

PREPARASI DAN KARAKTERISASI FILM TiO₂ UNTUK REAKTOR FOTOKATALITIK FILM TiO₂-UV

Gusfiyesi¹

¹Analisis Kimia, Politeknik ATI Padang, Jln. Bungo Pasang Tabing Padang, 25171

*email: gusfiyesi@yahoo.com

Abstrak

Preparasi dan karakterisasi film TiO₂ untuk reaktor fotokatalitik film TiO₂-UV telah dilakukan dalam penelitian ini. Film TiO₂ yang paling optimum didapat saat dipreparasi dari suspensi TiO₂ dan amilum dalam aquabidest dengan perbandingan (4 : 1 : 25) wt.% yang dicoating dengan teknik screen-printing. Karakterisasi untuk sifat-sifat psikokimia dilakukan dengan XRD, TGA/SDTA, pengukuran Brunauer–Emmett–Teller (BET) dan SEM. Permukaan film TiO₂ yang diperoleh cukup merata ditunjukkan dari hasil analisis SEM dengan catalyst loading 0,0225 g/cm² dan ketebalan ± 0,3 μm pada permukaan support keramik.

Kata kunci: fotokatalitik, immobilisasi, film TiO₂

PREPARATION AND CHARACTERIZATIONS TiO₂ FILM FOR PHOTOCATALYTIC REACTOR OF FILM TiO₂-UV

Abstract

Preparation and characterization TiO₂ film for photocatalytic reactor of TiO₂-UV film has been investigated. The TiO₂ suspension was prepared by dispersing anatase TiO₂ powder (GCE) and starch (Merck) in water with a composition (4 : 1 : 25 wt.%). TiO₂ films were synthesized by screen printing technique. The characterization for the physicochemical properties of photocatalysts were carried out by X-ray diffraction analysis (XRD), Thermogravimetric Analysis (TGA) and Simultaneous Difference Thermal Analysis (SDTA), Brunauer–Emmett–Teller measurements (BET) and Scanning Electron Micrograph (SEM). The smooth enough surface TiO₂ film was showed by SEM. Catalyst loading for thin film was 0,0225 g/cm² and the film thickness ± 0,3 μm on ceramic support.

Keywords: photocatalytic, immobilization, TiO₂ film

PENDAHULUAN

Senyawa titania (TiO_2) telah menjadi pusat perhatian banyak peneliti dan secara intensif sudah diaplikasikan sebagai alternatif katalis untuk mendegradasi polutan organik pada air seperti zat warna, hidrokarbon, peptisida, dan mikroba patogen (Znaidi *et al.*, 2001). Pengembangan titania sebagai katalis menjadi topik penelitian yang menarik karena TiO_2 stabil terhadap korosi kimia, inert dan relatif tidak mahal (Hoffman *et al.*, 1995). Dewasa ini titania sudah dipakai sebagai fotokatalis yakni katalis yang makin aktif dengan adanya energi dari cahaya.

Proses fotokatalisis memungkinkan untuk mendegradasi molekul-molekul organik, tanpa penambahan bahan-bahan kimia kecuali fotokatalis (yang paling populer adalah TiO_2) yang dapat diaktifkan oleh sinar UV berenergi rendah. Sinar UV yang digunakan bisa diperoleh dari sinar UV dan sinar matahari.

Untuk aplikasi praktis pada metoda fotokatalisis TiO_2 , fotokatalis TiO_2 biasanya digunakan dalam bentuk film sehingga dapat meningkatkan regenerasi atau siklus pemakaian ulangnya. Banyak metoda digunakan untuk preparasi film TiO_2 dan dapat dikelompokkan menjadi dua kategori utama: Yang pertama, partikel TiO_2 sebelumnya dibentuk secara mekanik atau elektroforetik kemudian didepositkan membentuk lapisan tipis. Cara ini biasanya butuh perlakuan akhir secara termal untuk memperoleh sifat mekanik dan listrik yang diinginkan. Kedua, film TiO_2 dapat dibuat dengan proses fisika seperti; *physical vapor deposition* (PVD), *sputtering*, proses plasma dan lain-lain serta proses kimia seperti ; *chemical vapor deposition* CVD, *spray pyrolysis*, elektrodeposisi, *electron-beam evaporation* dan proses sol-gel (A. Yasumori, *et.al*, 2001).

Penelitian tentang pemanfaatan dan pengembangan proses fotokatalitik heterogen TiO_2/UV untuk penghilangan

asam humat telah banyak dipublikasikan (Bekbolet *et al* 2002-2010). Reaksi fotokatalitik berlangsung dalam suatu sistem suspensi TiO_2 untuk semua publikasi tersebut. Ada beberapa kekurangan dari sistem suspensi TiO_2 ini, pertama adalah rendahnya efisiensi kuantum yang disebabkan karena radiasi UV tidak mampu mengaktifkan seluruh partikel fotokatalis apabila campuran terlalu keruh, kedua TiO_2 sulit dipisahkan dan diregenerasi dari fasa larutan, dan yang ketiga tingginya ketergantungan pada kondisi pH sistem (Palmer *et al* 2002).

Immobilisasi fotokatalis TiO_2 pada permukaan *support* seperti keramik, gelas, plastik, PVC, kertas dengan berbagai teknik pefilm telah dapat mengatasi kekurangan dari sistem suspensi TiO_2 . Banyak peneliti optimis bahwa teknologi ini layak secara ekonomi, karena dapat memanfaatkan film fotokatalis TiO_2 dan sinar UV berenergi rendah, serta film fotokatalis TiO_2 dapat diregenerasi kembali (Xiao Zhou *et al*, 2014), (Mi-Hwa Baek *et al*, 2013). Pengembangan reaktor fotokatalitik telah dilakukan dengan memvariasikan material support katalis berupa glass bead (Gusfiyesi *et al*, 2015), gelas, keramik dan aluminium.

Pada penelitian ini telah dipreparasi film TiO_2 yang akan diaplikasikan pada prototipe reaktor fotokatalitik iradiasi UV 365 nm yang seluruh permukaan dalam reaktornya telah dilapisi dengan fotokatalis film TiO_2 , distribusi sinar yang efektif serta tanpa kontrol suhu. Dalam studi ini film fotokatalis TiO_2 dibuat dengan metoda sol-gel dengan teknik *screen-printing*. Bubuk TiO_2 anatase dilapiskan dipermukaan support gelas untuk mendapatkan film fotokatalis TiO_2 dengan aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dan band gap 3,2 eV yang sesuai dengan iradiasi sinar UV A dari cahaya matahari. Fotokatalis-fotokatalis ini cukup efisien untuk degradasi fotokatalitik asam humat terlarut dalam air dan dapat diregenerasi.

Ekspektasinya penelitian ini berguna dalam mengembangkan suatu reaktor fotokatalitik film TiO₂ yang baru, sederhana, efektif, tahan lama, dan sistem irradiasi UV berenergi rendah yang mudah dijaga dalam menghilangkan asam humat yang ada dalam air. Penelitian lanjutan dari hasil penelitian ini sangat potensial dan strategis untuk solusi merubah air gambut menjadi sumber air minum, air baku industri (khususnya industri agro) dan pariwisata.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO₂ anatase (GCE), amilum *p.a.*, aquabides, dan *support* katalis.

Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, peralatan *screen printing*, sonicator, oven, desikator, dan magnetic stirrer.

Prosedur

Preparasi Film Fotokatalis TiO₂

Suspensi TiO₂ disiapkan dengan mendispersikan bubuk TiO₂ anatase (GCE) dan amilum (Merck) dalam dua pendispersi yakni air dan metanol dengan berbagai variasi komposisi. Suspensi TiO₂ kemudian diultrasonifikasi selama satu jam dan di-*coating*-kan ke permukaan *support* katalis dengan teknik *screen printing* (*screen mesh 120T*). *Support* katalis yang telah dilapisi kemudian dipanaskan pada suhu 120°C selama 1 jam. Berat film TiO₂ ditentukan secara gravimetri.

Karakterisasi Film Fotokatalis TiO₂

Struktur dan ukuran kristal fotokatalis TiO₂ anatase sebelum *dicoating*, dan setelah *coating* (film fotokatalis TiO₂) dikarakterisasi dengan

XRD (Bruker D8 Advance Diffractometer, has a DSD). Perubahan massa film TiO₂ sebagai fungsi temperatur diukur secara *Termogravimetric Analysis* (TGA) and *Simultaneous Difference Thermal Analysis* (SDTA): Mettler Toledo TGA/SDTA851. Profil permukaan film dan komposisi kimia ditentukan dengan foto FESEM-EDX (JSM-6701F). Luas permukaan spesifik ditentukan melalui adsorpsi gas nitrogen oleh TiO₂ diukur dengan BET (Quantachrome Autosorb-1 Instrument). Tingkat pengisian katalis ditentukan secara gravimetri. Profil serapan film fotokatalis TiO₂ dan uji attenuasi radiasi UV oleh film fotokatalis TiO₂ ditentukan dengan DR-UV "Lambda 900" is a double-beam and double-monochromator UV NISINIR spectrophotometer.

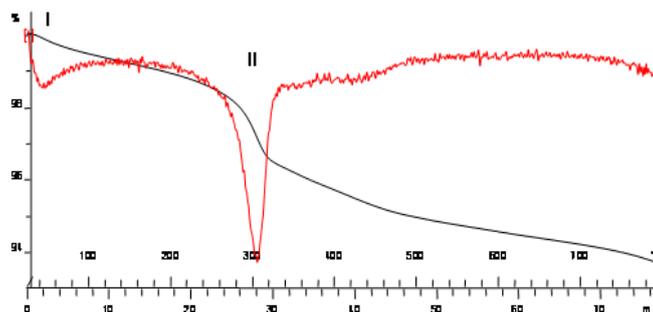
HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi Preparasi Film TiO₂

Suspensi TiO₂ yang disiapkan dengan mendispersikan bubuk TiO₂ anatase (GCE) dan amilum (Merck) dalam air (aquabidest) dengan berbagai variasi komposisi. Komposisi dengan hasil TiO₂ terdispersi dengan baik selanjutnya *dicoating* atau dilapiskan ke permukaan *support* katalis dengan teknik *screen printing*. Film TiO₂ yang paling optimum didapat saat dipreparasi dari suspensi TiO₂ dan amilum dalam air dengan perbandingan (4 : 1 : 25) wt.%.

Karakterisasi Lapisan Fotokatalis TiO₂

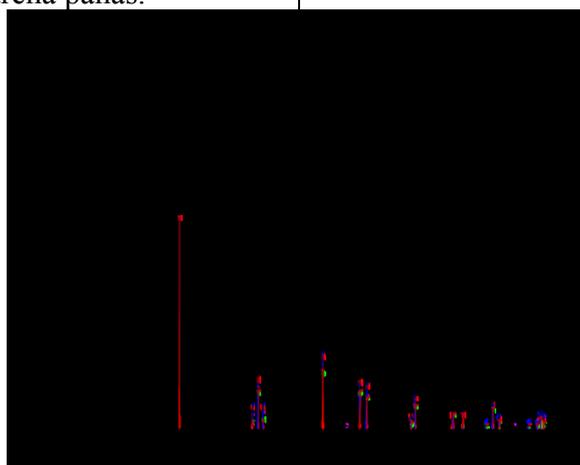
Reaktor fotokatalitik sederhana dibuat dengan melapisi *support* keramik dengan TiO₂ secara *screen printing*. Tingkat pengisian katalis (*catalyst loading*) ditentukan secara gravimetri. *Catalyst loading* rata-rata pada *support* adalah 0,0225 g/cm².



Gambar 1. Pola TGA/SDTA film TiO₂

Pola TG-DTA pada Gambar 1 memperlihatkan ada dua puncak endotermik yang menyatakan puncak dekomposisi dari film TiO₂. Daerah pertama merupakan dekomposisi dari solvent yang teradsorpsi pada permukaan titania sehingga terjadi penurunan berat sekitar 1,5 %. Daerah kedua menyatakan puncak dekomposisi dari komponen organik yang terdapat dalam film TiO₂ yang menyebabkan terjadinya penurunan berat sekitar 5 %. Residu dari sampel adalah TiO₂. Dari data ini ditegaskan bahwa film TiO₂ relatif stabil terhadap pengurangan massa karena panas.

Analisis XRD yang dilakukan terhadap film TiO₂ sebelum dan sesudah fotokatalitik menunjukkan puncak-puncak kristalin. Pada Gambar 3. terlihat puncak dengan intensitas yang tertinggi muncul pada 2θ : 25,31 (101), dan didukung oleh puncak-puncak pada 2θ : 36,94 ; 37,79; 38,63 ; 47,99; 53,87; 55,07. Data ini setelah dicocokkan dengan merujuk kepada JCPDS No: 04-0477 (D); No: 86-1156 (C) dinyatakan bahwa puncak-puncak kristalin tersebut adalah puncak TiO₂ struktur anatase dan tidak ditemukan puncak kristal rutile dan brookite.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X lapisan tipis TiO₂

Dari Gambar 2. jelas terlihat bahwa puncak yang paling tajam dengan lebar puncak sempit dan difraksi tertinggi adalah pada 2θ : 25,31 (101). Ukuran Kristal diukur dengan menggunakan persamaan Scherrer dengan menggunakan intensitas tertinggi dari pola difraksi. Ukuran kristal TiO₂ sebelum dicoating,

dan setelah coating sebagai film TiO₂ berturut-turut: 35 nm ; 35 nm.

Tren pola difraksi hasil analisis XRD tidak signifikan berubah selama proses fotokatalitik, hanya ada phase anatase. Ukuran kristal sedikit berkurang namun kondisi ini secara teoritis menguntungkan karena memperluas

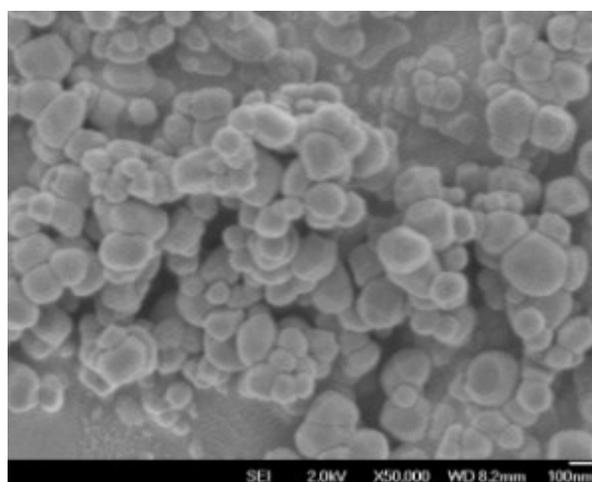
permukaan (Arief, Syukri et.al, 2010). Hasil ini sesuai dengan data luas permukaan spesifik yang dipastikan secara eksperimen.

Luas permukaan spesifik telah dikarakterisasi melalui adsorpsi gas nitrogen oleh TiO_2 diukur menggunakan BET analyzer (Quantachrome Autosorb-1 Instrument). Hasil analisis BET ini menunjukkan bahwa luas permukaan spesifik fotokatalis TiO_2 sebelum dicoating $9,5335 \text{ m}^2/\text{g}$ dan meningkat 15% setelah dicoating ke material support. Total volume pori bertambah sekitar 12% setelah dicoating ke material support. Ukuran pori film TiO_2 adalah 15 nm, meningkat lebih dua kali lipat dari pada ukuran pori powder TiO_2 yakni 7 nm.

Data BET ini mengkonfirmasi bahwa diameter pori rata-rata film

fotokatalis TiO_2 anatase yang diaplikasikan pada reaktor fotokatalitik adalah 11-15 nm dengan arti kata film TiO_2 yang dihasilkan adalah mesoporous (2-50 nm; IUPAC). Kondisi mesoporous menguntungkan karena sistem pori dapat dikontrol dan dapat diaplikasikan luas untuk penetrasi molekul yang berukuran antara sub-nanomaterial dan nanomaterial.

Profil permukaan lapisan fotokatalis TiO_2 yang berpori sejalan dengan hasil foto FESEM seperti terlihat pada Gambar 3. Topografi permukaan film TiO_2 berpori yang mempertegas hasil analisis BET bahwa film TiO_2 adalah mesoporous. Permukaan lapisan cukup rata dengan ketebalan $\pm 0,3 \mu\text{m}$ dan memperlihatkan porositas pada intra dan antar partikel.



Gambar 3. Foto SEM film TiO_2

Morfologi lapisan TiO_2 berupa butiran berbentuk bola (spherical) dengan diameter berkisar 15-50 nm. Topografi dan morfologi seperti ini membantu proses penetrasi foton dari irradiasi UV untuk sampai ke seluruh permukaan lapisan katalis. Semakin banyak foton yang teradsorpsi di permukaan katalis semakin banyak peluang terbentuknya $\bullet\text{OH}$ yang memicu terjadi reaksi fotokatalitik. Permukaan film fotokatalis TiO_2 yang teraktifkan oleh foton makin luas, rekombinasi elektron dan hole

fotokatalis TiO_2 dapat dicegah hingga dapat meningkatkan kemampuan reaktor fotokatalitik untuk mendegradasi molekul organik apabila nantinya film TiO_2 ini diaplikasikan pada reaktor fotokatalitik.

KESIMPULAN

TiO_2 anatase telah berhasil dicoating pada permukaan *support* keramik dengan teknik screen printing untuk reaktor fotokatalitik. Hasil karakterisasi menginformasikan bahwa Film TiO_2 yang dihasilkan adalah

mesoporous. Permukaan film cukup rata dengan *loading catalyst* rata-rata 0,0225 g/cm² dan ketebalan film \pm 0,3 μ m pada masing-masing permukaan material support. Film TiO₂ layak diaplikasikan sebagai reaktor fotokatalitik film TiO₂-irradiasi UV 365 nm untuk mendegradasi asam humat yang ada dalam air untuk durasi yang relatif lama.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Yasumori, H. Shinoda, Y. Kameshima, S. Hayashi, K. Okada, 2001. Photocatalytic and Photoelectrochemical Properties of TiO₂-Based Multiple Layer Thin Film Prepared by Sol-Gel and Reactive-Sputtering Methods, *J. Mater. Chem.* 11: 1253.
- Arif, Syukri, Admin Alif, Nancy Willian, 2008. Pembuatan lapisan tipis TiO₂-Doped logam (M=Ni, Cu dan Zn) dengan metoda *dip-coating* dan aplikasi sifat katalitiknya pada penjernihan air rawa gambut, *J. Ris.Kim.*: 2, No. 1
- Bekbolet, M., Altan Serif Suphandag, Ceyda Senem Uyguner, 2002. An investigation of the photocatalytic efficiencies of TiO₂ powders on the decolourisation of humic acids, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry.* 148: 121–128.
- Gusfiyesi, Admin alif, Hermansyah Azis, Syukri Arif., 2015, Photocatalytic Degradation of Humic Acid with TiO₂ Film Coated by Dipcoating Technique, The 8th Asia Pacific Symposium on Ion Analysis Proceeding, Online-September 2015
- Hoffman, M. R., S. T. Martin, W. Choi, D.W. Bahneman, Enviromental Aplication of semiconductors Photocatalysts. *Chemical Review*, 95(1): 71 – 74, (1995).
- Mi-Hwa Baek, Ji-Sook Hong, Ji-Won Yoon, and Jeong-Kwon Suh, 2013., Photocatalytic Degradation of Humic Acid by Fe-supported on Spherical Activated Carbon with Enhanced Activity Light, *International Journal of Photoenergy.*
- Palmer, P.L., Eggins, B.R., Coleman, H.M., 2002. The Effect of Operational Parameters on The Photocatalytic Degradation of Humic Acid, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 148: 137–143.
- Selcuk, H. and Bekbolet, M., 2008. Photocatalytic and photoelectrocatalytic humic acid removal and selectivity of TiO₂ coated photoanode, *Chemosphere*, 73, 5, 854.
- Sun, X.; Zhang, G.; Pan, X. 2012. Preparation and characteristics of TiO₂ nanotube catalysts used in hybrid photocatalysis/membrane process. *Catal. Commun.* 18 : 76-80.
- Uyguner, C.S. and Bekbolet M. 2010. TiO₂-assisted photodegradation of humic acids: effect of copper ions, *Water Science and Technology.* 61: 10, 2581.
- Uyguner, C.S. and Bekbolet, M., 2005. A comparative study on the photocatalytic degradation of humic substances of various origins, *Desalination*, 176: 167.
- Wang, J., Zhou, Y., Li, A., Xu, L., 2010. Adsorption of humic acid by bi-functional resin JN-10 and the effect of alkali-earth metal ions on the adsorption. *J.Hazard. Mater.* 176, 1018–1026.
- X. Zhao *et al.*, 2004. Different Effects of Humic Substances on Photodegradation of *p,p'*-DDT on Soil Surfaces in The Presence of TiO₂ Under UV and Visible Light, *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 167: 177–18