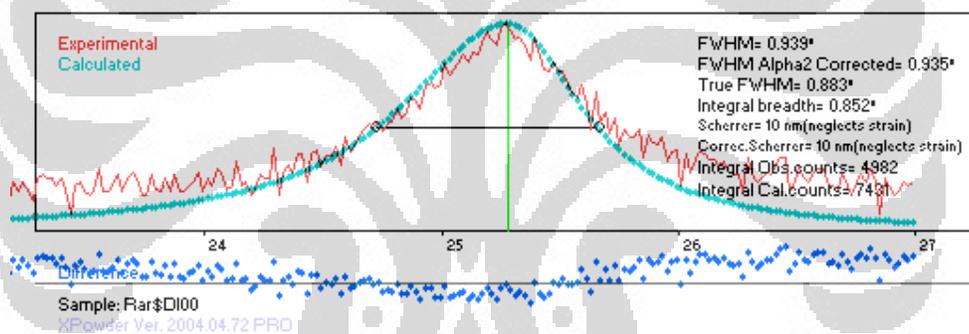
(Lanjutan)

- Puncak Rutile $2\theta = 27,5^\circ$



Perhitungan Crystallite Size Menggunakan Software X-Powder TiO₂ Hidrotermal

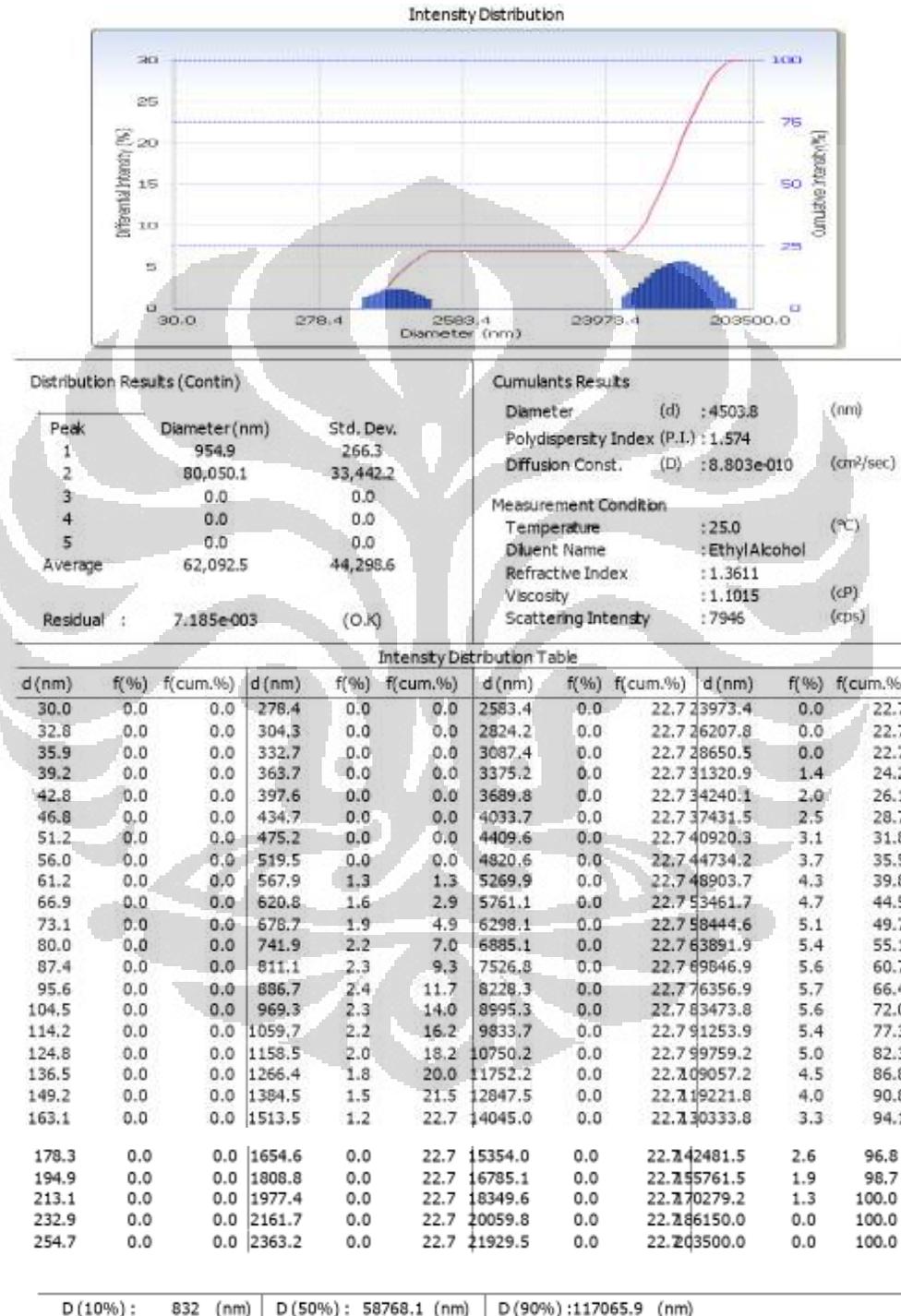
- Puncak Anatase $2\theta = 25,3^\circ$



Lampiran 3

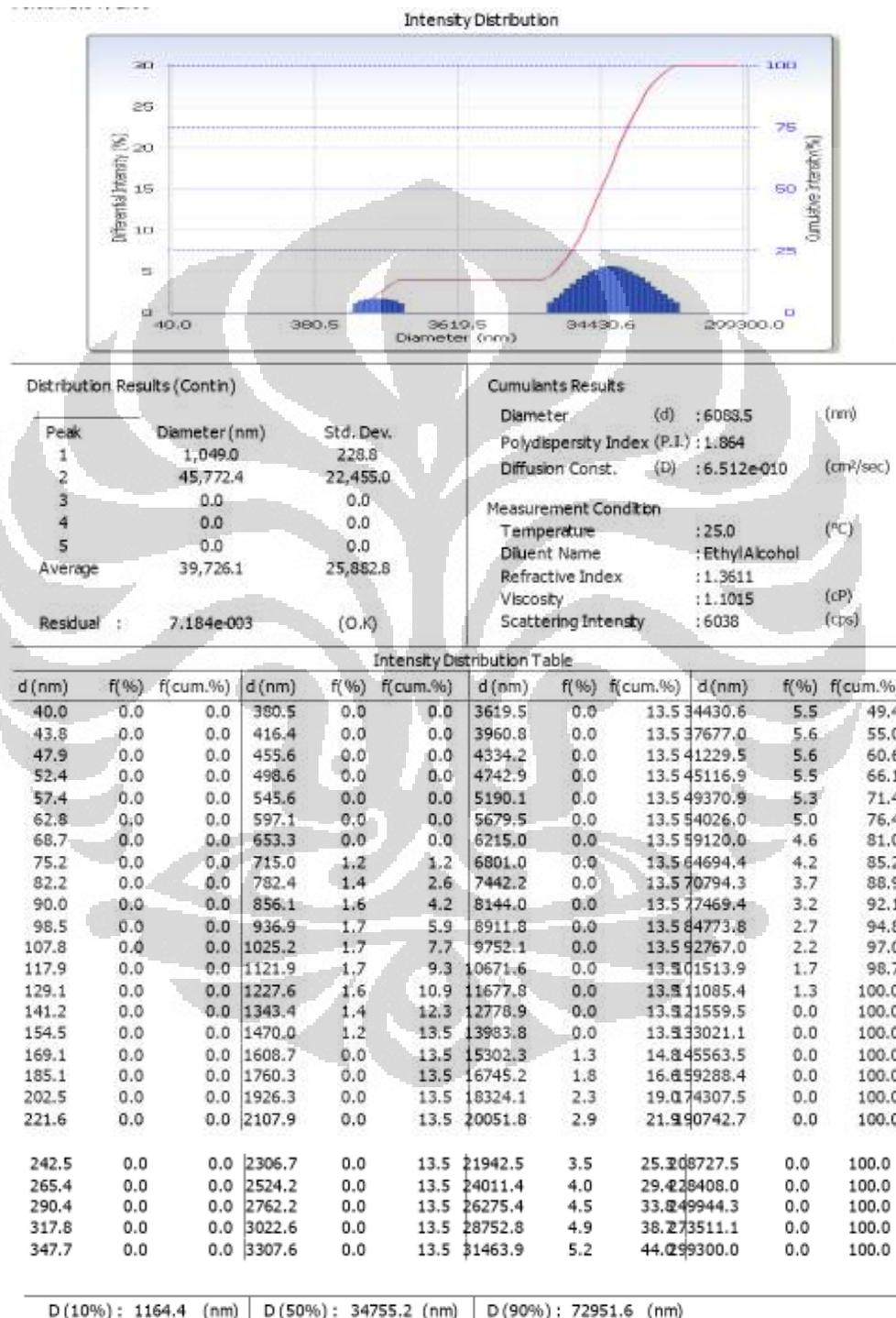
Data Particle Size Analyzer

- TiO₂ Kalsinasi



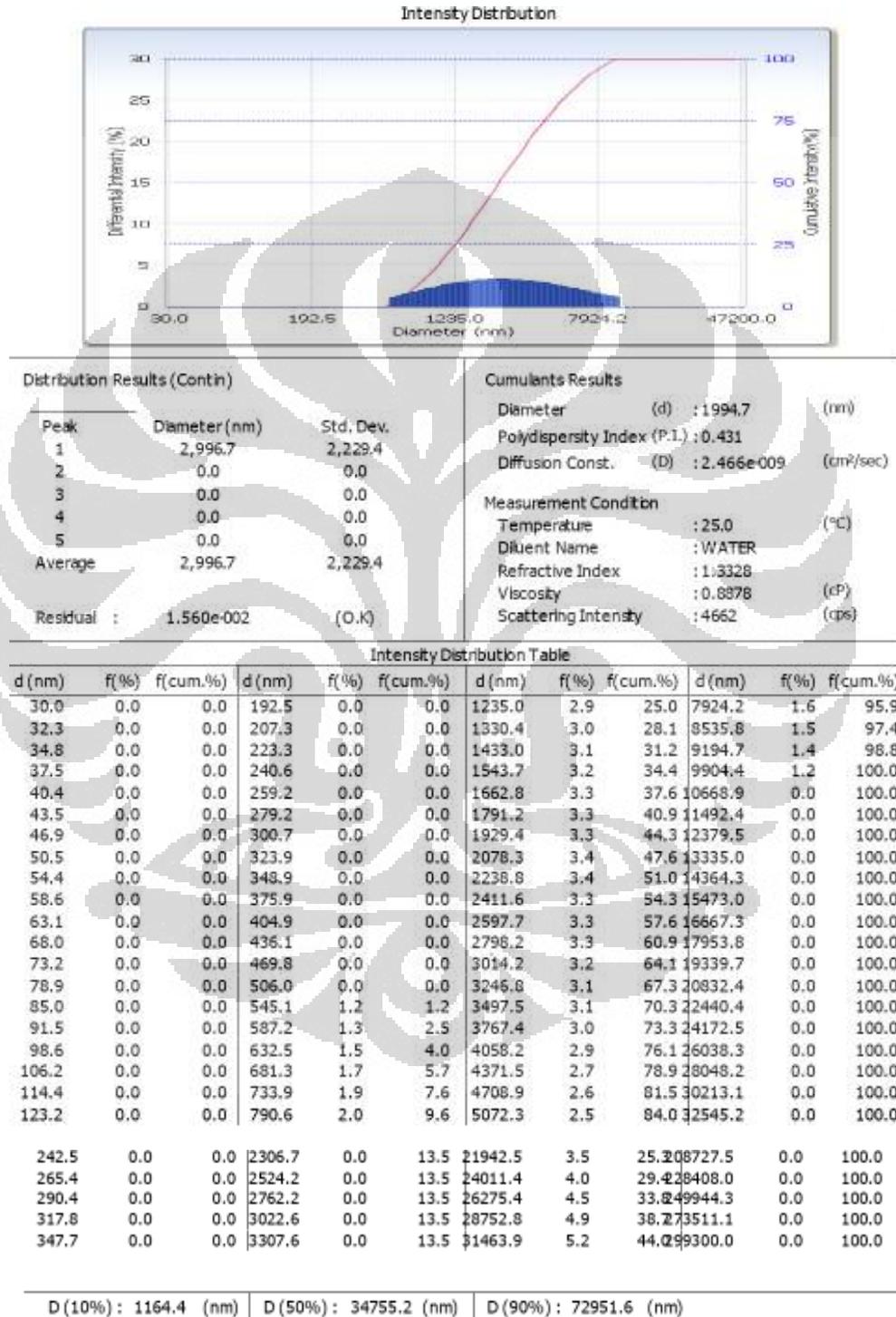
(Lanjutan)

- TiO₂ Hidrotermal



(Lanjutan)

- TiO₂ Hasil *Ball Milling*



Lampiran 4

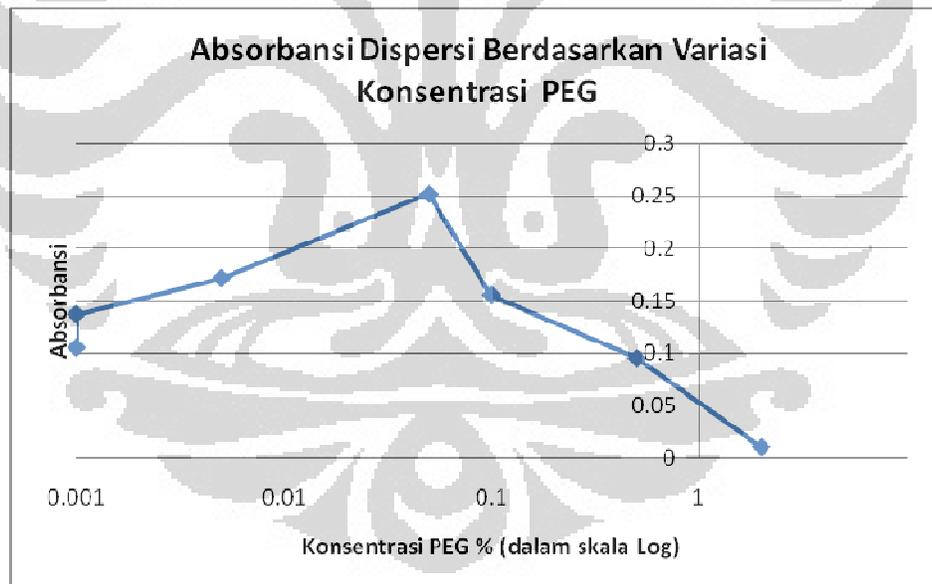
Data Absorbansi Dispersi TiO₂

- Berdasarkan Variasi Konsentrasi PEG 1000

Data Konsentrasi PEG 1000 dan Absorbansi Dispersi setelah 24 jam

PEG (%)	Absorbansi
0	0.105
0.001	0.137
0.005	0.171
0.05	0.252
0.1	0.155
0.5	0.095
2	0.01

Kurva absorbansi dispersi terhadap variasi konsentrasi PEG 1000 setelah 24 jam



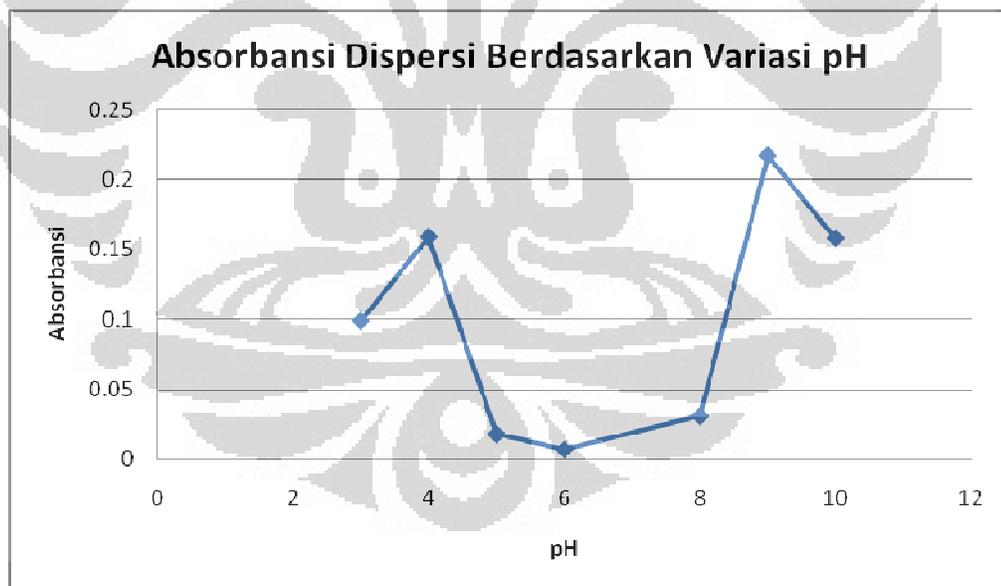
(Lanjutan)

- Berdasarkan Variasi pH

Data Nilai pH dan Absorbansi Dispersi setelah 24 jam

pH	Absorbansi
3	0.099
4	0.159
5	0.018
6	0.007
8	0.031
9	0.217
10	0.158

Kurva absorbansi dispersi terhadap variasi pH setelah 24 jam



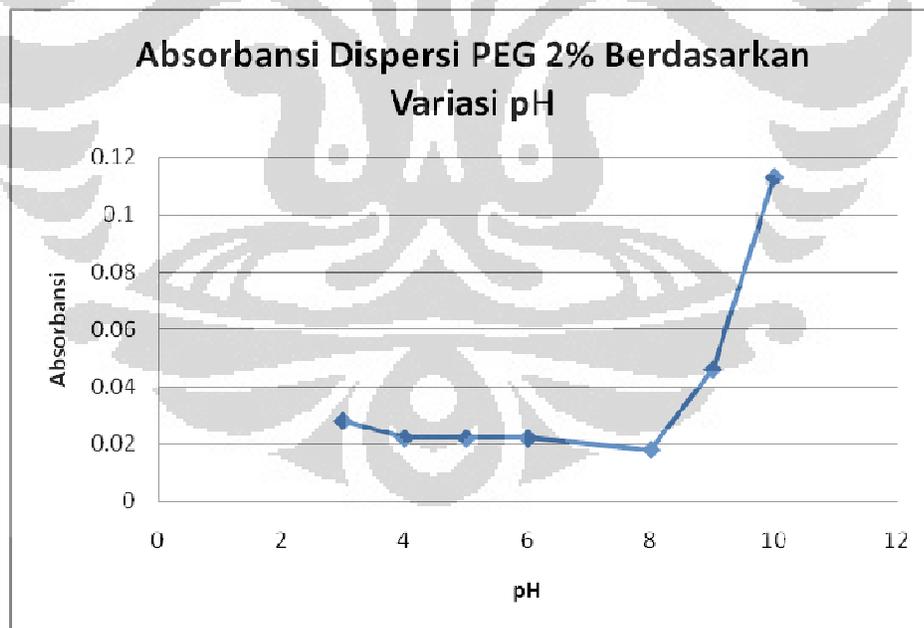
(Lanjutan)

- Data absorbansi dispersi PEG 1000 2% terhadap variasi pH setelah 24 jam

Data Nilai pH dan Absorbansi Dispersi

pH	Absorbansi
3	0.028
4	0.022
5	0.022
6	0.022
8	0.018
9	0.046
10	0.113

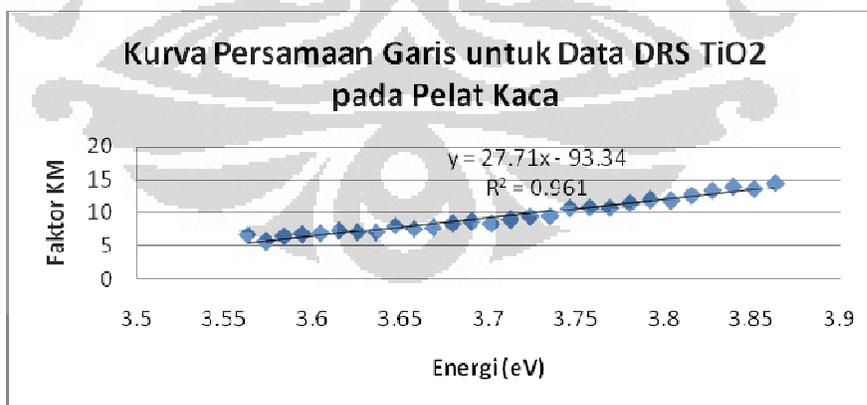
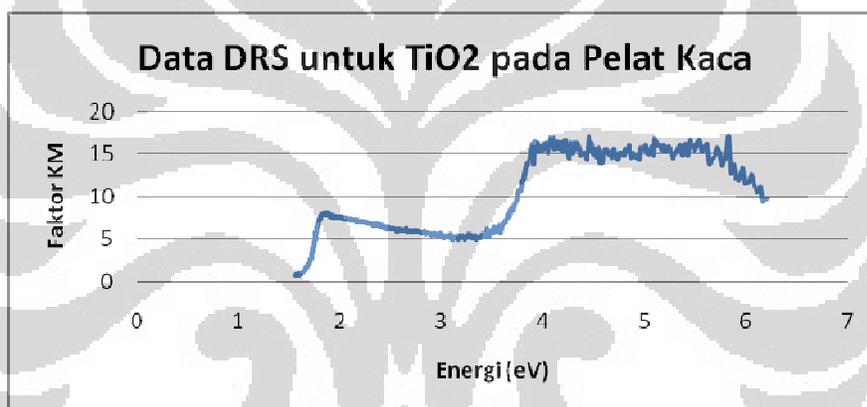
Kurva absorbansi dispersi PEG 1000 2% terhadap variasi pH setelah 24 jam



Lampiran 5

Data Immobilisasi TiO₂ pada Pelat KacaMassa TiO₂ yang Terlapis pada Pelat Kaca Setiap Pelapisan

Pelapisan	Massa pelat kaca 1	Massa TiO ₂	Massa pelat kaca 2	Massa TiO ₂
0	4,4805	0	5,1076	0
1	4,4808	0,0003	5,1078	0,0002
2	4,4809	0,0004	5,1076	0
3	4,4806	0,0001	5,1078	0,0002
4	4,4808	0,0003	5,1080	0,0004

Data DRS untuk TiO₂ yang Telah Terlapis pada Pelat Kaca

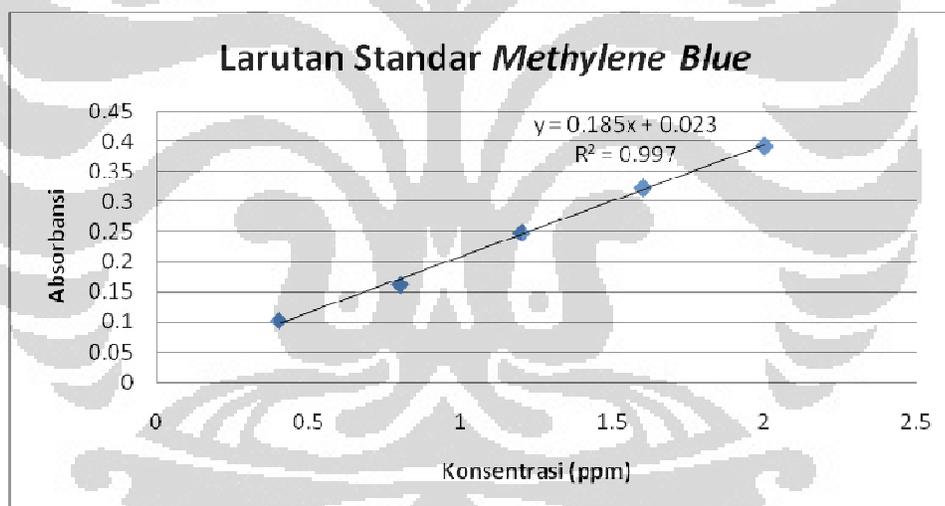
Dari kurva di atas diperoleh persamaan garis $y = 27,71 x - 93,94$. Nilai energy celah (sumbu x) diperoleh saat nilai $y = 0$, yaitu $x = 3,37$. Dengan demikian diketahui bahwa nilai energy celah TiO₂ yang terlapis pada pelat kaca adalah 3,37 eV.

Lampiran 6

Data Evaluasi Aktivitas Fotokatalitik

Data Konsentrasi dan Absorbansi Larutan Standar

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0.4	0.102
0.8	0.162
1.2	0.248
1.6	0.323
2	0.392

Kurva Larutan Standar *Methylene Blue*

(Lanjutan)

Data Konsentrasi Methylene Blue saat Evaluasi Aktivitas Fotokatalisis

waktu (menit)	Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> (ppm)		
	Fotolisis	Katalisis	Fotokatalisis
0	2.03	1.93	1.96
10	1.92	1.75	1.57
20	1.86	1.74	1.44
30	1.84	1.99	1.38
40	1.89	1.71	1.24
50	1.80	1.61	1.14
60	1.78	1.55	1.04

Grafik Konsentrasi *Methylene Blue*