



TESIS SF-142502

**FABRIKASI LAPISAN NANO KOMPOSIT PVA-TiO₂
DENGAN METODE *SPIN COATING* DAN
KARAKTERISASINYA SEBAGAI FOTOKATALIS**

NUR ICHZAN AS
NRP. 1113201033

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN FISIKA MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



THESIS SF-142502

**FABRICATION OF NANO-COMPOSITE PVA-TiO₂
FILMS BY *SPIN COATING* TECHNIQUE AND THEIR
CHARACTERIZATION AS PHOTOCATALYST**

NUR ICHZAN AS
NRP. 1113201033

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

MAGISTER PROGRAM
MATERIAL SCIENCE
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCE
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015

**FABRIKASI LAPISAN NANO KOMPOSIT PVA-TiO₂ DENGAN
METODE *SPIN COATING* DAN KARAKTERISASINYA
SEBAGAI FOTOKATALIS**

**Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)**

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh:

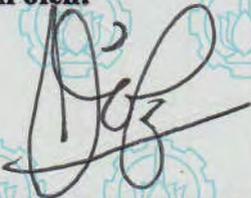
NUR ICHZAN AS

NRP. 1113201033

Tanggal Ujian : 25 Juni 2015

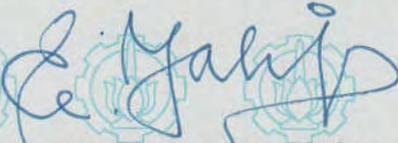
Periode Wisuda : September 2015

Disetujui oleh:



**1. Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP. 19600303 198701 1 002**

(Pembimbing)



**2. Prof. Ir. Eddy Yahya, M.Sc. Ph.D.
NIP. 19471126 197210 1 001**

(Penguji)



**3. Dr. Mashuri, M.Si.
NIP. 19691216 199402 1 001**

(Penguji)



**Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, MT.
NIP. 19640405 199002 1 001**

FABRIKASI LAPISAN NANO KOMPOSIT PVA-TiO₂ DENGAN METODE *SPIN COATING* DAN KARAKTERISASINYA SEBAGAI FOTOKATALIS

Nama Mahasiswa : Nur Ichzan AS

NRP : 1113201033

Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

ABSTRAK

Telah berhasil difabrikasi lapisan nano komposit PVA-TiO₂ yang dideposisikan pada substrat kaca dengan metode *spin coating*. Fabrikasi lapisan dilakukan dengan menambahkan serbuk TiO₂ ke dalam larutan PVA kemudian diaduk selama 2 jam. Struktur dan morfologi lapisan diidentifikasi menggunakan XRD dan SEM sedangkan sifat optiknya menggunakan UV-Vis *Spectrophotometer*. Pola difraksi menunjukkan telah terjadi rekristalisasi pada lapisan dan serbuk TiO₂ dapat terdispersi secara merata pada permukaan PVA dengan tebal lapisan sekitar 20 µm. Daerah penyerapan lapisan berada dalam rentang panjang gelombang UV dan energi gap sekitar 3,49-3,59 eV. Aktivitas fotokatalis lapisan diuji dengan mendegradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran. Lapisan PVA-TiO₂ mampu mendegradasi konsentrasi larutan MB hingga 29,90 % dengan laju degradasi 0,00393 ppm/menit.

Kata kunci: Lapisan PVA-TiO₂, fotokatalis, metilen biru, *spin coating*.

FABRICATION OF NANO-COMPOSITE PVA-TiO₂ FILMS BY SPIN COATING TECHNIQUE AND THEIR CHARACTERIZATION AS PHOTOCATALYST

Student Name : Nur Ichzan AS
NRP : 1113201033
Advisor : Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

ABSTRACT

Nano-composite PVA-TiO₂ films have successfully been deposited on the glass substrate by spin coating method. Fabrication was done by adding TiO₂ nano-powders into PVA solution and then stirring for 2 hours. Structure and morphology of the films were identified using XRD and SEM while the optical properties using UV-Vis Spectrophotometer. The diffraction patterns have indicated that TiO₂ nano-powders having anatase phase could be uniformly dispersed on the surface of the PVA with thickness of 20 μm. From the absorbance of films in the UV spectrum, the band energy gap of 3,49 to 3,59 eV was obtained. Photocatalycal activity of nano-composite films was tested by degrading MB solution for 5 hours under UV irradiation. PVA-TiO₂ films can degrade MB solution concentrations up to 29,90 % with the degradation rate of 0,00393 ppm/minute.

Keywords: PVA-TiO₂ films, photocatalytic, methylene blue, spin coating.

KATA PENGANTAR

Assalamu Alaikum Warahmatullahi Wabarakatu,

Salam sejahtera untuk kita semua,

Penulis bersyukur kepada Allah SWT atas limpahan rahmat yang diberikan sehingga dapat menyelesaikan penelitian ini dengan baik dalam bentuk tesis dengan judul “**Fabrikasi Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂ dengan Metode Spin Coating dan Karakterisasinya sebagai Fotokatalis**” yang diajukan sebagai syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains (M.Si) pada Jurusan Fisika FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya.

Penulis menyadari bahwa tanpa bimbingan dari dosen pembimbing mulai dari penelitian, penyusunan dan penulisan tesis ini tidak akan selesai tepat pada waktunya. Olehnya itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada ayahanda **Prof. Dr. Darminto, M.Sc.** sebagai dosen wali dan pembimbing tesis sekaligus Wakil Rektor IV ITS bidang Penelitian, Inovasi dan Kerja sama atas bimbingan, diskusi dan saran yang telah diberikan selama penyelesaian tesis dan proses perkuliahan di jurusan Fisika ITS. Penulis juga berterima kasih kepada tim penguji yakni **Prof. Ir. Eddy Yahya, M.Sc.,Ph.D.** dan **Dr. Mashuri, M.Si.** yang telah meluangkan waktunya dalam memberikan saran dan tanggapan serta nasehat untuk penyempurnaan tesis ini serta **Tim Riset TiO₂** (Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, Hadi Santoso dan Bapak Gatut Yudoyono) atas diskusi dan kebersamaannya selama melakukan penelitian ini.

Selama menjadi mahasiswa jurusan Fisika di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya pada tahun akademik 2012/2013 (Program PRA-S2) dan 2013/2014 (Program Magister) sampai sekarang ini, penulis menyadari telah banyak memperoleh bantuan moril dan pelayanan selama proses perkuliahan sehingga penulis dapat selesai tepat pada waktunya. Olehnya itu, melalui tesis ini, penulis mengucapkan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

1. Para pimpinan, staf pengajar, staf tata usaha dan sivitas akademika ITS khususnya jurusan Fisika ITS (Program Pascasarjana Fisika) atas pelayanan yang diberikan selama proses perkuliahan.

2. Rekan-rekan seperjuangan mahasiswa Program PRA-S2 Fisika 2012, Program Magister Fisika 2013, dan Tim Asisten Mata Kuliah Fisika Dasar atas diskusi dan kebersamaannya selama ini.
3. KEMENDIKBUD RI melalui Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) atas bantuan beasiswa PRA-S2 tahun 2012 dan BPPDN tahun 2013-2015 yang diberikan selama menempuh pendidikan di ITS Surabaya.
4. Dr. Dra. Melania Suweni Muntini, MT, Dr. Ayi Syaeful Bahri, MT dan saudara A. Irhamsyah, S.Si.,M.Si. atas arahan dan pelayanan yang diberikan dalam menjalani program PRA-S2 dan mengawali Program Magister Fisika di ITS.
5. Nurul Khaerani Hamzidah ST.,MT. sebagai rekan diskusi, motivator dan inspirator bagi penulis selama menjalani kehidupan sehari-hari di Surabaya hingga sekarang.
6. Rekan-rekan seperantauan dari Sabang sampai Merauke khususnya dari Makassar dan Penghuni R6 serta pihak-pihak yang tidak sempat saya sebutkan satu persatu pada kesempatan ini yang ada di masa itu. Mereka semua adalah orang-orang yang memberikan kontribusi sekaligus saksi sejarah perjalanan panjangku dalam mengarungi dunia akademik di lingkungan ITS Surabaya.

Melalui tesis ini, ucapan terima kasih juga saya tujukan kepada kedua orang tuaku Aminuddin Bake dan Mulyati Jidu serta kakek dan nenekku Alm. Jidu daeng Tayang dan Salika daeng Jipa' serta saudaraku Wahyu Amelia AS dan Risky Restu Amilyati AS dan semua kerabat dan keluargaku di Bontoramba atas segala doa, pengorbanan, kepercayaan, cinta dan kasih sayang yang tak pernah terputus curahannya sampai sekarang ini.

Akhirnya penulis berharap agar kehadiran tesis ini dapat memberikan kontribusi dalam perkembangan bidang ilmu pengetahuan khususnya dalam bidang nanomaterial.

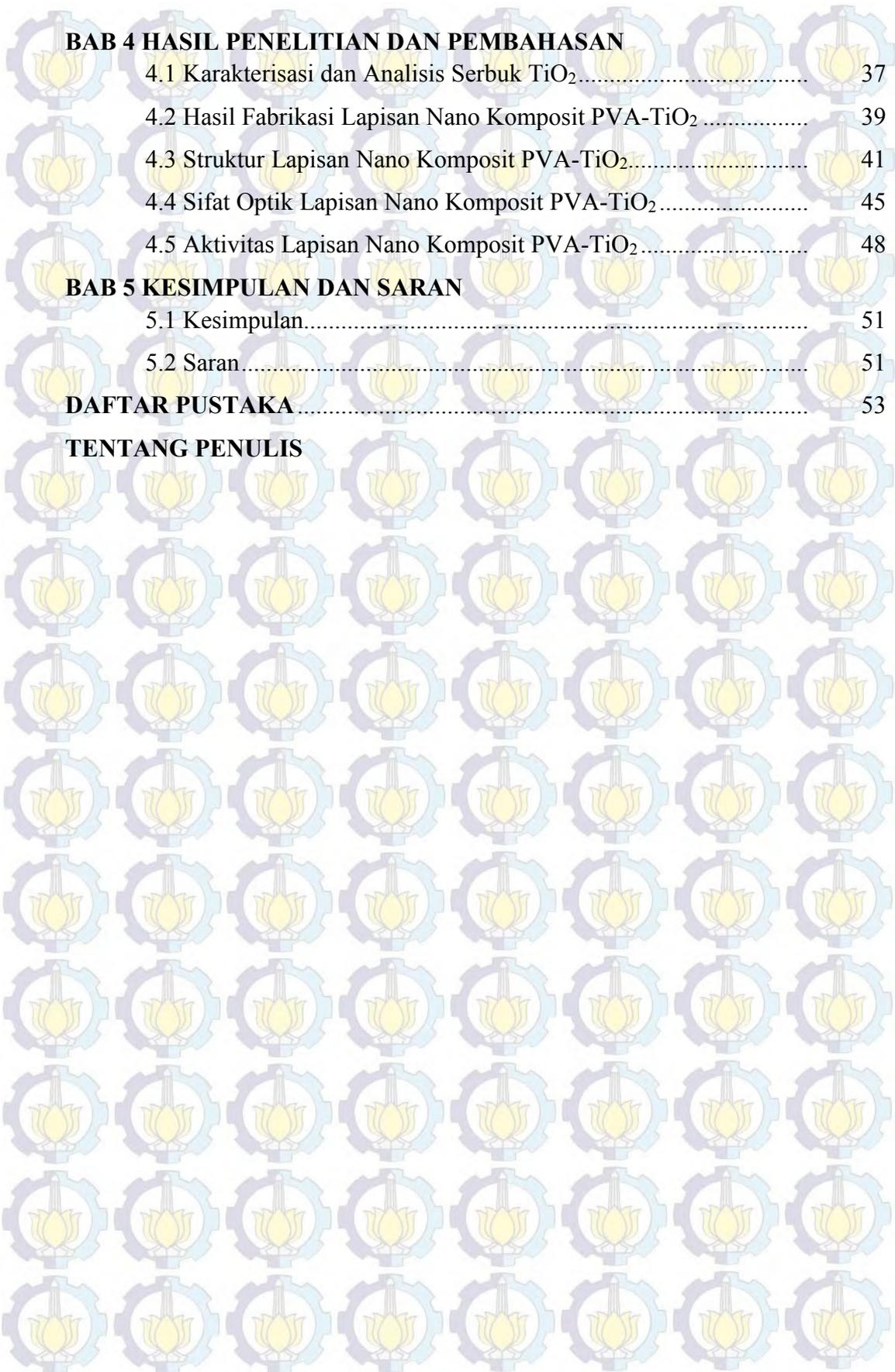
Wassalamu alaikum warahmatullahi wabarakatuh.

Surabaya, 25 Juni 2015

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan dan Manfaat Penelitian	4
BAB 2 KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI	
2.1 Titanium Dioksida (TiO ₂)	7
2.2 Sintesis TiO ₂ Dengan Metode Kopresipitasi	8
2.3 Lapisan TiO ₂ sebagai Fotokatalis	10
2.4 Polivinil Alkohol (PVA)	14
2.5 Pembuatan Lapisan dengan Metode <i>Spin Coating</i>	16
2.6 Karakterisasi Lapisan Nano Komposit PVA-TiO ₂	18
2.7 Degradasi Metilen Biru	22
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1 Peralatan dan Bahan	27
3.2 Prosedur Kerja	27
3.2.1 Sintesis TiO ₂ Nanopartikel	28
3.2.2 Pembuatan Lapisan Komposit PVA-TiO ₂	28
3.2.3 Karakterisasi Lapisan Komposit PVA-TiO ₂	29
3.2.4 Uji Aktivitas Fotokatalis Menggunakan <i>Methylen Blue</i> ...	29
3.3 Diagram Alir Penelitian	31



BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi dan Analisis Serbuk TiO₂..... 37
4.2 Hasil Fabrikasi Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂ 39
4.3 Struktur Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂..... 41
4.4 Sifat Optik Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂..... 45
4.5 Aktivitas Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂..... 48

BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan..... 51
5.2 Saran..... 51

DAFTAR PUSTAKA

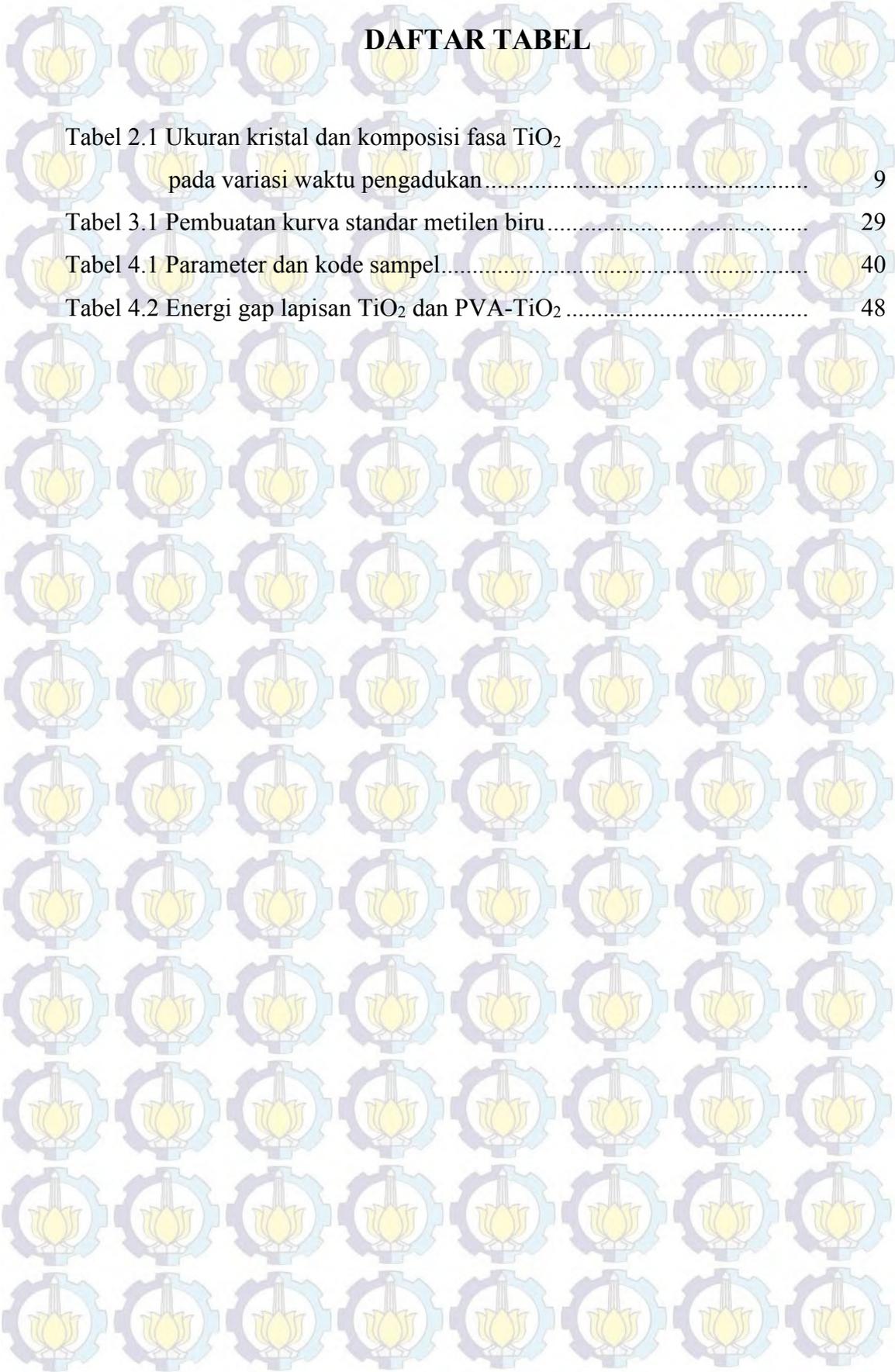
53

TENTANG PENULIS

DAFTAR GAMBAR

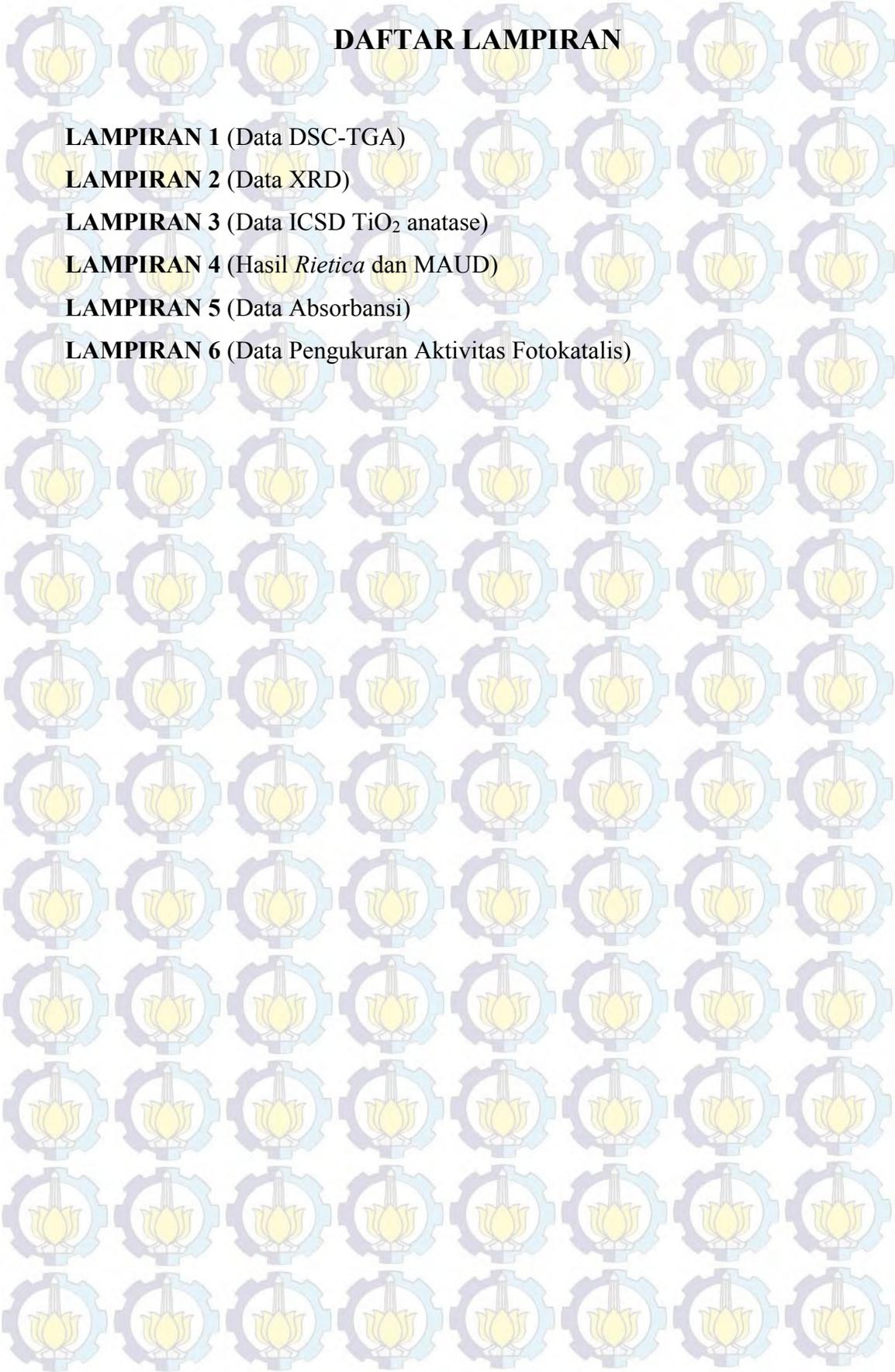
Gambar 2.1	Struktur Kristal TiO ₂ (a) <i>rutile</i> , (b) <i>anatase</i> , (c) <i>brookite</i>	7
Gambar 2.2	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ yang diperoleh dari variasi waktu pengadukan (a) 25; (b) 45; (c) 65 dan (d) 85 jam.....	9
Gambar 2.3	Peristiwa fotokatalitik pada permukaan semikonduktor	12
Gambar 2.4	Mekanisme perpindahan elektron pada TiO ₂ yang dikenai cahaya.....	12
Gambar 2.5	Struktur dari <i>Polyvinyl Alcohol</i>	14
Gambar 2.6	Skema mekanisme degradasi oleh PVA.....	16
Gambar 2.7	Proses pembuatan lapisan dengan metode <i>spin coating</i>	18
Gambar 2.8	Skema mekanisme immobilisasi TiO ₂ dalam matriks PVA..	19
Gambar 2.9	Pola XRD (a) PVA-TiO ₂ , (b) PVA-TiO ₂ dipanaskan dan (c) TiO ₂	19
Gambar 2.10	Pola XRD (a) PVA-TiO ₂ , (b) C-PVA-TiO ₂ dipanaskan dan (c) TiO ₂	20
Gambar 2.11	Morfologi pada SEM (a) TiO ₂ nanopartikel yang dikalsinasi pada 500°C dan (b) lapisan PVA.....	21
Gambar 2.12	Morfologi lapisan nano komposit PVA-TiO ₂ dengan SEM (a) Tanpa pemanasan dan (b) dipanaskan pada temperatur 180 °C dan 240 °C.....	21
Gambar 2.13	Spektrum absorbansi lapisan PVA-TiO ₂ pada perbedaan komposisi (a) TiO ₂ dan TiO ₂ /D-PVA dan (b) PVA dan PVA.TiO ₂ dengan variasi komposisi.....	22
Gambar 2.14	Struktur metilen biru	23
Gambar 2.15	Fotodegradasi pada Rhodamine B selama 6 jam penyinaran.	24
Gambar 2.16	Spektrum absorbansi Rhodamine B selama 6 jam penyinaran Blank, (b) PVA/TiO ₂ dan (c) H-PVA/TiO ₂ (pemanasan).....	25
Gambar 2.17	Aktivitas fotokatalis nano komposit PVA/TiO ₂ dalam mendegradasi larutan metil orange (MO).....	25
Gambar 3.1	Kurva standar konsentrasi larutan metilen biru.....	30

Gambar 3.2	Diagram alir penelitian.....	31
Gambar 3.3	Diagram alir sintesis serbuk TiO ₂	32
Gambar 3.4	Diagram alir fabrikasi lapisan PVA-TiO ₂	32
Gambar 3.5	Diagram alir pengujian aktivitas fotokatalis lapisan PVA-TiO ₂	33
Gambar 3.6	Sintesis serbuk TiO ₂ dengan metode kopresipitasi.....	34
Gambar 3.7	Peralatan dan bahan yang digunakan untuk fabrikasi lapisan	35
Gambar 3.8	Alat karakterisasi yang digunakan	36
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ yang disintesis pada pH 9 Selama 5 jam pengadukan	38
Gambar 4.2	Morfologi serbuk TiO ₂ yang disintesis pada pH 9 selama 5 jam pengadukan	38
Gambar 4.3	Larutan suspensi PVA-TiO ₂ dengan berbagai komposisi	39
Gambar 4.4	Hasil fabrikasi lapisan nano komposit PVA-TiO ₂ dengan metode <i>spin coating</i>	40
Gambar 4.5	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ , substrat dan lapisan	41
Gambar 4.6	Morfologi lapisan PVA-TiO ₂ menggunakan SEM	43
Gambar 4.7	Morfologi lapisan TiO ₂ menggunakan SEM.....	43
Gambar 4.8	Penampang lintang lapisan PVA-TiO ₂ menggunakan SEM..	44
Gambar 4.9	Penampang lintang lapisan TiO ₂ menggunakan SEM	44
Gambar 4.10	Spektrum absorbansi serbuk TiO ₂ , lapisan TiO ₂ dan lapisan nano komposit PVA-TiO ₂	46
Gambar 4.10	Spektrum absorbansi serbuk TiO ₂ , lapisan TiO ₂ dan lapisan nano komposit PVA-TiO ₂	46
Gambar 4.11	Penentuan panjang gelombang pada spektrum absorbansi	47
Gambar 4.12	Degradasi konsentrasi larutan MB oleh lapisan PVA-TiO ₂ ...	48
Gambar 4.13	Spektrum absorbansi degradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran lampu UV	49
Gambar 4.14	Degradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran lampu UV..	50
Gambar 4.15	Laju degradasi aktivitas fotokatalis lapisan PVA-TiO ₂ pada larutan metilen biru	50



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ukuran kristal dan komposisi fasa TiO_2 pada variasi waktu pengadukan.....	9
Tabel 3.1 Pembuatan kurva standar metilen biru.....	29
Tabel 4.1 Parameter dan kode sampel.....	40
Tabel 4.2 Energi gap lapisan TiO_2 dan PVA- TiO_2	48



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 (Data DSC-TGA)

LAMPIRAN 2 (Data XRD)

LAMPIRAN 3 (Data ICSD TiO₂ anatase)

LAMPIRAN 4 (Hasil *Rietica* dan MAUD)

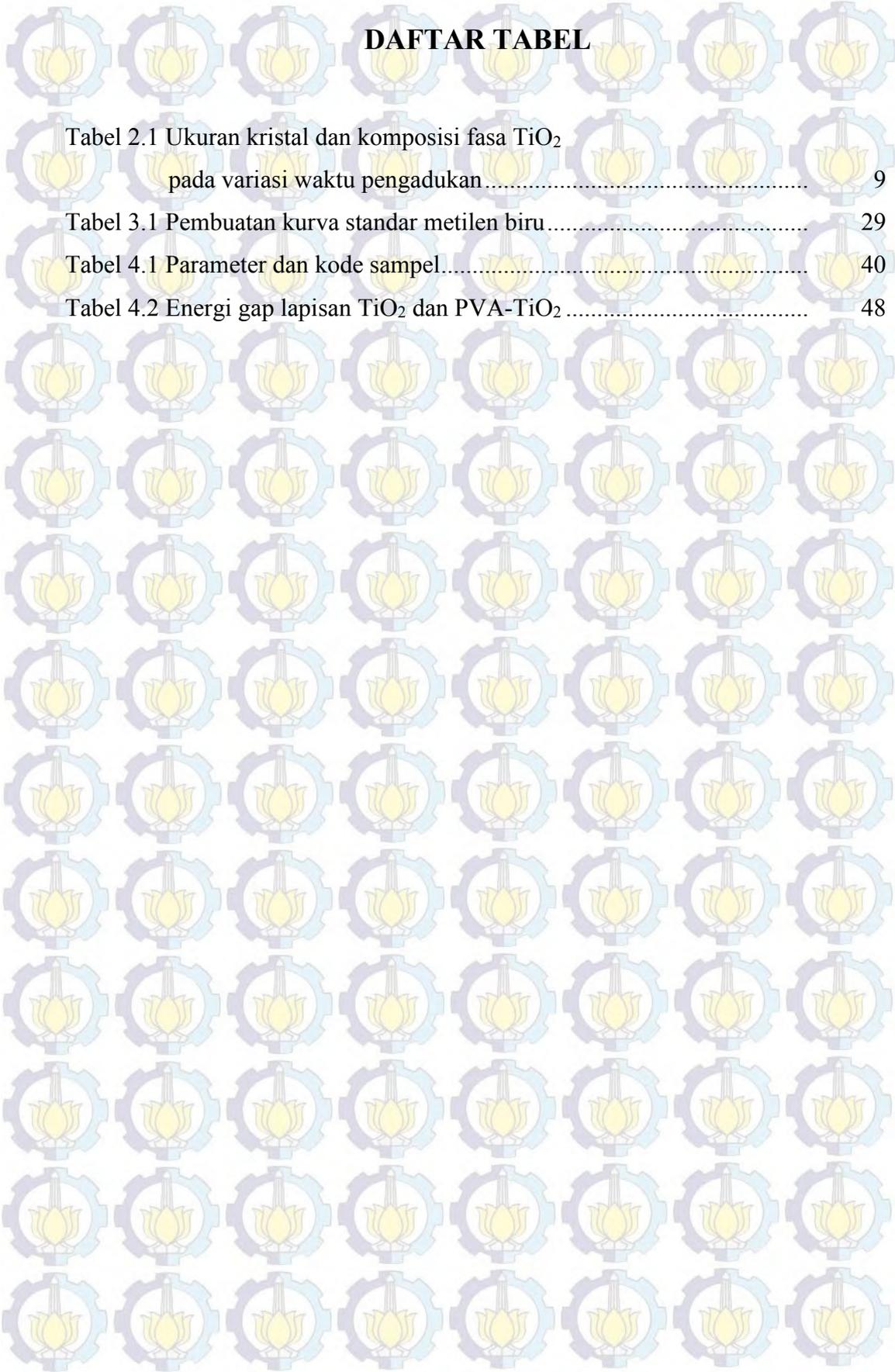
LAMPIRAN 5 (Data Absorbansi)

LAMPIRAN 6 (Data Pengukuran Aktivitas Fotokatalis)

DAFTAR GAMBAR

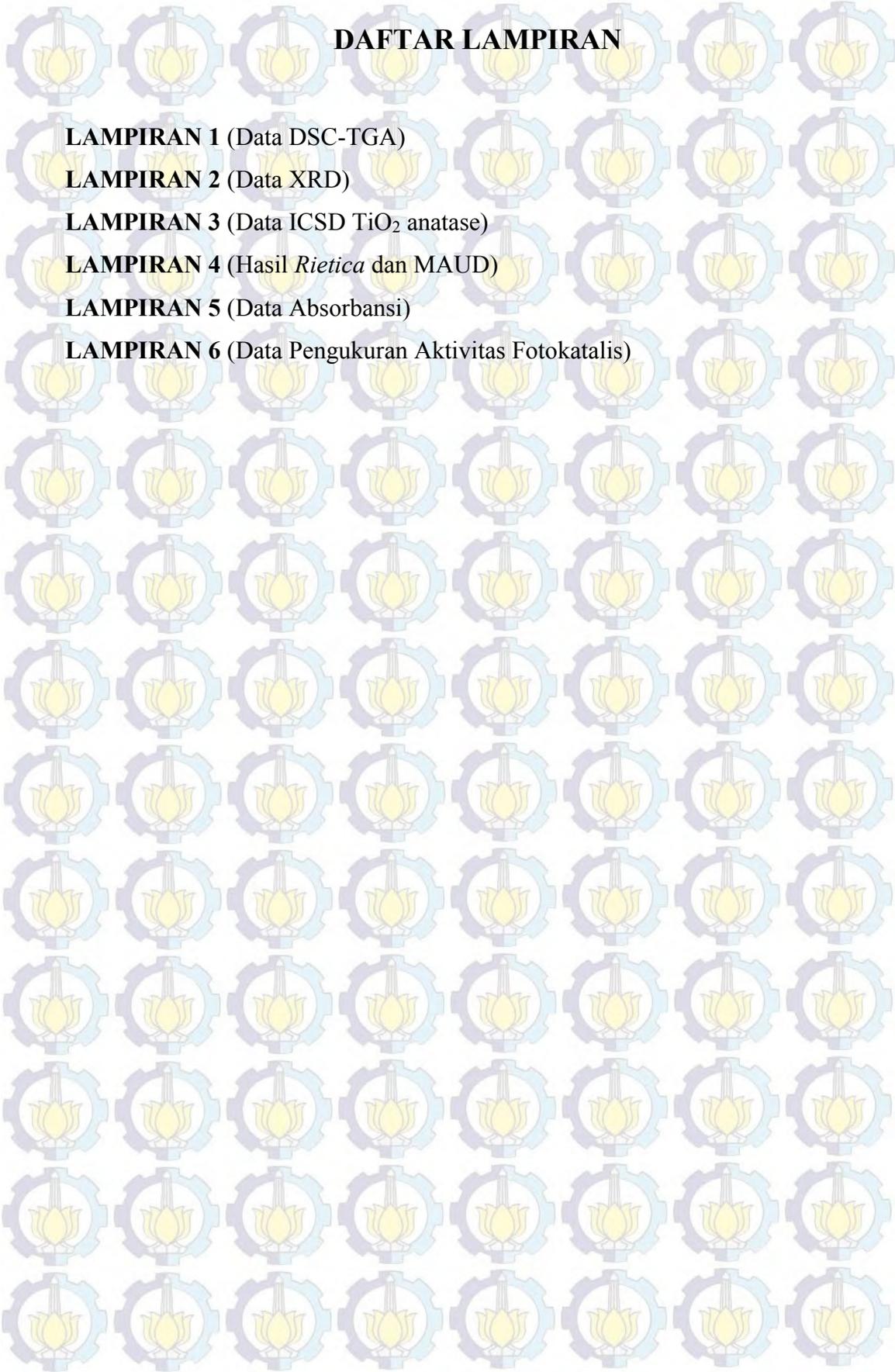
Gambar 2.1	Struktur Kristal TiO ₂ (a) <i>rutile</i> , (b) <i>anatase</i> , (c) <i>brookite</i>	7
Gambar 2.2	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ yang diperoleh dari variasi waktu pengadukan (a) 25; (b) 45; (c) 65 dan (d) 85 jam.....	9
Gambar 2.3	Peristiwa fotokatalitik pada permukaan semikonduktor	12
Gambar 2.4	Mekanisme perpindahan elektron pada TiO ₂ yang dikenai cahaya.....	12
Gambar 2.5	Struktur dari <i>Polyvinyl Alcohol</i>	14
Gambar 2.6	Skema mekanisme degradasi oleh PVA.....	16
Gambar 2.7	Proses pembuatan lapisan dengan metode <i>spin coating</i>	18
Gambar 2.8	Skema mekanisme immobilisasi TiO ₂ dalam matriks PVA..	19
Gambar 2.9	Pola XRD (a) PVA-TiO ₂ , (b) PVA-TiO ₂ dipanaskan dan (c) TiO ₂	19
Gambar 2.10	Pola XRD (a) PVA-TiO ₂ , (b) C-PVA-TiO ₂ dipanaskan dan (c) TiO ₂	20
Gambar 2.11	Morfologi pada SEM (a) TiO ₂ nanopartikel yang dikalsinasi pada 500°C dan (b) lapisan PVA.....	21
Gambar 2.12	Morfologi lapisan nano komposit PVA-TiO ₂ dengan SEM (a) Tanpa pemanasan dan (b) dipanaskan pada temperatur 180 °C dan 240 °C.....	21
Gambar 2.13	Spektrum absorbansi lapisan PVA-TiO ₂ pada perbedaan komposisi (a) TiO ₂ dan TiO ₂ /D-PVA dan (b) PVA dan PVA.TiO ₂ dengan variasi komposisi.....	22
Gambar 2.14	Struktur metilen biru	23
Gambar 2.15	Fotodegradasi pada Rhodamine B selama 6 jam penyinaran.	24
Gambar 2.16	Spektrum absorbansi Rhodamine B selama 6 jam penyinaran Blank, (b) PVA/TiO ₂ dan (c) H-PVA/TiO ₂ (pemanasan).....	25
Gambar 2.17	Aktivitas fotokatalis nano komposit PVA/TiO ₂ dalam mendegradasi larutan metil orange (MO).....	25
Gambar 3.1	Kurva standar konsentrasi larutan metilen biru.....	30

Gambar 3.2	Diagram alir penelitian.....	31
Gambar 3.3	Diagram alir sintesis serbuk TiO ₂	32
Gambar 3.4	Diagram alir fabrikasi lapisan PVA-TiO ₂	32
Gambar 3.5	Diagram alir pengujian aktivitas fotokatalis lapisan PVA-TiO ₂	33
Gambar 3.6	Sintesis serbuk TiO ₂ dengan metode kopresipitasi.....	34
Gambar 3.7	Peralatan dan bahan yang digunakan untuk fabrikasi lapisan	35
Gambar 3.8	Alat karakterisasi yang digunakan	36
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ yang disintesis pada pH 9 Selama 5 jam pengadukan	38
Gambar 4.2	Morfologi serbuk TiO ₂ yang disintesis pada pH 9 selama 5 jam pengadukan	38
Gambar 4.3	Larutan suspensi PVA-TiO ₂ dengan berbagai komposisi	39
Gambar 4.4	Hasil fabrikasi lapisan nano komposit PVA-TiO ₂ dengan metode <i>spin coating</i>	40
Gambar 4.5	Pola difraksi sinar-X serbuk TiO ₂ , substrat dan lapisan	41
Gambar 4.6	Morfologi lapisan PVA-TiO ₂ menggunakan SEM	43
Gambar 4.7	Morfologi lapisan TiO ₂ menggunakan SEM.....	43
Gambar 4.8	Penampang lintang lapisan PVA-TiO ₂ menggunakan SEM..	44
Gambar 4.9	Penampang lintang lapisan TiO ₂ menggunakan SEM	44
Gambar 4.10	Spektrum absorbansi serbuk TiO ₂ , lapisan TiO ₂ dan lapisan nano komposit PVA-TiO ₂	46
Gambar 4.10	Spektrum absorbansi serbuk TiO ₂ , lapisan TiO ₂ dan lapisan nano komposit PVA-TiO ₂	46
Gambar 4.11	Penentuan panjang gelombang pada spektrum absorbansi	47
Gambar 4.12	Degradasi konsentrasi larutan MB oleh lapisan PVA-TiO ₂ ...	48
Gambar 4.13	Spektrum absorbansi degradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran lampu UV	49
Gambar 4.14	Degradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran lampu UV..	50
Gambar 4.15	Laju degradasi aktivitas fotokatalis lapisan PVA-TiO ₂ pada larutan metilen biru	50



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ukuran kristal dan komposisi fasa TiO_2 pada variasi waktu pengadukan.....	9
Tabel 3.1 Pembuatan kurva standar metilen biru.....	29
Tabel 4.1 Parameter dan kode sampel.....	40
Tabel 4.2 Energi gap lapisan TiO_2 dan PVA- TiO_2	48



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 (Data DSC-TGA)

LAMPIRAN 2 (Data XRD)

LAMPIRAN 3 (Data ICSD TiO₂ anatase)

LAMPIRAN 4 (Hasil *Rietica* dan MAUD)

LAMPIRAN 5 (Data Absorbansi)

LAMPIRAN 6 (Data Pengukuran Aktivitas Fotokatalis)

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pemanfaatan teknologi fotokatalis saat ini menjadi salah satu alternatif sumber energi terbarukan. Teknologi ini pertama kali diperkenalkan oleh peneliti asal Jepang yaitu Fujisima dan Honda pada tahun 1972 mengenai penguraian air (H_2O) menjadi oksigen (O_2) dan hidrogen (H_2) melalui proses fotoelektrokimia menggunakan elektroda semikonduktor TiO_2 *rutile* yang diradiasi sinar UV (Carp, 2004). Fenomena fotokatalis merupakan peristiwa fotoreaksi yang melibatkan cahaya dan mengalami peningkatan kecepatan reaksi akibat adanya katalis yang mengabsorpsi energi cahaya ultraviolet (UV) sehingga menghasilkan senyawa pereduksi dan pengoksidasi pada permukaan katalis. Beberapa material semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalis yaitu TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , CdS , ZnS dan sebagainya. Material semikonduktor yang menjadi pilihan utama dan sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2 .

Titanium Dioksida terdapat banyak di Alam dan termasuk material semikonduktor oksida organik yang tergolong polimorf (*multiphase*) yang memiliki tiga bentuk fasa dengan struktur kristal yang berbeda yaitu fasa *anatase*, *rutile* dan *brookite* (Diebold, 2003). Senyawa ini dapat dimanfaatkan sebagai pigmen pada cat, bakterisida, fotokatalis, sensor, pelapis tablet, pasta gigi, pembersih polutan di udara, pewarna makanan, penyerap gelombang elektromagnetik dan teknologi sel surya (Diebold, 2003; Carp, 2004; Sugumaran).

Serbuk TiO_2 mudah diperoleh dan biaya pembuatannya relatif rendah serta dapat dihasilkan mudah dengan berbagai metode sintesis diantaranya *co precipitation method*, *solvothermal method*, *microemulsion method*, *combustion synthesis*, *electrochemical synthesis*, *chemical vapour deposition* (CVD), *spray pyrolysis deposition* (SPD), *physical vapour deposition* (PVD) dan sebagainya (Carp, 2004). Serbuk TiO_2 memiliki keunggulan diantaranya memiliki aktivitas fotokatalis tinggi dan stabil, non toksik, tahan terhadap korosi, tidak larut dalam air. TiO_2 juga memiliki kemampuan menyerap sinar yang tinggi yang ditandai

dengan nilai celah energi (E_g) yang sesuai yaitu sebesar 3,2 eV dalam struktur *anatase* (Castro, 2008).

Struktur *anatase* lebih baik digunakan pada aplikasi sel surya, lapisan tipis dan fotokatalis (Diebold, 2003; Carp, 2004). Struktur ini memiliki kemampuan fotoaktivitas yang lebih efektif daripada *rutile*. Hal ini disebabkan nilai celah energi dari fasa *anatase* sebesar 3,26 eV lebih tinggi dari *rutile* sebesar 3,05 eV (Carp, 2004). Nilai celah energi yang tinggi akan menghasilkan luas permukaan aktif yang lebih besar sehingga menghasilkan fotoaktivitas yang lebih efektif. Beberapa hasil penelitian mengatakan bahwa gabungan *rutile* dan *anatase* mampu menghasilkan efisiensi yang lebih tinggi dari fase murninya (Muggli, 2001; Ohno, 2001). Selain itu TiO_2 memiliki kemampuan *self-cleaning* sehingga dapat mendegradasi limbah organik dan zat berwarna.

Penggunaan serbuk TiO_2 sebagai fotokatalis tidak efektif karena untuk mendegradasi limbah organik atau zat berwarna diperlukan TiO_2 yang banyak sehingga untuk mengatasi masalah ini dapat dilakukan dengan cara membuatnya sebagai komposit dengan matriks dari bahan seperti polimer, silika, zeolit dan sebagainya. Pemanfaatan dan fabrikasi TiO_2 yang paling dasar adalah dalam bentuk *film* (lapisan) disebabkan bentuk lapisan (*film*) dapat dimodifikasi sesuai dengan divais yang diinginkan. Adapun masalah yang dihadapi dalam pembuatan lapisan dengan material TiO_2 adalah deposisi material pada substrat, jenis pelarut dan *binder* (pengikat) yang digunakan.

Saat ini telah banyak dikembangkan lapisan nano komposit antara PVA dan TiO_2 yang dimanfaatkan sebagai fotokatalis. Hal ini disebabkan keduanya memiliki absorpsi pada daerah panjang gelombang UV. Hasil penelitian membuktikan bahwa komposit antara PVA dan TiO_2 mampu meningkatkan kualitas lapisan dan meningkatkan aktivitas fotokatalis seperti yang dilakukan oleh Situ et al. (2014), Sugumaran (2014), dan Vishwas (2014). Lapisan nano komposit yang dihasilkan dari memiliki kualitas yang lebih baik segi ketahanan, sifat kimia, sifat listrik dan sifat optik. Peningkatan aktivitas fotokatalis dari lapisan (*film*) dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya struktur morfologi, luas permukaan, struktur kristal dan ukuran partikelnya.

Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis lapisan nano komposit beberapa cara yang dapat dilakukan diantaranya memberikan *heat treatment* (pemanasan) pada sampel dan variasi komposisi. Hasil penelitian oleh Y. Song et al. (2014) dan H. Yang et al. (2015) membuktikan bahwa lapisan nano komposit PVA-TiO₂ dengan proses pemanasan memiliki efisiensi yang lebih baik daripada lapisan PVA, lapisan TiO₂ dan lapisan tanpa proses pemanasan. Lapisan dengan proses pemanasan akan mengalami retak atau *crack* sehingga akan memperlebar ikatan antar muka matriks dan fillernya. Hasil penelitian lainnya juga membuktikan bahwa persentase TiO₂ yang terdistribusi pada substrat berpengaruh pada aktivitas fotokatalis. Semakin banyak TiO₂ yang terdapat pada matriks PVA maka semakin tinggi konsentrasi polutan (metal orange dan rhodamine B) yang terdegradasi (S. Mallakpour & A. Barati, 2011; X. Liu, 2015).

Berdasarkan uraian di atas maka pada penelitian ini, akan difabrikasi lapisan nano komposit PVA-TiO₂ yang dibuat dengan metode *spin coating*. PVA berfungsi sebagai matriks atau *binder* (pengikat) dari serbuk TiO₂ yang dideposisikan pada substrat kaca. Metode *spin coating* ini dipilih karena relatif lebih mudah difabrikasi, komposisinya yang homogen, tidak menggunakan ruang dengan tingkat kevakuman tinggi, ketebalan lapisan dapat dikontrol dan mampu menghasilkan mikrostruktur yang baik. Serbuk TiO₂ yang digunakan berukuran nano dengan struktur *anatase* yang disintesis dengan metode kopresipitasi. TiO₂ dihasilkan dari prekursor larutan TiCl₃ dan dititrasi dengan larutan amonium hidroksida (NH₄OH). Metode kopresipitasi ini dipilih karena karena paling mudah, relatif murah serta parameter fisik dan kimianya dapat disesuaikan seperti suhu, pH dan konsentrasi reaktannya sedangkan fase *anatase* digunakan karena memiliki celah energi yang lebih tinggi dari *rutile*.

Serbuk TiO₂ dan lapisan nano komposit yang dihasilkan akan dikarakterisasi menggunakan DSC-TGA untuk mengetahui dekomposisi dan pembentukan fase pada serbuk TiO₂ dan XRD untuk identifikasi fase/kristal, UV-Vis Spectrophotometer untuk mengetahui nilai absorbansi, SEM untuk melihat struktur mikro dan uji aktivitas fotokatalis digunakan larutan *methylene blue* (metilen biru) sebagai polutan atau zat pewarna.

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang akan diteliti dan dijelaskan dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana sintesis serbuk TiO_2 nanopartikel fasa *anatase* menggunakan metode kopresipitasi ?
2. Bagaimana fabrikasi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 yang dideposisikan pada kaca silika *amorf* dengan metode *spin coating* ?
3. Bagaimana karakteristik lapisan nano komposit PVA- TiO_2 yang meliputi fasa yang terbentuk, struktur mikro dan sifat optik ?
4. Bagaimana aktivitas fotokatalis lapisan nano komposit PVA- TiO_2 dalam mendegradasi larutan metilen biru ?

1.3 Batasan Masalah

Ada beberapa hal yang difokuskan dalam penelitian ini yaitu

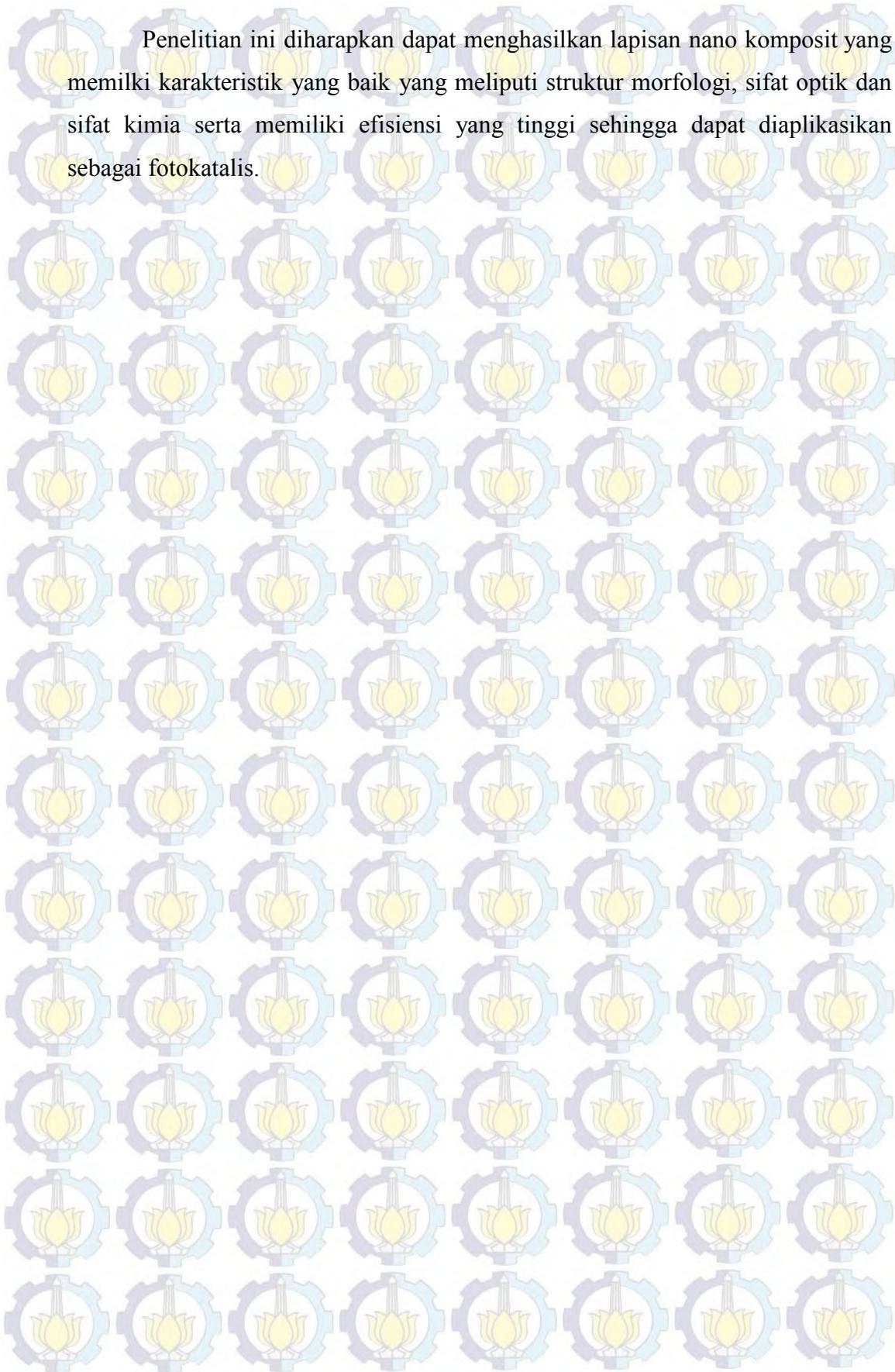
1. Sintesis serbuk TiO_2 nanopartikel fasa *anatase* dengan metode kopresipitasi
2. Fabrikasi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 dengan metode *spin coating* yang dideposisikan pada kaca silika *amorf*
3. Variasi komposisi PVA dan TiO_2 yang digunakan yaitu: 1:1, 1:2 dan 1:3
4. Pemanasan (*heat treatment*) sampel pada temperatur $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 15 menit
5. Zat pewarna dalam pengujian aktivitas fotokatalis yang digunakan adalah larutan metilen biru selama 5 jam penyinaran.

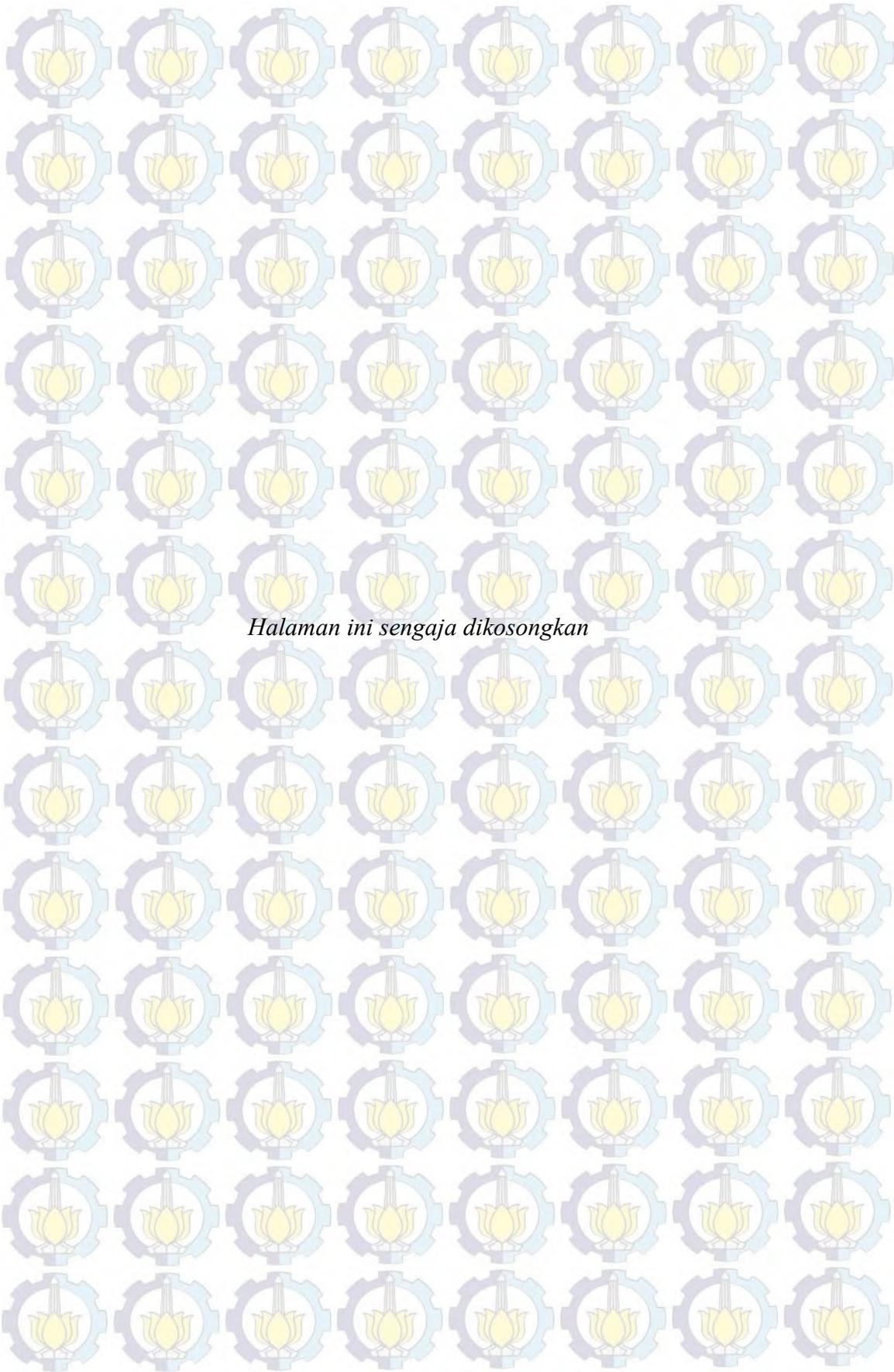
1.4 Tujuan dan Manfaat Penelitian

Adapun tujuan dan penelitian ini adalah

1. Membuat lapisan nano komposit PVA- TiO_2 dengan metode *spin coating*
2. Mengetahui karakteristik lapisan PVA- TiO_2 yang meliputi struktur morfologi dan sifat optiknya
3. Mengetahui aktivitas fotokatalis lapisan nano komposit PVA- TiO_2 dalam mendegradasi larutan metilen biru.

Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan lapisan nano komposit yang memiliki karakteristik yang baik yang meliputi struktur morfologi, sifat optik dan sifat kimia serta memiliki efisiensi yang tinggi sehingga dapat diaplikasikan sebagai fotokatalis.





Halaman ini sengaja dikosongkan

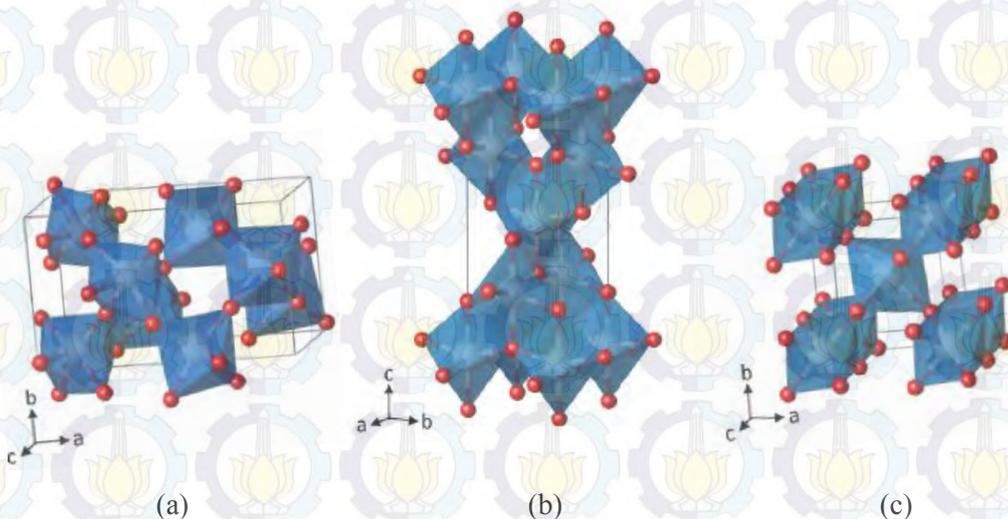
BAB 2

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

2.1 Titanium Dioksida (TiO_2)

Titanium Dioksida atau Titania atau Titanium (IV) oksida merupakan material semikonduktor oksida organik yang memiliki celah energi yang lebar, transmitansi yang tinggi, indeks bias dan sifat listrik yang baik (Diebold, 2003; Sugumaran, 2014). TiO_2 berbentuk serbuk (*powder*) berwarna putih yang memiliki sifat tidak tembus cahaya, lembam, penyerap gelombang elektromagnetik, tidak beracun, memiliki titik lebur sebesar $1843\text{ }^\circ\text{C}$, titik didih sebesar $2972\text{ }^\circ\text{C}$, rapat massa $4,23\text{ g/cm}^3$, massa molar $79,866\text{ g/mol}$ dan memiliki indeks bias 2,4 (Diebold, 2003).

Titania tergolong material polimorf (*multiphase*) yang memiliki tiga bentuk fasa dengan struktur kristal yang berbeda yaitu fasa *anatase* (tetragonal), *rutile* (tetragonal) dan *brookite* (ortorombik). Senyawa TiO_2 dapat dimanfaatkan sebagai pigmen pada cat, bakterisida, pelapis tablet, pasta gigi, pewarna makanan, UV *absorber* pada *sunscreen* dan teknologi *solar cell* (Diebold, 2003; Carp, 2004).



Gambar 2.1 Struktur kristal TiO_2 (a) *rutile*, (b) *anatase*, (c) *brookite*. (Lauf, RJ)

Struktur yang paling stabil dari TiO_2 adalah *rutile* sedangkan *anatase* adalah fasa metastabil. Perbedaan *rutile*, *anatase* dan *rutile* terletak pada distorsi *octahedral* dan pola susunan rantainya. Struktur *rutile* dan *anatase* digunakan sesuai dengan aplikasi yang diinginkan. Struktur *rutile* paling sering digunakan karena memiliki indeks bias yang tinggi, warna yang pekat dan memiliki sifat kimia yang *inert* sedangkan *anatase* lebih baik digunakan pada aplikasi sel surya, lapisan tipis dan fotokatalis (Diebold, 2003; Carp, 2004).

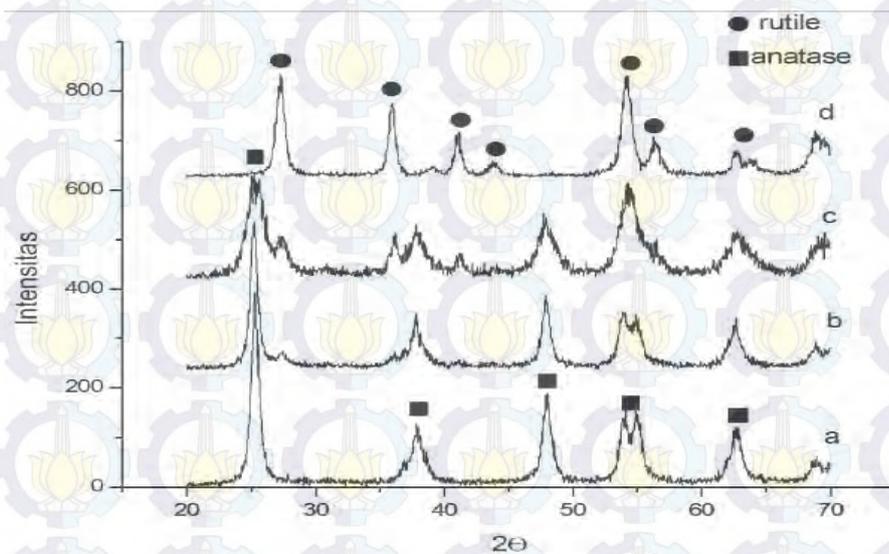
2.2 Sintesis TiO_2 Dengan Metode Kopresipitasi

Serbuk Titania berukuran nano dapat disintesis menggunakan beberapa metode diantaranya *co-precipitation method*, *solvothermal method*, *microemulsion method*, *combustion synthesis*, *electrochemical synthesis*, *chemical vapour deposition* (CVD), *spray pyrolysis deposition* (SPD), *physical vapour deposition* (PVD) dan sebagainya (Carp, 2004). Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat. Metode ini diharapkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dari metoda sol-gel dan lebih homogen daripada metode *solid state*.

Metode kopresipitasi banyak digunakan dalam sintesis TiO_2 karena prosesnya berlangsung pada suhu rendah, waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat, mudah dan murah serta parameter fisik maupun kimianya dapat disesuaikan seperti suhu, pH dan konsentrasi reaktan. Kelemahan metode ini adalah nanopartikel yang terbentuk harus distabilisasi untuk mencegah timbulnya kristal berukuran mikro dan zat aktif yang hendak dibuat nano partikelnya harus larut setidaknya dalam salah satu jenis pelarut, sementara diketahui bahwa banyak zat aktif memiliki kelarutan rendah baik di air maupun pelarut organik.

Sintesis serbuk TiO_2 dengan metode kopresipitasi pada kondisi hidrotermal dihasilkan dari beberapa prekursor diantaranya senyawa titanium tetraklorida (TiCl_4) (Wang, 2007), titanium triklorida (TiCl_3) (Cassaignon, 2007), titanium tetra isopropoksida (TTIP) (Paola, 2009; Senthil, 2010), TiOCl_2 (Bae,

2003) dengan Oksigen. Prekursor ini dapat dilarutkan atau ditambahkan dengan asam klorida (HCl), natrium hidroksida (NaOH), natrium klorida (NaCl) dan ammonium hidroksida (NH₄OH). Senyawa TiO₂ juga dapat terlarut secara lambat dalam larutan asam sulfat (H₂SO₄) yang membentuk kristal sulfat dan menghasilkan produk titanat dengan alkali cair (Koelsch, 2004; Lee, 2005). Persamaan reaksi yang terjadi pada sintesis TiO₂ dengan jenis prekursor yang digunakan ditampilkan pada Persamaan 2.1 dan 2.2 berikut ini:



Gambar 2.2 Pola difraksi sinar-X serbuk TiO₂ yang diperoleh dari variasi waktu pengadukan (a) 25; (b) 45; (c) 65 dan (d) 85 jam (Widaryanti, 2013)

Tabel 2.1 Ukuran kristal dan komposisi fasa TiO₂ pada variasi waktu pengadukan

Sampel	Ukuran Kristal (nm)		Komposisi Fasa (%)	
	<i>anatase</i>	<i>Rutile</i>	<i>anatase</i>	<i>rutile</i>
25 jam	9,7 (2)	-	100,0	0
45 jam	13,8 (5)	10,1(17)	98,7 (4)	1,3 (0)
65 jam	9,3 (3)	16,3 (12)	37,7 (0)	62,3 (1)
85 jam	-	11,6 (4)	0	100,0

Sumber : Widaryanti, 2013

Berdasarkan Gambar 2.2 menunjukkan bahwa pada waktu pengadukan 25 jam terbentuk fasa *anatase* sedangkan pada pengadukan 45 dan 65 jam terbentuk dua fasa yaitu *anatase* dan *rutile*. Terbentuknya fasa *rutile* ini disebabkan oleh waktu pengadukan yang lebih lama sehingga intensitas fasa *anatase* semakin berkurang dan pada waktu pengadukan 85 jam telah terbentuk fasa *rutile* tanpa fasa *anatase* (Widaryanti, 2013). Terbentuknya fasa *anatase* dan *rutile* pada sintesis TiO_2 disebabkan proses transformasi fasa. Fenomena transformasi fasa pada TiO_2 disebabkan oleh ikatan antara ion Ti^{3+} yang bersifat reaktif terhadap O^{2-} yang membentuk ikatan Ti_xO_y (Carp, 2004; Cassaignon, 2007).

Berdasarkan hasil penelitian Widaryanti (2013) larutan TiCl_3 pada variasi waktu pengadukan mengalami perubahan warna dengan waktu pengadukan yang lebih lama (dari ungu menjadi putih) seiring dengan penambahan NH_4OH . Perubahan warna ini disebabkan ikatan antara ion Ti^{3+} dan O^{2-} belum stabil sehingga presipitat harus diendapkan selama kurang lebih 24 jam untuk mengubah ion Ti^{3+} berubah menjadi Ti^{4+} . Ketika ion Ti^{4+} berikatan dengan ion O^{2-} akan membentuk TiO_2 . Pada Tabel 2.1 ukuran kristal TiO_2 pada variasi waktu pengadukan diperoleh ukuran kristal pada pengadukan 25 jam sebesar 9,7 nm dan terbentuk *anatase* kemudian pada pengadukan 85 jam diperoleh 11,6 nm dan terbentuk *rutile* sedangkan pada pengadukan 45 jam dan 65 jam terbentuk *anatase* dan *rutile*.

2.3 Lapisan TiO_2 Sebagai Fotokatalis

Titanium Dioksida telah lama digunakan sebagai fotokatalis karena memiliki fotoaktivitas, stabilitas kimia dan tahan terhadap fotokorosi (kecuali asam pekat) serta bersifat nontoksik sehingga mampu mendegradasi dan mengoksidasi senyawa atau polutan organik. Fasa TiO_2 yang digunakan sebagai fotokatalis adalah *rutile* dan *anatase* (Carp, 2004)

Fenomena fotokatalis merupakan peristiwa fotoreaksi yang melibatkan cahaya dan mengalami peningkatan kecepatan reaksi akibat adanya katalis yang mengabsorpsi energi cahaya ultraviolet (UV) sehingga menghasilkan senyawa pereduksi dan pengoksidasi pada permukaan katalis. Fotokatalis merupakan suatu

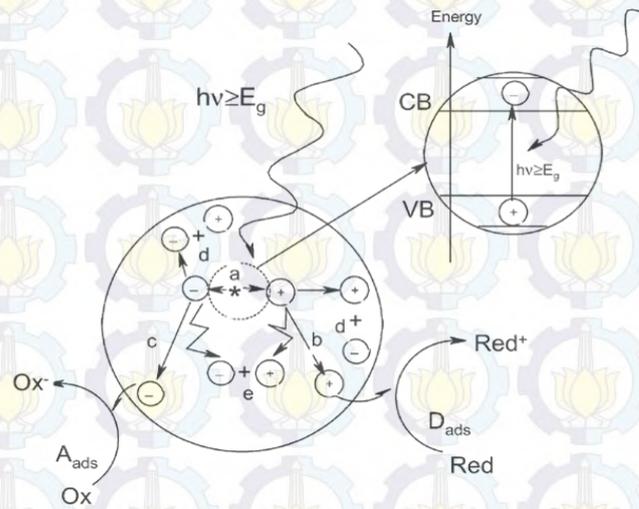
gabungan proses antara proses fotokimia dan katalis. Fotokimia sendiri merupakan suatu proses transformasi kimia dengan bantuan cahaya sebagai pemicunya sedangkan katalis merupakan suatu substansi yang dapat mempercepat laju reaksi tetapi tidak ikut bereaksi selama proses berlangsung dan pada awal sampai akhir reaksi jumlah katalis tetap sama. Hal ini disebabkan katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Katalis dalam proses ini disebut fotokatalis karena memiliki kemampuan dalam menyerap foton.

Suatu substansi dapat berfungsi sebagai fotokatalis jika substansi tersebut memiliki daerah energi yang kosong yang disebut celah pita energi. Suatu semikonduktor akan berfungsi sebagai katalis jika dikenai dengan foton yang memiliki energi setara atau lebih dari energi celah pita semikonduktor yang berkaitan. Induksi oleh foton menyebabkan terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Akibat dikenai cahaya terbentuklah pasangan elektron dan hole yang dipisahkan menjadi fotoelektron bebas pada pita konduksi dan fotohole pada pita valensi (Richardson, 1989). Beberapa material semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalis yaitu TiO_2 , ZnO , Fe_2O_3 , CdS , ZnS dan sebagainya.

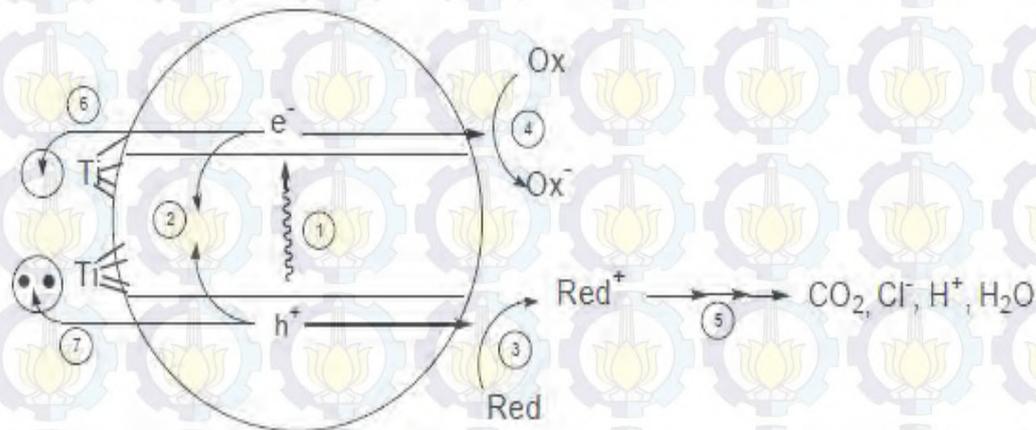
Secara umum proses terjadinya fotokatalis dimulai ketika suatu bahan semikonduktor tipe n dikenai cahaya maka elektron (e^-) pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi dan membentuk *hole* (h^+) lubang bermuatan positif. Elektron dan *hole* akan berekombinasi di daerah permukaan dan di dalam partikel. Elektron berguna untuk mereduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor sedangkan *hole* dapat menghasilkan reaksi oksidasi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3.

Kemampuan fotoaktivitas dari TiO_2 dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya morfologi, luas permukaan, struktur kristal dan ukuran partikel. Fasa *anatase* memiliki kemampuan fotoaktivitas yang lebih efektif daripada *rutile*. Hal ini disebabkan nilai celah energi dari fasa *anatase* sebesar 3,26 eV lebih tinggi dari *rutile* sebesar 3,05 eV (Carp, 2004). Nilai celah energi yang tinggi akan menghasilkan luas permukaan aktif yang lebih besar sehingga menghasilkan

fotoaktivitas yang lebih efektif. Beberapa hasil penelitian mengatakan bahwa gabungan *rutile* dan *anatase* mampu menghasilkan efisiensi yang lebih tinggi dari fase murninya (Muggli, 2001; Ohno, 2001). Dengan perkembangan teknologi yang semakin pesat upaya peningkatan efisiensi bahan semikonduktor sebagai fotokatalis terus dilakukan salah satunya dengan cara penambahan bahan logam atau bahan polimer pada permukaan TiO_2 .



Gambar 2.3 Peristiwa fotokatalis pada permukaan semikonduktor (Mills, 1997)



Gambar 2.4 Mekanisme perpindahan elektron pada TiO_2 yang dikenai cahaya (Milss, 1997)

Proses atau tahapan terjadinya efek fotokatalis TiO₂ sesuai dengan penomoran pada Gambar 2.4 dijelaskan sebagai berikut ini:

1. Tahapan pertama terjadi pembentukan muatan oleh foton, jika fotokatalis dikenai radiasi foton dengan energi ($h\nu$) yang sama atau lebih besar dari celah energi (E_g) maka electron akan tereksitasi ke pita konduksi (e_{cb}^-) yang membentuk kekosongan pada pita valensi (h_{vb}^+). Persamaan reaksi yang terjadi pada tahap ini dituliskan sebagai berikut:



2. Tahapan kedua terjadi rekombinasi pembawa muatan, *hole* pada pita valensi (h_{vb}^+) sebagai oksidator yang kuat yang bergabung dengan elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) dan melepaskan panas. Persamaan reaksi yang terjadi pada tahap ini dapat dituliskan sebagai berikut:



3. Tahapan ketiga, jika dalam sistem terdapat substrat yang teroksidasi maka *hole* pada pita valensi (h_{vb}^+) akan menimbulkan reaksi oksidasi terhadap substrat.
4. Tahapan keempat, jika sistem terdapat oksidator maka akan terjadi reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-).
5. Tahapan kelima terjadi reaksi fotoreduksi terkatalis dan reaksi termal lanjutan (misal reaksi hidrolisis atau reaksi dengan oksigen aktif) akan menghasilkan gas CO₂, H⁺, Cl⁻, dan H₂O.
6. Tahapan keenam terjadi penjebakan (*trapping*) elektron pada pita konduksi ke permukaan fotokatalis Ti^{IV}OH membentuk Ti^{III}OH. Persamaan reaksi yang terjadi pada tahapan ini dapat dituliskan



7. Tahapan ketujuh penjebakan (*trapping*) *hole* pada pita valensi (h_{vb}^+) pada permukaan Ti^{IV}OH yang bertindak sebagai oksidator.



Dalam aplikasi fotokatalis, aktivitas fotokatalik dari material TiO₂ berada pada daerah panjang gelombang 300-800 nm atau sekitar cahaya tampak hingga infra merah. Panjang gelombang yang diserap oleh suatu material dipengaruhi oleh celah energi yang dimilikinya (Chen, 2007; Hanaor, 2011). Celah energi suatu material dapat diperoleh dengan menggunakan Persamaan 2.9 (Chen, 2007).

$$E_g = \frac{hc}{\lambda_{int}} \quad (2.9)$$

dengan :

E_g = energi gap (eV)

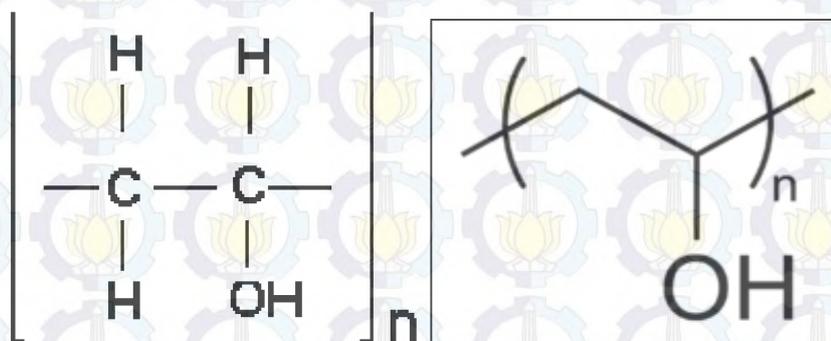
h = konstanta Plank (6.62×10^{-34} Js)

c = kecepatan cahaya (3×10^8 m/s)

λ_{int} = panjang gelombang (nm)

2.4 Polivinil Alkohol (PVA)

Polivinil Alkohol (*polyvinyl alcohol*) merupakan jenis polimer sintetik yang dibuat melalui proses polimerisasi dan alholisasi vinil asetat dengan rumus molekul (C₂H₄O)_n. Polivinil Alkohol berbentuk padatan kering, butiran atau bubuk, berwarna putih, tidak berbau, memiliki bentuk lapisan yang baik, bersifat adesif, kekuatan tarik yang tinggi (C.A. Finch, 1992; Perry, 1997). Polivinil Alkohol larut dalam air pada temperatur di atas 90 °C, memiliki berat molekul yang tinggi antara 85000 sampai 146000 g/mol, memiliki temperatur transisi gelas (T_g) sebesar 85 °C dan temperatur leleh antara 228 °C-256 °C (Perry, 1997).



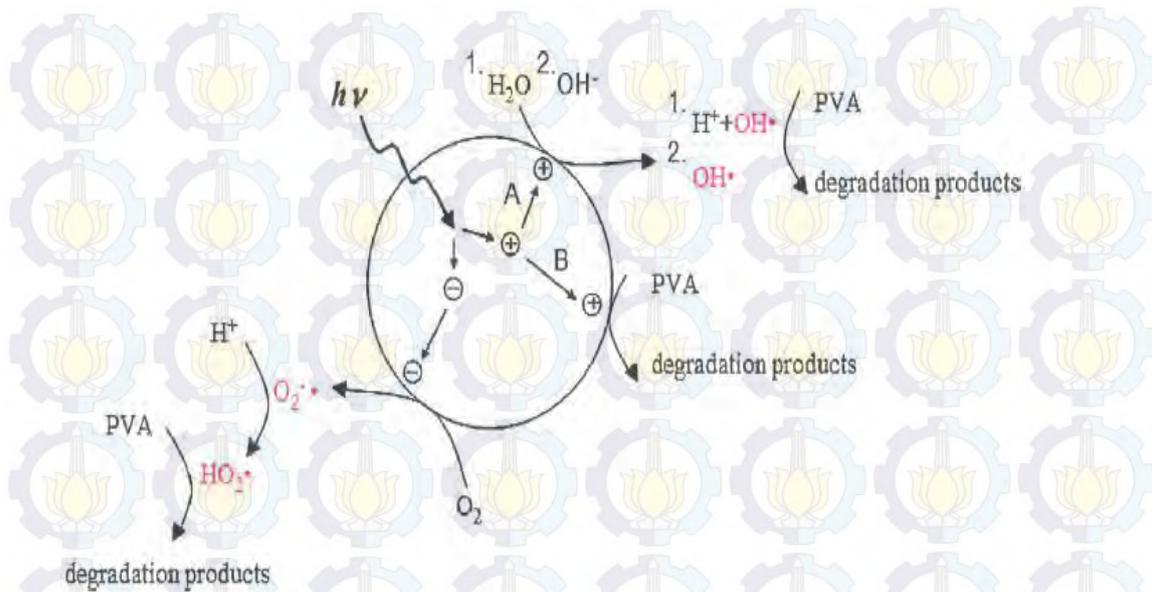
Gambar 2.5 Struktur dari *Polyvinyl Alcohol* (Wikipedia, 2014)/

Polivinil Alkohol banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi (C.A. Finch, 1992) diantaranya pelapis kertas, dapat memodifikasi permukaan menjadi mengkilap, bahan adesif dan biomaterial, serta sebagai sensor kelembaban dan lapisan tipis. PVA dapat dibuat film disebabkan sifatnya yang hidrofilik (menyerap uap air) meskipun memiliki resistivitas yang tinggi yaitu $(3,1-3,8) \cdot 10^7 \Omega\text{cm}$ (Perry, 1997). Hal ini disebabkan adanya gugus OH pada salah satu rantai cabangnya, ketika PVA menyerap uap air maka molekul H_2O akan mengalami polarisasi. Pada saat PVA diberi tegangan AC, molekul yang terpolarisasi ini akan bersifat konduktor sehingga mampu menurunkan impedansinya dan meningkatkan konduktivitas.

Selain memiliki impedansi yang tinggi, PVA tidak stabil selama efek pemanasan yang menyebabkan tekstur film berubah dan tidak stabil. Hal ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu pengaruh temperatur dan kondisi kelembaban. Ketidakstabilan ini dapat diatasi dengan metode pengikatan silang secara kimiawi dengan menambahkan ammonium peroksodisulfat (APS) sehingga terjadi *crosslinking* pada PVA (Cecilia, 1995).

Polivinil Alkohol juga digunakan dalam pembuatan lapisan nano komposit dikarenakan memiliki struktur, sifat fisik, biokompatibilitas dan ketahanan kimia yang baik. Untuk membentuk lapisan komposit yang baik polivinil alkohol biasanya ditambahkan dengan material anorganik seperti TiO_2 (Sugumaran, 2014). Adapun skema dan reaksi degradasi fotokatalis oleh PVA ditampilkan pada Gambar 2.6 dan persamaan reaksi 2.10-2.16 (L-J. Hsu et al, 2011) berikut ini.





Gambar 2.6 Skema mekanisme degradasi oleh PVA (L-J. Hsu et al., 2011)

2.5 Pembuatan Lapisan dengan Metode *Spin Coating*

Spin Coating merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menghasilkan lapisan atau film tipis organik dan homogen. Metode lain yang digunakan dalam pembuatan lapisan yaitu metode *dip coating* dan *power coating*. Dalam metode *spin coating* pembentukan lapisan melalui proses pemutaran (*spin*). Bahan yang akan dibentuk lapisan dibuat dalam bentuk larutan (gel) kemudian ditetaskan di atas suatu substrat yang disimpan di atas piringan yang dapat berputar.

Keunggulan dari metode ini adalah mampu menghasilkan lapisan tipis dengan cepat dan mudah. Cairan yang berbentuk gel ditempatkan pada substrat kemudian diputar dengan kecepatan tinggi secara konstan sehingga cairan dapat tersebar merata dengan gaya sentrifugal. Dalam metode *spin coating* digunakan prinsip gaya sentrifugal menurut hukum Newton II, di mana benda bergerak secara rotasi mengelilingi suatu sumbu putar tentu. Arah dari gaya sentrifugal ini selalu menuju pusat rotasi sehingga benda mengalami kecepatan sentripetal (Rubiyanto, 2003).

Proses pembuatan lapisan dengan metode *spin coating* yaitu larutan atau cairan dituangkan di atas gelas substrat (kaca preparat) kemudian diletakkan di

atas *spin coater* setelah itu gelas substrat diisap pada tekanan tertentu supaya pada saat pemutaran oleh alat *coater* dengan kecepatan tinggi (rpm) sampel tidak terlempar. Kecepatan putaran oleh *spin coater* akan mempengaruhi homogenitas dan ketebalan lapisan. Adapun beberapa parameter fisik yang mempengaruhi kualitas dalam proses *spin coating* yaitu: viskositas, kecepatan dan waktu putar, padat konten, sudut kecepatan (Rubiyanto, 2003).

Adapun langkah-langkah pembuatan lapisan dengan metode *spin coating* adalah sebagai berikut ini:

1. *Dispense* (penetesan cairan)

Pada tahap ini cairan dideposisi atau ditetaskan di atas permukaan substrat. Proses *dispense* dibagi menjadi 2 jenis yaitu *static dispense* dan *dynamic dispense*.

- a. *Static dispense* merupakan proses desposisi yang dilakukan pada larutan di atas pusat substrat. Pada proses ini menggunakan kecepatan 1 sampai 10 rpm, bergantung pada konsentrasi cairan dan ukuran substrat yang digunakan. Adanya kecepatan yang tinggi dan ukuran substrat yang lebih besar dapat memastikan cairan tersebut telah tersebar rata di atas substrat
- b. *Dynamic dispense* merupakan proses deposisi dengan kecepatan putar yang rendah kira-kira 500 rpm. Pada proses ini cairan yang tersebar di atas substrat akan sedikit terbuang dan substrat menjadi lebih basah, sehingga lapisan yang terbentuk akan lebih tebal.

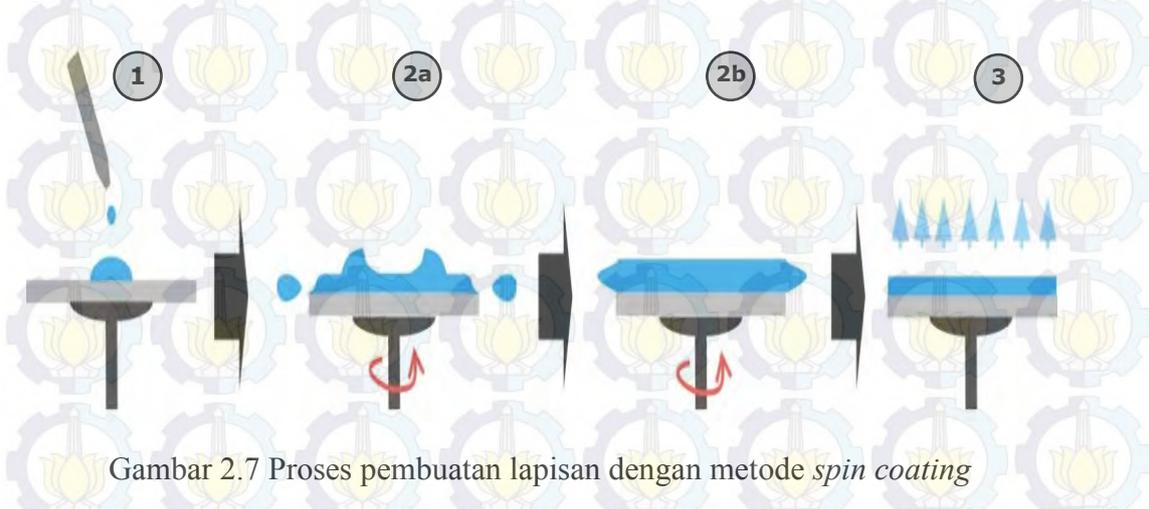
2. *Spreading* (percepatan dan penyebaran)

Setelah tahap penetesan cairan, larutan dipercepat dengan kecepatan relatif tinggi. Kecepatan yang digunakan pada substrat ini akan mengakibatkan terjadinya gaya sentrifugal dan turbulensi cairan sehingga cairan tersebar merata di atas substrat. Kecepatan yang digunakan antara 1500-1600 rpm dan tergantung sifat cairan terhadap substrat yang digunakan.

- a. *Spin up*: larutan pada substrat masih banyak yang terlempar keluar. Hal ini karena kondisi awal dari kondisi *spin coater* diam menuju kecepatan tertentu.
- b. *Spin off*: larutan yang terlempar sudah mulai berkurang, bahkan sudah tidak ada. Hal ini karena kecepatan sudah konstan atau stabil.

3. *Drying* (pengeringan)

Pada tahap ini terbentuk lapisan tipis murni dengan suatu ketebalan tertentu. Tingkat ketebalan lapisan yang terbentuk bergantung pada tingkat kelembaban substrat. Adanya kelembaban yang kecil mengakibatkan ketebalan lapisan murni yang terbentuk akan menjadi semakin besar



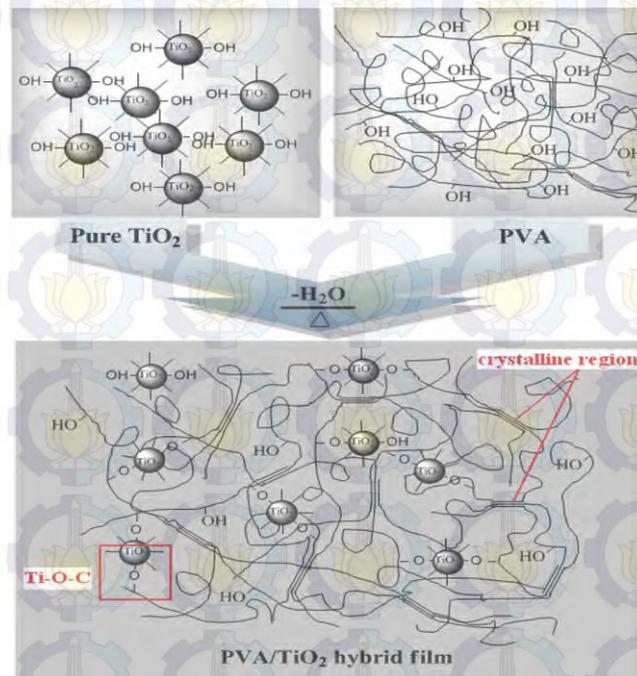
Gambar 2.7 Proses pembuatan lapisan dengan metode *spin coating*

2.6 Karakterisasi Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂

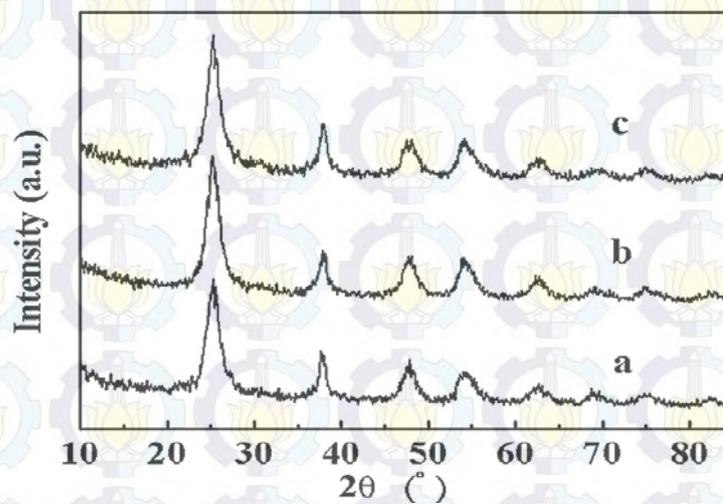
Kualitas lapisan nano komposit dapat dilihat dari segi ketahanannya, sifat kimia, sifat listrik dan sifat optiknya. Dalam aplikasi sebagai fotokatalis, kualitas lapisan dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya struktur morfologi, luas permukaan, struktur kristal dan ukuran partikelnya. Ada beberapa jenis karakterisasi yang harus dilakukan untuk mengetahui hal tersebut. Berikut karakterisasi dan penjelasan dari beberapa hasil penelitian mengenai lapisan nano komposit PVA-TiO₂.

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Y. Song et al. (2014) menunjukkan bahwa lapisan komposit PVA-TiO₂ tanpa pemanasan dan lapisan PVA-TiO₂ dengan pemanasan (120⁰ dan 240⁰C) memiliki pola XRD yang identik atau tidak berubah dibandingkan serbuk TiO₂. Adapun puncak 2θ yaitu 25.28⁰ (101), 37.82⁰ (004), 47.82⁰ (200), 54.18⁰ (106), dan 62.84⁰ (215). Puncak yang terbentuk ini menunjukkan bahwa serbuk TiO₂ yang digunakan adalah fasa anatase. Estimasi ukuran kristal TiO₂ yang dihasilkan pada sampel yang dipanaskan dan tanpa pemanasan masing-masing 5.9 nm dan 5.4 nm. Hasil yang sama ditunjukkan penelitian yang dilakukan oleh (H. Yang, 2015) di mana sampel

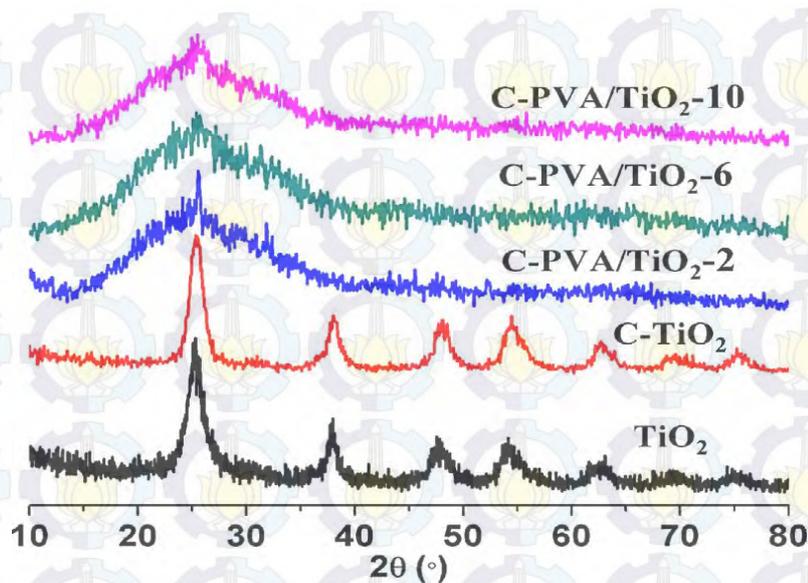
lapisan komposit PVA-TiO₂ yang dikalsinasi pada temperatur 250 °C-260 °C tidak mengalami perubahan fasa terbukti dengan puncak pada sudut 2θ yang dihasilkan. Hal ini mengindikasikan bahwa serbuk TiO₂ dapat terdispersi secara merata pada matriks PVA. Kedua hasil ini membuktikan bahwa proses pemanasan tidak mempengaruhi struktur dan ukuran kristal dari TiO₂.



Gambar 2.8 Skema mekanisme immobilisasi TiO₂ dalam matriks PVA (P.Lei et al., 2012)



Gambar 2.9 Pola XRD (a) PVA-TiO₂, (b) PVA-TiO₂ dipanaskan dan (c) TiO₂ (Y. Song et al, 2014)

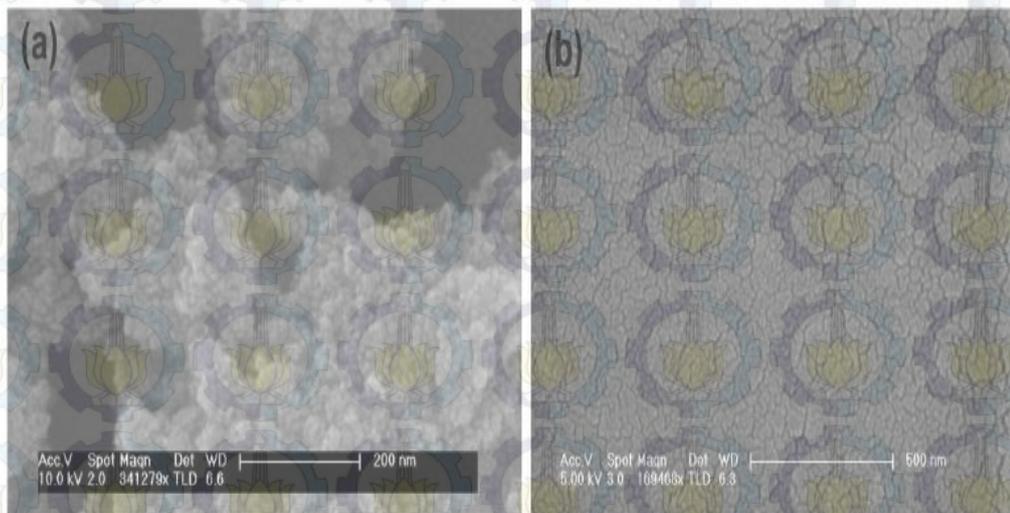


Gambar 2.10 Pola XRD pada TiO_2 , lapisan C- TiO_2 dan lapisan C-PVA/ TiO_2 (H. Yang, 2015)

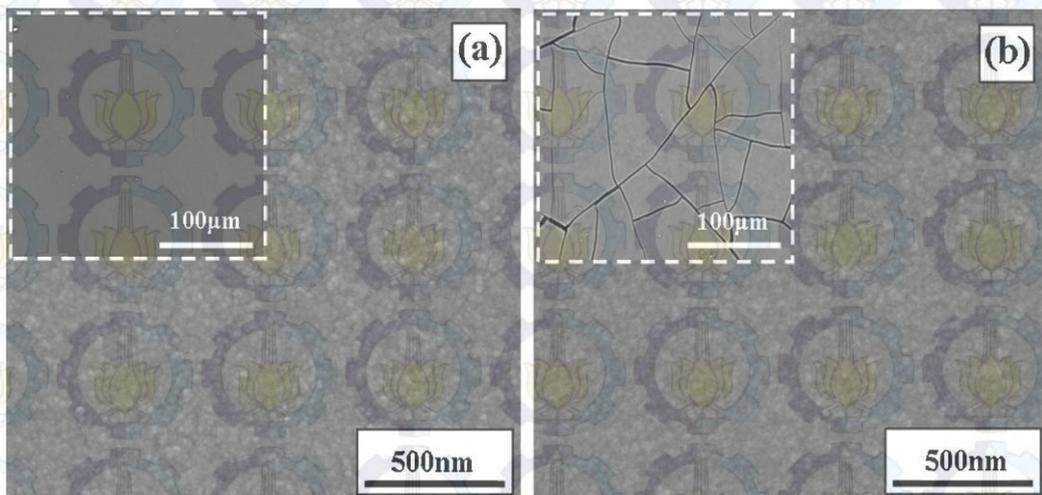
Hasil penelitian yang dilakukan oleh Vishwas (2014) pada Gambar 2.11 struktur mikro partikel nano TiO_2 (a) dan lapisan PVA (b) menggunakan SEM menunjukkan bahwa distribusi partikel nano TiO_2 dan lapisan PVA menunjukkan struktur permukaan yang kasar dengan beberapa retakan dan pori yang kecil. Hasil penelitian lain pada Gambar 2.12 yang dilakukan oleh Y. Song et al. (2014) menunjukkan lapisan komposit PVA- TiO_2 dengan pemanasan dan tanpa pemanasan memiliki struktur morfologi yang halus dengan penyebaran TiO_2 yang merata dengan baik diantara PVA. Pada Gambar 2.12 terdapat retakan yang disebabkan oleh proses pemanasan pada temperatur $120\text{ }^\circ\text{C}$ dan $240\text{ }^\circ\text{C}$. Retakan yang terjadi dapat meningkatkan interaksi antar muka antara PVA dan partikel TiO_2 sekaligus dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis. Hasil penelitian ini membuktikan bahwa proses pemanasan dan tanpa pemanasan tidak mempengaruhi penyebaran TiO_2 dalam PVA.

Selain karakterisasi dengan difraksi sinar-x, juga dilakukan analisis dengan UV-Vis *Spectrophotometer* untuk mengetahui daya absorpsi dan pada lapisan nano komposit PVA- TiO_2 . Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Y. Wang et al. (2009) dan S. Mallakpour (2011) diperoleh grafik spektrum absorpsi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 yang ditampilkan pada Gambar 2.13 bahwa lapisan nano komposit PVA- TiO_2 memiliki nilai absorpsi maksimum

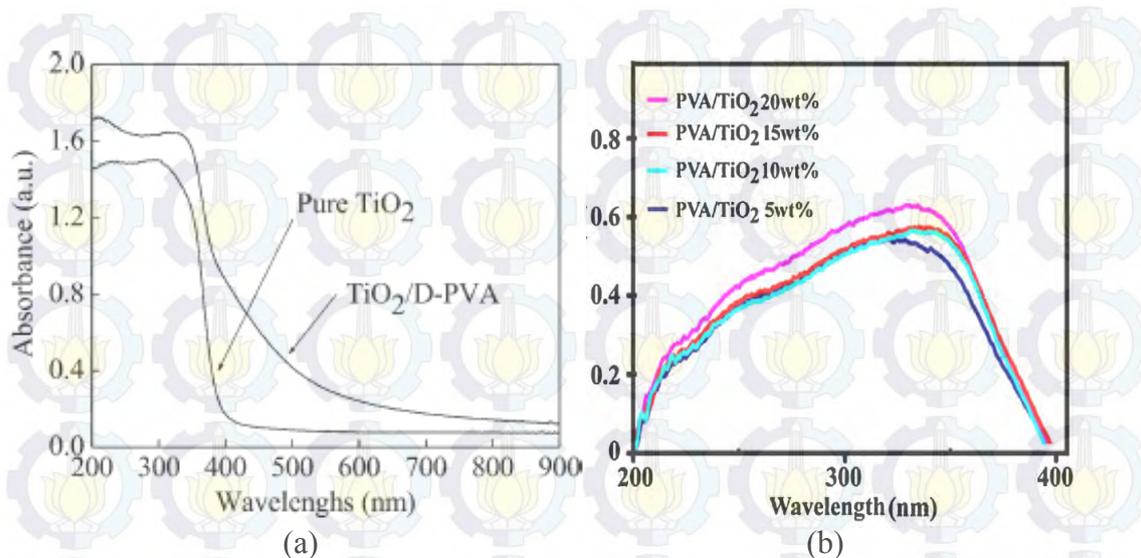
pada panjang gelombang sekitar 350 nm. Perbedaan komposisi pada sampel menyebabkan perbedaan koefisien absorpsi yang diperoleh dimana semakin banyak massa TiO_2 yang digunakan maka semakin tinggi koefisien absorpsi yang diperoleh. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin besar TiO_2 yang ditambahkan pada lapisan PVA maka semakin besar absorpsi yang dihasilkan dan mampu mereduksi daya transmisi pada lapisan komposit.



Gambar 2.11 Morfologi (a) TiO_2 nanopartikel yang dikalsinasi pada 500°C dan (b) lapisan PVA (Vishwas, 2014)



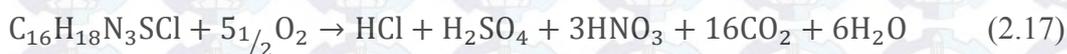
Gambar 2.12 Morfologi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 (a) Tanpa pemanasan dan (b) dipanaskan pada temperatur 180°C dan 240°C (Y. Song et al, 2014)



Gambar 2.13 Spektrum absorbansi lapisan (a) TiO₂ dan TiO₂/D-PVA (Vishwas, 2014) dan (b) PVA dan PVA.TiO₂ (S. Mallakpour and A. Barati, 2011)

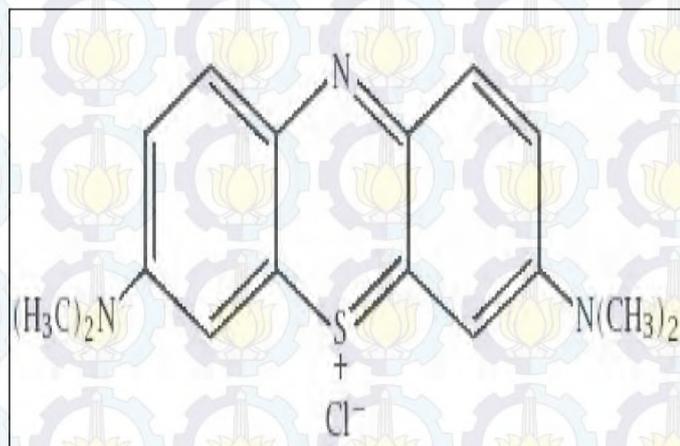
2.7 Degradasi Metilen Biru

Fotodegradasi adalah reaksi pemecahan senyawa oleh adanya cahaya. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, Prinsip fotodegradasi adalah adanya perpindahan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada logam semikonduktor jika terkena energi foton (Carp, 2004). Perpindahan elektron ini menyebabkan timbulnya *hole* (lubang elektron) yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal OH⁻ yang bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik target. Proses fotodegradasi akan diawali dengan oksidasi ion OH⁻ dari H₂O membentuk radikal, setelah suatu semikonduktor (sebagai contoh adalah TiO₂) menyerap cahaya dan membentuk *hole*. Adapun Persamaan reaksi degradasi metilen biru dapat dituliskan pada Persamaan 2.17.



Metilen biru adalah senyawa kimia aromatis heterosiklik dengan rumus molekul C₁₆H₁₈N₃SCl yang digunakan sebagai pewarna thiazine yang kerap digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor, kosmetik dan fungsida pada akuarium. Metilen biru dikenal sebagai kapas biru, helvetia biru, asam biru 93 atau CI 42780. Penggunaan bahan ini mempunyai pengaruh buruk terhadap filtrasi biologi dan kemampuan warnanya untuk melekat pada

kulit, pakaian, dekorasi akuarium dan peralatan lainnya termasuk lem akuarium. Struktur metilen biru ditampilkan pada Gambar 2.14.

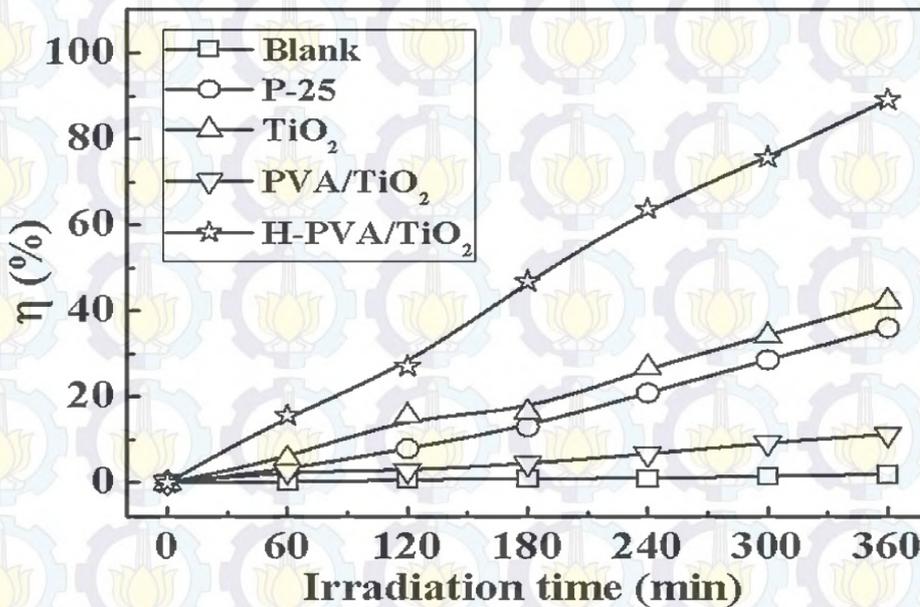
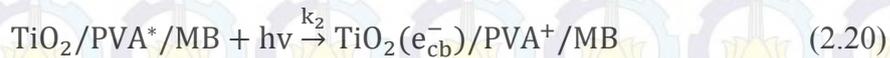


Gambar 2.14 Struktur metilen biru

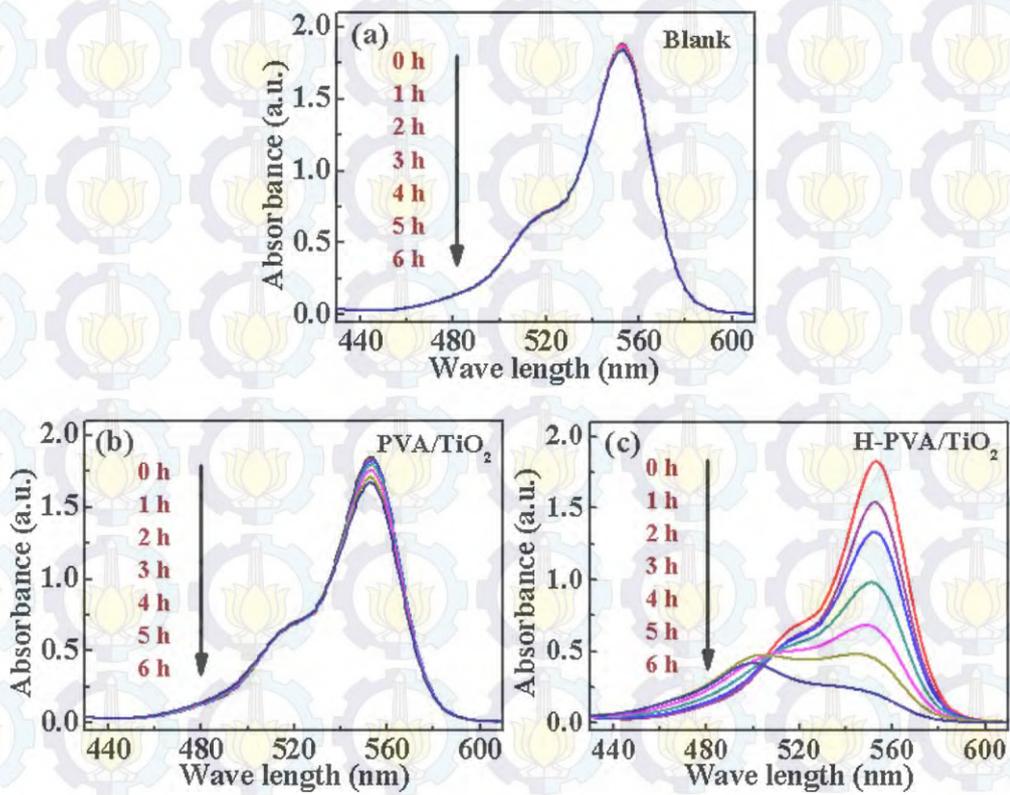
Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap pada suhu kamar. Senyawa ini menghasilkan larutan berwarna biru ketika dilarutkan dalam air atau alkohol. Larutan metilen biru dapat memberikan warna biru apabila berada pada lingkungan dengan tingkat oksidasi yang tinggi. Memiliki berat molekul 319.86 gr/mol, dengan titik lebur di 105 °C dan daya larut sebesar 4,36 x 10⁴ mg/L. Metilen biru merupakan fotosensitizer yang digunakan untuk membuat oksigen singlet apabila terkena oksigen dan cahaya. Hal ini digunakan untuk membuat peroksida organik oleh reaksi Diels-Alder. Dalam penelitian mengenai fotokatalis, larutan ini digunakan untuk bahan penelitian sebagai salah satu polutan standar. Ada beberapa larutan atau zat pewarna lain yang juga sering digunakan diantaranya metal orange (MO), rhodamine A (RhA) dan rhodamine B (Rh B).

Beberapa hasil pengujian degradasi Rhodamine B (RhB) dan Metil Orange (MO) oleh fotokatalis komposit PVA-TiO₂ dengan proses pemanasan, tanpa pemanasan dan variasi komposisi ditampilkan pada Gambar 2.15 dan Gambar 2.16 yang menunjukkan H-PVA/TiO₂ mampu mendegradasi konsentrasi larutan Rhodamine B lebih besar daripada sampel PVA/TiO₂ yang tidak diberi pemanasan. Proses pemanasan pada lapisan dapat menimbulkan retakan yang dapat memperluas daerah antar muka antara matriks dan filler sehingga immobilisasi TiO₂ dalam PVA lebih optimal.

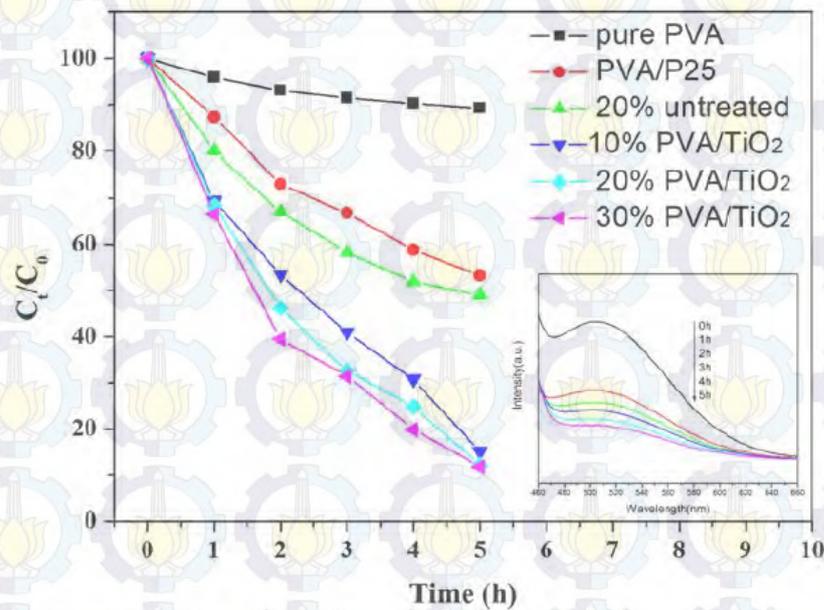
Secara rinci, proses reaksi degradasi metilen biru oleh lapisan PVA-TiO₂ ditampilkan pada persamaan reaksi 2.18 sampai 2.28 (Y. Wang, et al, 2009).



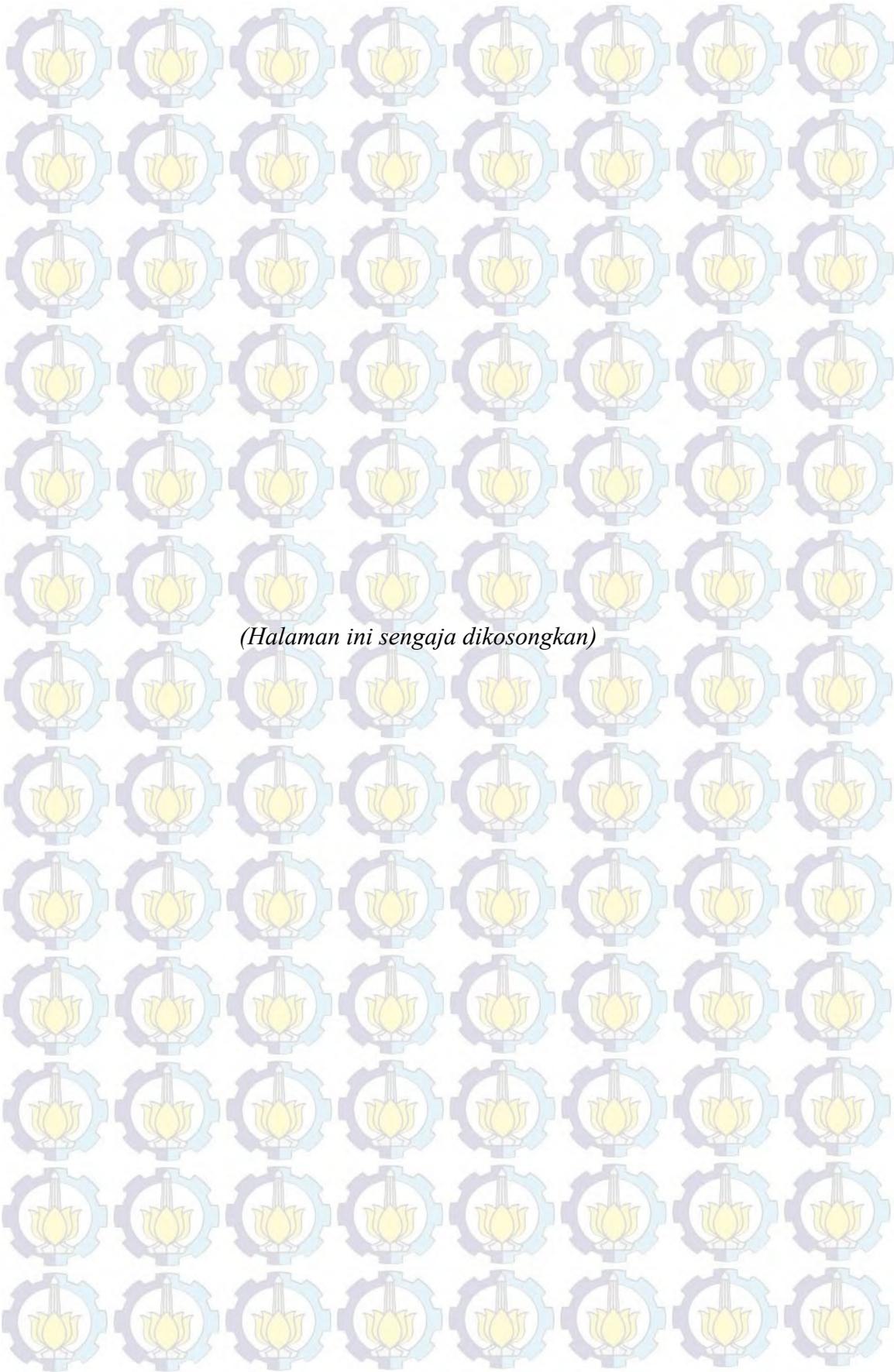
Gambar 2.15 Fotodegradasi pada Rhodamine B selama 6 jam penyinaran (Y. Song et al., 2014)



Gambar 2.16 Spektrum absorbansi degradasi Rhodamine B



Gambar 2.17 Aktivitas fotokatalis nano komposit PVA/TiO₂ dalam mendegradasi larutan metal orange (MO) (X. Liu et al, 2015)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 3

METODE PENELITIAN

Pada bagian ini akan dijelaskan tahapan penelitian, metode, peralatan dan bahan, karakterisasi serta analisis yang digunakan. Kegiatan penelitian dilakukan di Laboratorium Optoelektronika dan EM Terapan untuk sintesis serbuk TiO_2 , pembuatan lapisan dan pengujian aktivitas fotokatalis, Laboratorium Zat Padat untuk pengambilan data absorbansi, Laboratorium Energi dan Rekayasa untuk pengambilan data menggunakan DSC-TGA dan XRD sedangkan Laboratorium Mikro Struktur UNM Makassar untuk data SEM. Estimasi ukuran kristal dianalisis menggunakan MAUD dan parameter kisi serbuk TiO_2 dianalisis dengan metode Rietveld.

3.1 Peralatan dan Bahan

Bahan yang digunakan dalam sintesis serbuk TiO_2 nano partikel dan pembuatan lapisan komposit PVA- TiO_2 terdiri dari larutan TiCl_3 (15%) (*merck*), larutan NH_4OH (28,9%) (*Aldrich*), *Polyvinyl Alcohol* (PVA) (*Mw Approx 60000*), *Methylene Blue*, air destilasi (*aquades*), substrat kaca silica *amorf*, alkohol dan aseton.

Peralatan yang digunakan dalam sintesis TiO_2 nano partikel dan pembuatan lapisan komposit PVA- TiO_2 terdiri dari gelas *becker*, tabung ukur, *magnetic stirrer*, pipet, spatula, mortal, cawan keramik, timbangan digital, termometer atau termokopel, pH meter atau *universal indicator*, *hot plate stirrer*, *aluminium foil*, *furnace* dan *ultrasonic cleaner*, lampu UV 25 Watt dan *spin coater*.

3.2 Prosedur Kerja

Proses sintesis TiO_2 nanopartikel menggunakan metode kopresipitasi sedangkan pembuatan lapisan komposit PVA- TiO_2 dengan metode *spin coating*. Secara rinci proses sintesis serbuk TiO_2 , fabrikasi lapisan komposit dan karakterisasinya dijelaskan pada bagian selanjutnya.

3.2.1 Sintesis TiO₂ Nanopartikel

Larutan TiCl₃ 15% sebanyak 20 ml dicampurkan dengan air destilasi sebanyak 100 ml ke dalam gelas *becker* dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam. Selanjutnya, menambahkan (titrasi) larutan NH₄OH 28,9% ke dalam larutan TiCl₃ hingga pH larutan mencapai 9-12. Setelah itu, larutan diaduk kembali hingga berwarna putih kemudian diendapkan kurang lebih 24 jam. Selama proses pengendapan dilakukan pencucian dan penyaringan endapan putih hingga pH larutan mencapai 7. Hasil endapan putih kemudian dikalsinasi pada temperatur 400 °C selama 3 jam dalam *furnace* dan digerus menggunakan mortal hingga butiran sampel semakin halus. Kalsinasi ini bertujuan untuk memperoleh serbuk TiO₂ fasa *anatase*.

3.2.2 Pembuatan Lapisan Komposit PVA-TiO₂

Persiapan substrat dimulai dengan memotong substrat kaca silica *amorf* dengan ukuran 2x2 cm, 2x1 cm dan 1x1 cm kemudian menghaluskan sisinya dengan amplas atau sejenisnya dan dicuci dengan aseton atau sabun dan dibilas dengan aquades. Selanjutnya, bersihkan kembali substrat kaca menggunakan *ultrasonic cleaner*.

Persiapan pembuatan larutan suspensi dimulai dengan menimbang serbuk TiO₂ dan serbuk PVA pada neraca digital dengan perbandingan yang telah ditentukan. Selanjutnya, serbuk PVA dicampurkan dengan air destilasi dan diaduk dengan *magnetic stirrer* pada temperatur 90 °C selama 2 jam. Selanjutnya, serbuk TiO₂ dicampurkan ke dalam larutan PVA kemudian diaduk kembali selama 2 jam tanpa proses pemanasan.

Pembuatan lapisan komposit dimulai dengan meletakkan substrat kaca yang berukuran 2x2 cm, 2x1 cm dan 1x1 cm pada *spin coater* kemudian meneteskan larutan suspensi larutan PVA-TiO₂ pada permukaan substrat kaca silica *amorf*. Sampel diputar dengan kecepatan 1500 rpm selama 30 detik menggunakan *spin coater*. Setelah itu semua sampel dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit.

3.2.3 Karakterisasi Serbuk TiO₂ dan Lapisan Komposit PVA-TiO₂

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini terbagi menjadi dua bagian yaitu karakterisasi serbuk TiO₂ dan karakterisasi lapisan PVA-TiO₂. Adapun alat yang digunakan untuk karakterisasi terdiri dari DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermal Gravimetric Analyzer*), XRD (*Philips Xpert XRD*), *Scanning Electron Microscopy* (SEM EVO MA 10) dan UV-Vis *Spectrophotometer* (Genesis 10S UV-Vis).

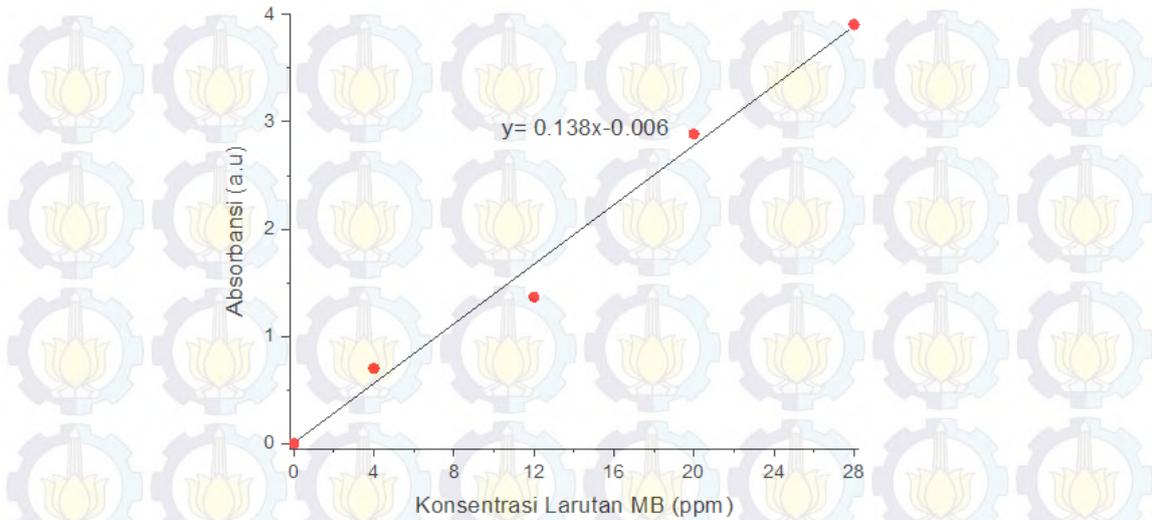
- a. DSC-TGA untuk mengetahui reaksi yang terjadi selama pemanasan dan besarnya pengurangan massa TiO₂ akibat pemanasan. Sampel TiO₂ yang diukur adalah nano-powder TiO₂. Alat ini akan mencatat secara otomatis perubahan berat sebagai fungsi temperatur atau waktu. Sampel dipanaskan dengan kecepatan konstan antara 1 – 20 °C/menit.
- b. XRD untuk mengidentifikasi kristal/fase yang terbentuk pada sampel.
- c. SEM untuk mengetahui struktur mikro dan tebal lapisan
- d. UV-Vis Spectrophotometer untuk pengukuran nilai absorbansi sampel

3.2.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis Menggunakan *Methylene Blue*

Tahap pengujian ini dimulai dengan menyiapkan wadah atau chamber yang tidak tembus cahaya kemudian diisi dengan larutan *methylene blue* secukupnya. Sebelum melakukan pengujian, terlebih dahulu mengkalibrasi larutan metilen biru dengan variasi konsentrasi yaitu 4.0 ppm, 12.0 ppm, 20.0 ppm dan 28.0 ppm seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.1. Tujuannya adalah untuk memperoleh Persamaan linear dari grafik hubungan antara konsentrasi dan koefisien absorbansi yang akan digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan metilen biru setelah penyinaran lampu UV dalam satuan ppm.

Tabel 3.1 Pembuatan kurva standar metilen biru

Massa (gr)	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (a.u)
0	0	0
0,001	4,0	0,701
0,003	12,0	1,365
0,005	20,0	2,886
0,007	28,0	3,906



Gambar 3.1 Kurva standar konsentrasi larutan metilen biru

Pengujian sampel lapisan PVA-TiO₂ diawali dengan mengaduk dan merendam sampel selama 1 jam ke dalam gelas *becker* yang berisi larutan *methylene blue*. Selanjutnya, sampel lapisan PVA-TiO₂ diangkat dan disinari dengan menggunakan lampu UV 25 Watt kemudian diukur nilai absorbansinya. Kegiatan ini dilakukan setiap 1 jam selama 5 jam. Data absorbansi yang diperoleh kemudian digunakan untuk menentukan persentase degradasi konsentrasi pada larutan metilen biru selama waktu penyinaran yang ditunjukkan pada Persamaan (3.1) berikut ini:

$$\%D = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

dengan:

$\%D$ = Persen degradasi (%)

C_0 = Konsentrasi awal (sebelum penyinaran) (ppm)

C_t = Konsentrasi setelah penyinaran selama waktu t (ppm)

Adapun untuk menentukan laju degradasi fotokatalis dapat dihitung dengan menggunakan Persamaan 3.2 berikut ini:

$$C = C_0 e^{-kt} \quad (3.2)$$

$$k = \ln\left(\frac{C_0}{C}\right) \quad (3.3)$$

dengan:

k = Laju degradasi (ppm/menit)

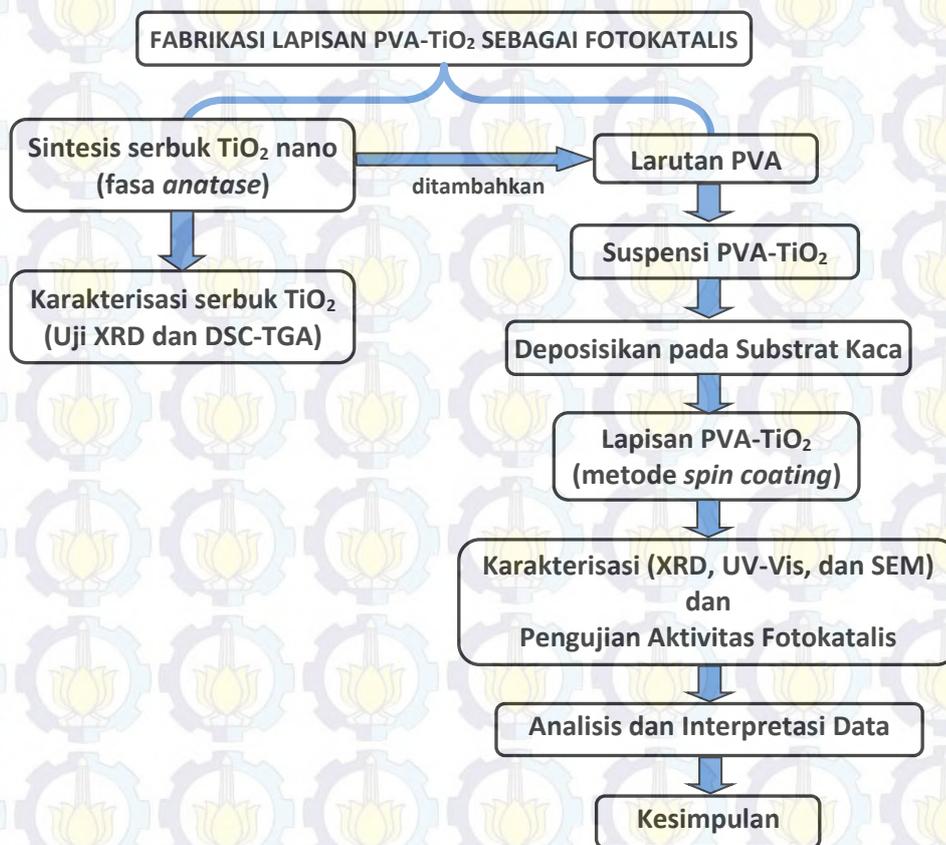
C_0 = Konsentrasi awal (sebelum penyinaran) (ppm)

C = Konsentrasi setelah penyinaran selama waktu t (ppm)

Secara rinci pengujian aktivitas fotokatalis dibagi dalam dua kondisi yaitu

1. Reaksi fotolisis : *Methylene blue* tanpa lapisan PVA-TiO₂ dan lampu UV dalam keadaan menyala.
2. Reaksi fotokatalisis : *Methylene blue* dengan lapisan PVA-TiO₂, lampu UV dalam keadaan menyala.

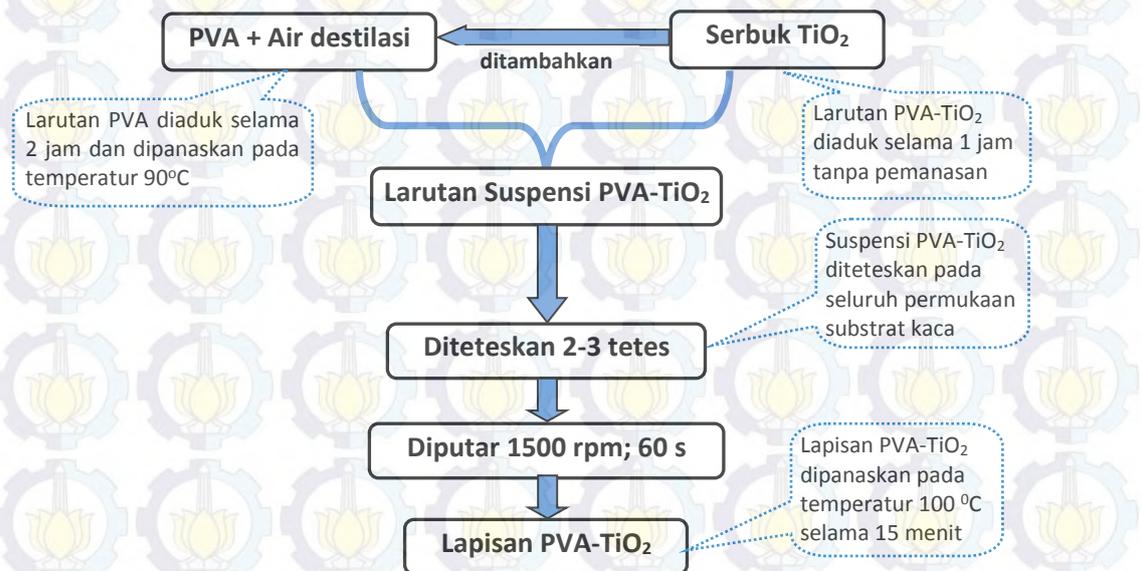
3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.2 Diagram alir penelitian



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis serbuk TiO₂



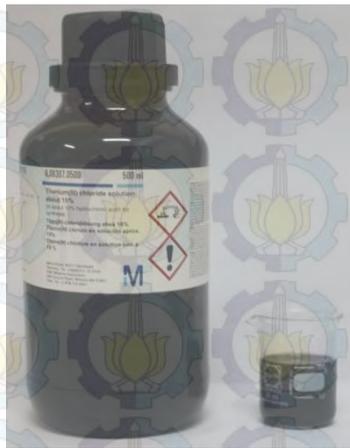
Gambar 3.4 Diagram alir fabrikasi lapisan PVA-TiO₂



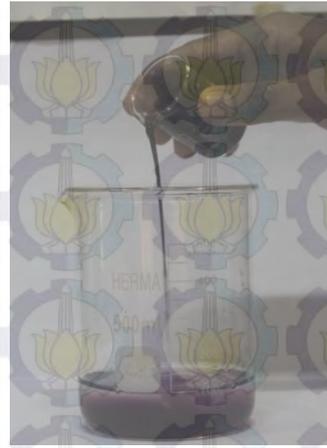
Gambar 3.5 Diagram alir pengujian aktivitas fotokatalis pada lapisan PVA-TiO₂



Aquades 100 ml



Larutan TiCl_3 15% 20 ml



Larutan TiCl_3 + aquades



Pengadukan larutan TiCl_3 + aquades



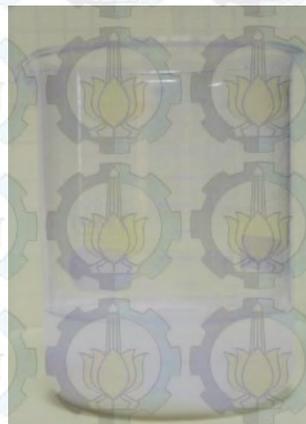
Titrasi NH_4OH ke dalam larutan



Pengukuran pH larutan prekursor



Pengadukan sampai larutan berwarna putih



Presipitat berwarna putih

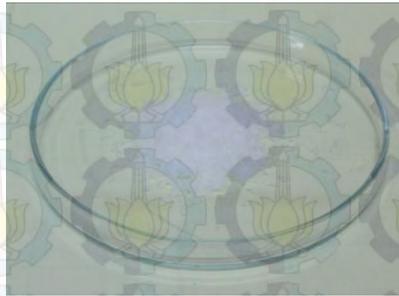


Serbuk TiO_2 yang telah dikalsinasi

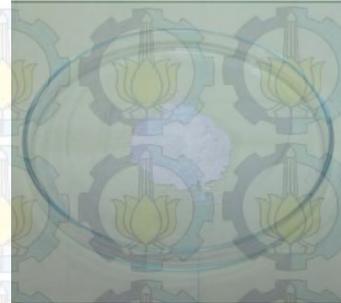
Gambar 3.6 Sintesis serbuk TiO_2 dengan metode kopresipitasi



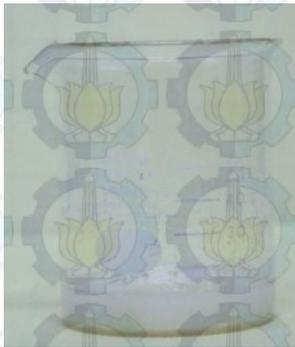
PVA merck (Mw 60000)



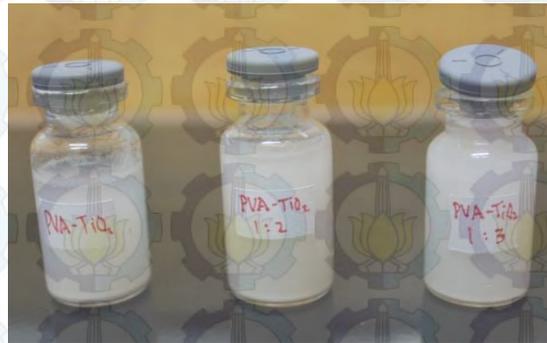
Serbuk PVA



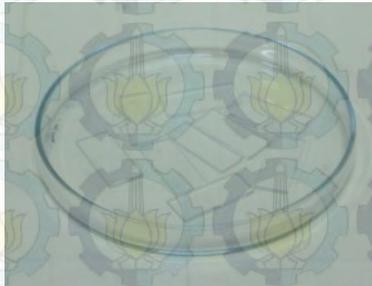
Serbuk TiO₂ fasa anatase



Larutan Suspensi PVA-TiO₂



Larutan Suspensi PVA-TiO₂ dengan variasi komposisi



Substrat kaca silica amorf



Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂ yang dideposisikan pada substrat kaca dengan berbagai dimensi



Spin Coater

Gambar 3.7 Peralatan dan bahan yang digunakan untuk fabrikasi lapisan



(XRD Philips X-Pert)



(SEM EVO MA 10)



UV-Vis Spectrophotometer (Genesis 10 S UV-Vis)

Gambar 3.8 Alat karakterisasi yang digunakan

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

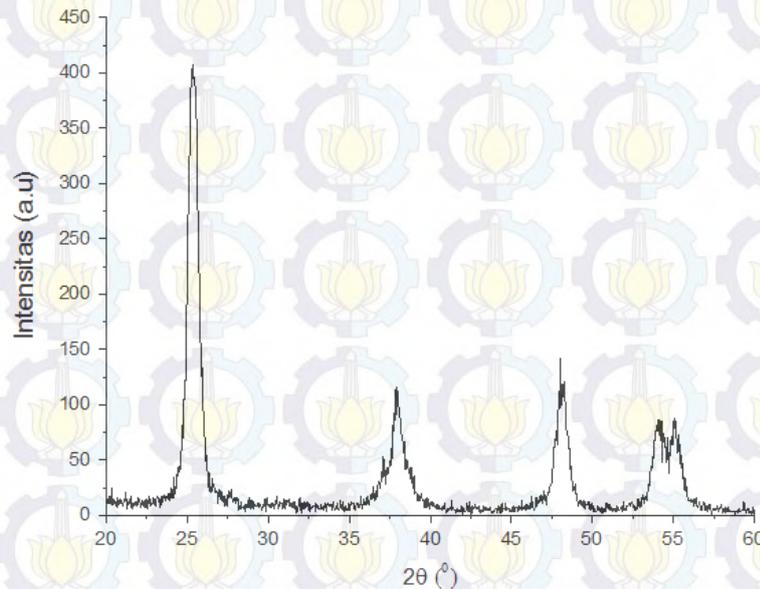
Pada Bab 4 ini akan ditampilkan hasil karakterisasi, pengukuran data, analisis dan pembahasan mengenai karakteristik dari serbuk TiO_2 fase anatase yang disintesis dengan metode kopresipitasi dan lapisan PVA- TiO_2 yang difabrikasi dengan metode *spin coating*. Serbuk TiO_2 dikarakterisasi menggunakan DSC-TGA (*Differential Scanning Calorimetry-Thermal Gravimetric Analyzer*) untuk mengetahui dekomposisi dan pembentukan fase dan identifikasi kristal/fase menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) sedangkan estimasi ukuran kristal dan parameter kisi dianalisis menggunakan MAUD dan metode *Rietveld* sedangkan lapisan PVA- TiO_2 dikarakterisasi menggunakan XRD, UV-Vis *Spectrophotometer* untuk pengukuran nilai absorbansi, dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui struktur mikro dan tebal lapisan serta pengujian aktivitas fotokatalis menggunakan larutan metilen biru sebagai polutan standar.

4.1. Karakterisasi dan Analisis Serbuk TiO_2

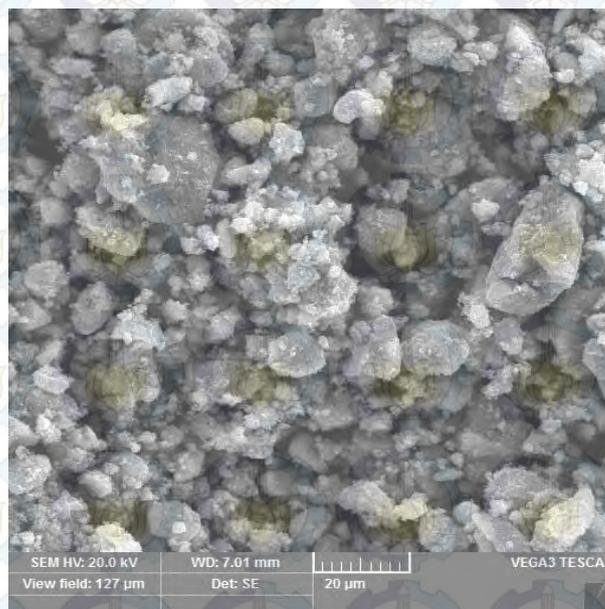
Berdasarkan kurva DSC-TGA (lihat Lampiran 1) dan penelitian sebelumnya (Widaryanti, H.N, 2013) diketahui bahwa temperatur kalsinasi serbuk TiO_2 fasa anatase dapat diperoleh pada temperatur 400 °C. Sintesis serbuk TiO_2 dilakukan sesuai dengan prosedur sintesis pada Bab 3 penelitian ini. Serbuk TiO_2 yang dikalsinasi pada temperatur 400 °C selama 3 jam berwarna putih. Selanjutnya, dilakukan karakterisasi XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari sampel tersebut. Pola difraksi sinar-X yang terbentuk menunjukkan bahwa serbuk TiO_2 yang dihasilkan adalah fase anatase dengan puncak sudut 2θ yaitu 25.34°, 37.90°, 48.02°, 54.14°, 55.10, dst. Hasil ini sesuai dengan *search match 2!* data ICSD *Collection Code 202243* oleh Burdett, J.K (1997) (lihat Lampiran 3).

Berdasarkan hasil analisis menggunakan MAUD menunjukkan bahwa serbuk TiO_2 yang disintesis pada pH 9 selama 5 jam pengadukan kemudian dikalsinasi pada temperatur 400 °C selama 3 jam memiliki ukuran butir $11,28 \pm$

2,65 nm (lihat Lampiran 2). Adapun hasil *refinement* menggunakan metode Rietveld menunjukkan bahwa temperatur kalsinasi yang diberikan tidak merubah struktur kristal serbuk TiO₂. Hal ini ditunjukkan pada nilai parameter kisi serbuk yang tidak mengalami pergeseran yang signifikan atau sesuai data ICSD (lihat Lampiran 3).



Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X serbuk TiO₂ yang disintesis pada pH 9 selama 5 jam pengadukan



Gambar 4.2 Morfologi serbuk TiO₂ yang disintesis pada pH 9 selama 5 jam pengadukan

4.2. Hasil Fabrikasi Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂

Dimensi substrat kaca yang digunakan dibagi menjadi tiga ukuran yaitu 1x1 cm untuk pengujian pada XRD dan SEM, 2x1 cm untuk pengukuran absorbansi dan 2x2 cm untuk pengujian aktivitas fotokatalis. Komposisi larutan suspensi antara PVA dan TiO₂ yang digunakan terdiri dari 1:1 (sampel PVA-TiO₂ A), 1:2 (sampel PVA-TiO₂ B) dan 1:3 (sampel PVA-TiO₂ C). Proses pelapisan (*coating*) dilakukan sebanyak tiga kali setiap sampel. Hal ini bertujuan untuk meratakan partikel TiO₂ pada matriks PVA. Adapun sampel perbandingan yang digunakan lapisan PVA dan lapisan TiO₂.

Proses preparasi lapisan dibagi menjadi tiga tahapan yaitu dimulai dengan penetasan larutan suspensi yang dideposisikan pada substrat kaca pada kecepatan 500 rpm hingga seluruh permukaan substrat kaca terisi larutan suspensi. Selanjutnya kecepatan putar dinaikkan menjadi 1500 rpm selama 30 detik agar larutan suspensi tersebar merata pada permukaan substrat kaca. Tahap selanjutnya yaitu mengeringkan sampel pada temperatur 100 °C selama 15 menit. Hal ini bertujuan untuk pemurnian lapisan dan menghilangkan kandungan H₂O pada sampel. Larutan suspensi dan lapisan PVA-TiO₂ ditampilkan pada Gambar 4.3 dan Gambar 4.4.



Gambar 4.3 Larutan suspensi PVA-TiO₂ dengan berbagai komposisi



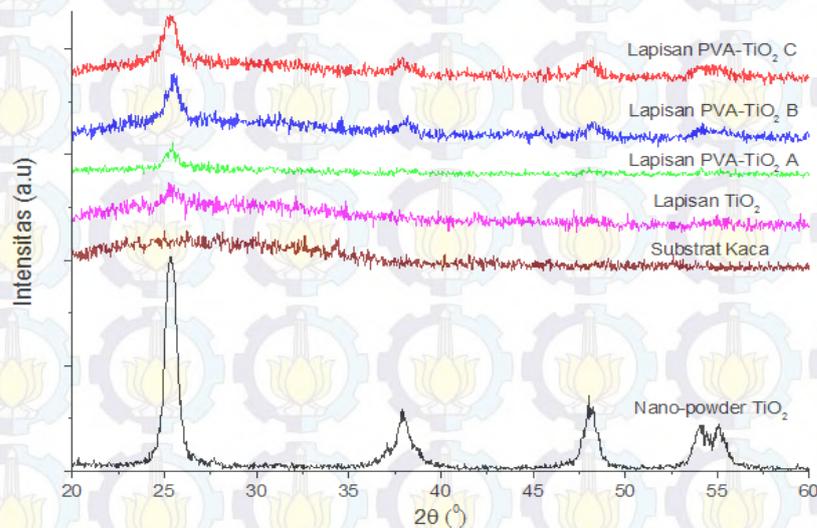
Gambar 4.4 Hasil fabrikasi lapisan nano komposit PVA-TiO₂ dengan metode *spin coating*

Tabel 4.1 Parameter dan kode sampel

Kode Sampel	Keterangan
Nano-powder TiO ₂	Serbuk TiO ₂ yang disintesis menggunakan prekursor TiCl ₃ ditambahkan NH ₄ OH dengan pH 9 selama 5 jam pengadukan
Lapisan TiO ₂	Serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dan dipanaskan pada temperatur 450 °C selama 15 menit
Lapisan PVA	Larutan PVA dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ A	Larutan PVA ditambahkan serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:1 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ B	Larutan PVA ditambahkan serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:2 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ C	Larutan PVA ditambahkan serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:3 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit

4.3. Struktur Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂

Lapisan yang telah difabrikasi akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui perubahan fasa yang terjadi setelah berbentuk lapisan sedangkan morfologi dan tebal lapisan dikarakterisasi menggunakan SEM. Pola difraksi sinar-X ditampilkan pada Gambar 4.5 sedangkan struktur morfologi dan tebal lapisan ditampilkan pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7.



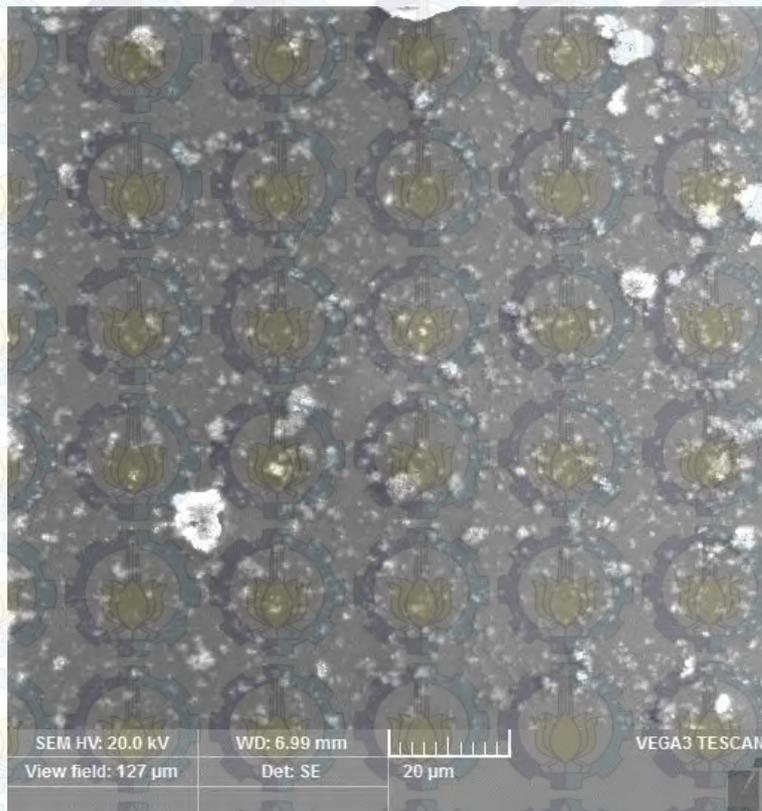
Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X serbuk TiO₂, substrat kaca dan lapisan

Pola difraksi sinar-X menunjukkan bahwa serbuk TiO₂ yang difabrikasi menjadi lapisan PVA-TiO₂ tidak mengalami perubahan fasa. Hal ini dibuktikan dengan pola difraksi lapisan PVA-TiO₂ tidak mengalami pergeseran puncak yang signifikan dengan sudut 2θ sesuai dengan sampel serbuk TiO₂ dari data ICSD yang digunakan dan hasil penelitian yang dilakukan oleh (Y. Song et al, 2014). Pola difraksi lapisan yang dihasilkan menunjukkan jumlah puncak yang berbeda yaitu sampel PVA-TiO₂ A dan lapisan TiO₂ hanya memiliki satu puncak pada sudut 2θ masing-masing $25,46^\circ$ dan $25,26^\circ$ sedangkan sampel PVA-TiO₂ B dan PVA-TiO₂ C memiliki jumlah puncak yang sama dengan sampel serbuk TiO₂ (lihat Lampiran 2). Berdasarkan data XRD, diperoleh perbedaan sudut 2θ atau sudut hamburan pada setiap sampel lapisan dan serbuk TiO₂. Perbedaan jumlah puncak ini disebabkan oleh pada sampel PVA-TiO₂ A dan lapisan TiO₂ masih terbentuk lapisan yang bersifat amorf. Terbentuknya fasa amorf pada lapisan disebabkan partikel-partikel TiO₂ tidak memiliki energi yang cukup untuk

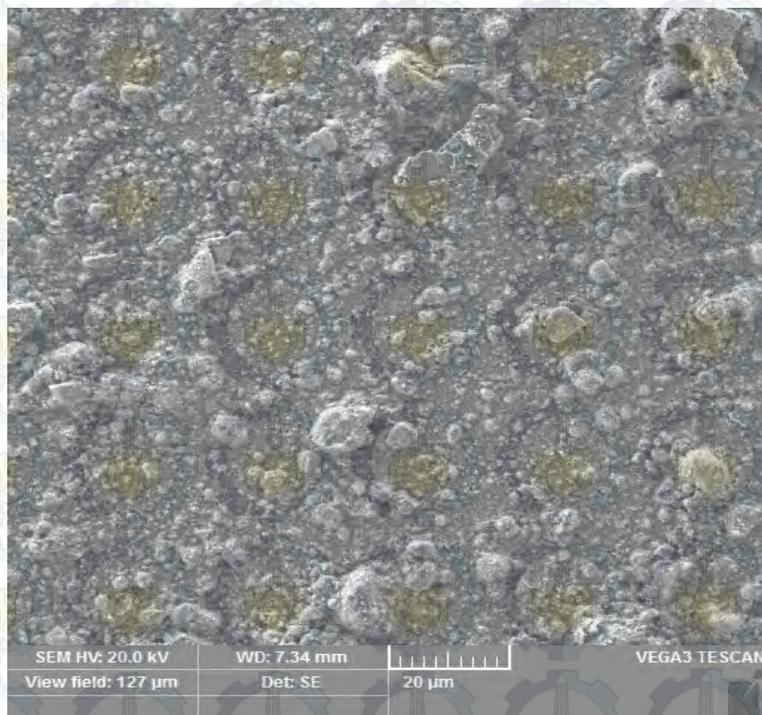
melakukan proses kristalisasi dan penyesuaian swaorientation (*self orientation*). Ketika sinar-X mengenai kristal pada permukaan sampel lapisan dengan sudut 2θ maka kristal akan mendifraksikan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sesuai dengan jarak antar kisi, Hal ini berarti bahwa sudut difraksi ditentukan oleh tetapan kisi sedangkan tetapan kisi yang ideal ditentukan oleh kesempurnaan kristal yang terbentuk selama pembentukan lapisan. Berdasarkan penjelasan di atas dapat dikatakan bahwa pada sampel lapisan yang dideposisikan pada substrat kaca dengan pemanasan pada temperatur $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 15 menit telah terjadi proses rekristalisasi pembentukan struktur anatase.

Pola difraksi sinar-X pada setiap sampel juga menunjukkan intensitas tinggi puncak yang berbeda-beda seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.5. Sampel lapisan PVA-TiO₂ C dan PVA-TiO₂ B memiliki intensitas puncak yang identik dan lebih tinggi daripada sampel lapisan PVA-TiO₂ A dan lapisan TiO₂. Tinggi puncak pada sudut *Bragg* pada sampel lapisan berkaitan dengan kesempurnaan struktur kristal yang terbentuk pada sampel lapisan, dimana semakin tinggi intensitas puncak maka struktur kristal yang terbentuk semakin mendekati sempurna. Intensitas puncak pada sampel lapisan ini dipengaruhi oleh persentase massa TiO₂ yang diberikan pada sampel. Semakin banyak massa TiO₂ yang diberikan maka semakin tinggi intensitas puncak pola difraksi yang dihasilkan. Berdasarkan penjelasan di atas dapat dikatakan bahwa sampel PVA-TiO₂ C dan PVA-TiO₂ B memiliki struktur kristal yang lebih baik daripada sampel PVA-TiO₂ A dan lapisan TiO₂.

Pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 menampilkan morfologi dari lapisan PVA-TiO₂ yang memiliki permukaan yang halus dan lapisan TiO₂ yang mengalami aglomerasi di mana dengan ukuran partikel yang lebih besar dengan distribusi TiO₂ yang relatif merata di atas permukaan substrat kaca. Proses aglomerasi pada sampel dipengaruhi oleh temperatur pemanasan yang diberikan pada sampel lapisan TiO₂ yaitu 450°C dimana semakin tinggi temperatur maka semakin besar ukuran partikel yang terbentuk. Temperatur pemanasan atau kalsinasi juga mempengaruhi proses difusi material dalam pembentukan distribusi partikel-partikel TiO₂ pada permukaan substrat kaca dimana semakin tinggi temperatur maka semakin teratur distribusi partikel yang terbentuk.



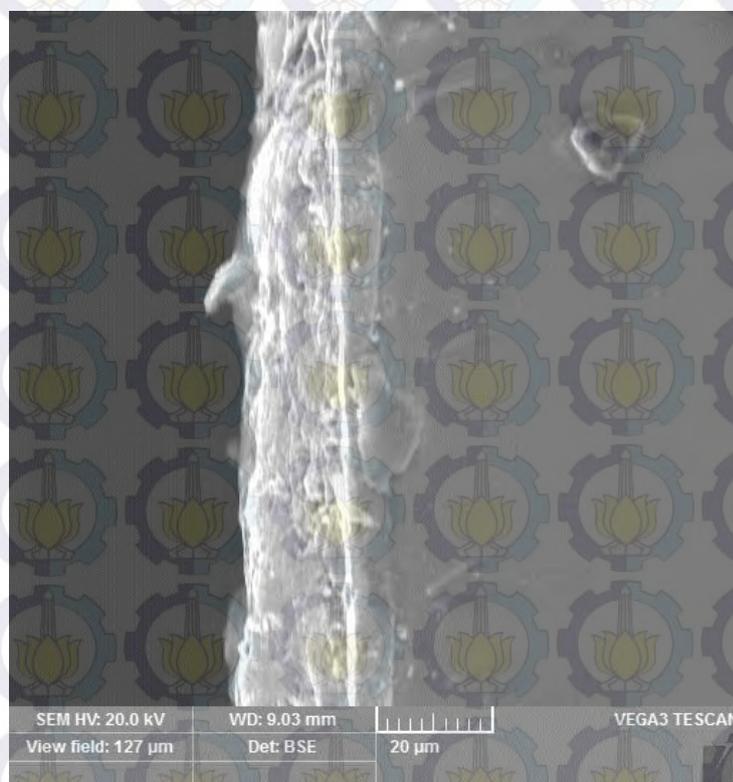
Gambar 4.6 Morfologi lapisan PVA-TiO₂ menggunakan SEM



Gambar 4.7 Morfologi lapisan TiO₂ menggunakan SEM



Gambar 4.8 Penampang lintang lapisan PVA-TiO₂ menggunakan SEM



Gambar 4.9 Penampang lintang lapisan TiO₂ menggunakan SEM

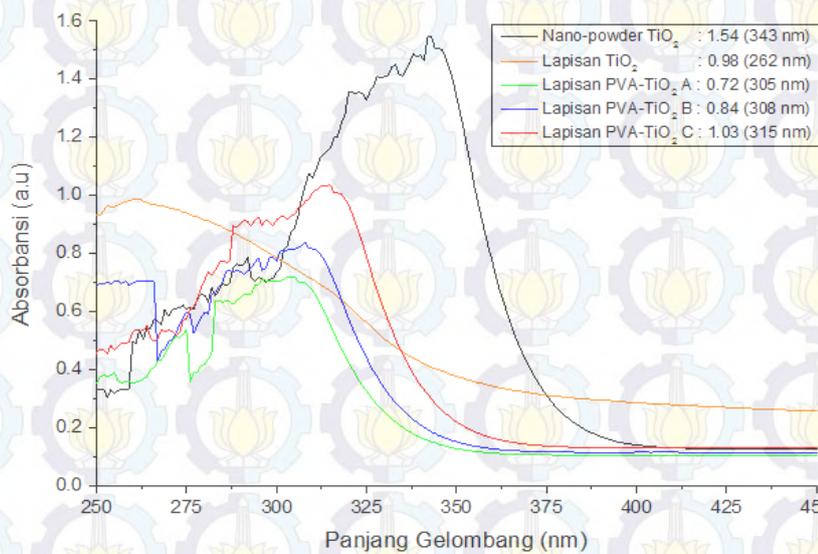
Pada Gambar 4.6 menampilkan morfologi lapisan PVA-TiO₂ yang terdiri dari matriks lapisan PVA dan partikel TiO₂ yang berada di atas permukaan PVA. Pada sampel PVA-TiO₂ juga terbentuk aglomerasi meskipun tidak sebanyak sampel lapisan TiO₂. Hal ini disebabkan temperatur pemanasan yang diberikan lebih rendah daripada sampel lapisan TiO₂ yaitu 100 °C. Secara keseluruhan partikel-partikel TiO₂ dapat terdispersi secara merata pada matriks PVA. Jika dibandingkan dengan lapisan TiO₂ yang ditampilkan pada Gambar 4.8 dan Gambar 4.9. Lapisan PVA-TiO₂ memiliki struktur permukaan yang lebih halus dan rata dengan perbesaran 20 µm. Permukaan halus pada lapisan ini disebabkan oleh karakteristik yang dimiliki oleh PVA yang berfungsi sebagai matriks dan *binder*. Struktur penampang lintang sampel lapisan TiO₂ dan PVA-TiO₂ ditampilkan pada Gambar 4.8 dan 4.9. Adapun tebal lapisan TiO₂ dan lapisan PVA-TiO₂ yang dihasilkan adalah sekitar 20 µm. Berdasarkan Gambar 4.8 dan 4.9 terbukti bahwa penampang lintang lapisan nano komposit PVA-TiO₂ memiliki struktur permukaan yang lebih baik daripada lapisan TiO₂.

4.4. Sifat Optik Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂

Nilai absorbansi maksimum dan panjang gelombang yang diperoleh pada setiap sampel berbeda tetapi memiliki pola spektrum absorbansi yang sama. Pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa serbuk TiO₂ setelah difabrikasi dalam bentuk lapisan mengalami penurunan nilai absorbansi dan pergeseran panjang gelombang. Sampel PVA-TiO₂ A, B dan C memiliki absorbansi maksimum secara berurutan 0,72 (305 nm), 0,84 (308 nm) dan 1,03 (315 nm) sedangkan lapisan TiO₂ 0,98 (262 nm).

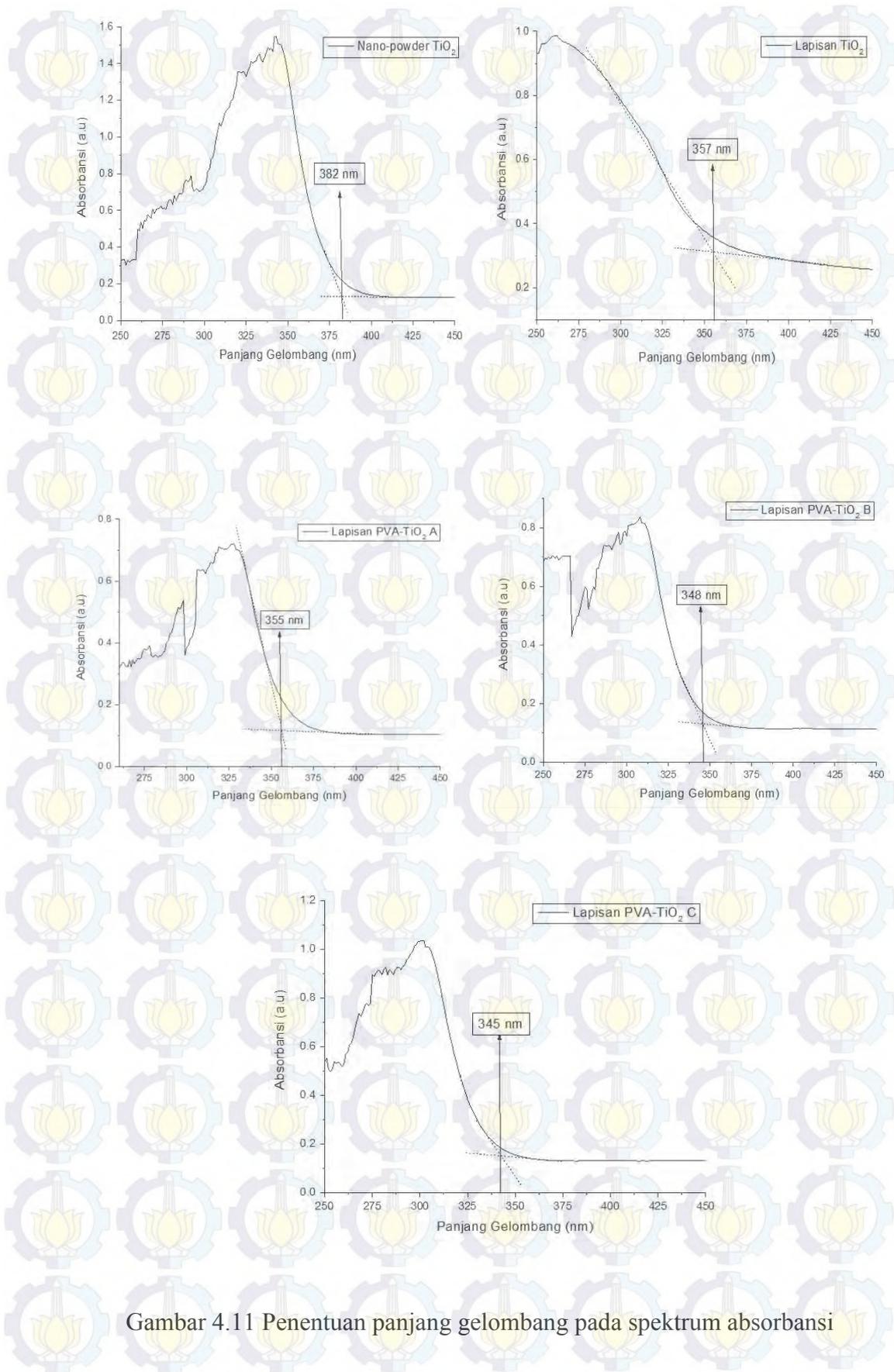
Perbedaan nilai koefisien absorbansi yang diperoleh pada sampel dipengaruhi oleh persentase massa TiO₂. Semakin tebal (tidak transparan) lapisan yang terbentuk akan menyebabkan nilai absorbansi semakin tinggi. Semakin banyak massa TiO₂ yang diberikan maka semakin banyak atom-atom yang menyerap berkas cahaya atau sinar UV. Pergeseran panjang gelombang ini disebabkan oleh distorsi yang cukup kuat setelah serbuk TiO₂ dibentuk lapisan. PVA yang berfungsi sebagai matriks dan *binder* mampu mengikat partikel-partikel TiO₂. Keadaan ini menyebabkan atom-atom sulit tereksitasi sehingga

dibutuhkan energi yang lebih besar untuk memutuskan ikatan antar atom tersebut. Hasil ini sesuai dengan penelitian sebelumnya oleh (Chen, 2007) yang membuktikan bahwa serbuk TiO_2 menyerap gelombang UV-Vis pada panjang gelombang sekitar 320 nm dan ketika dibentuk lapisan TiO_2 panjang gelombangnya bergeser pada 280 nm.



Gambar 4.10 Spektrum absorbansi serbuk TiO_2 , lapisan TiO_2 dan lapisan nano komposit PVA- TiO_2

Perbedaan nilai absorbansi dan pergeseran panjang gelombang ini juga akan memengaruhi energi gap yang diperoleh seperti yang ditampilkan pada Tabel 4.2 menunjukkan nilai energi gap yang dihasilkan pada serbuk lebih kecil daripada sampel dilapiskan. Peningkatan energi gap ini dipengaruhi oleh partikel-partikel TiO_2 yang mengalami dispersi pada saat larutan suspensi dideposisikan pada substrat kaca. Keadaan ini menyebabkan partikel-partikel TiO_2 yang beraglomerasi semakin kecil sehingga meningkatkan luas daerah ikatan antar muka pada permukaan lapisan. Semakin banyak ikatan antar muka yang terjadi maka semakin besar energi yang dibutuhkan untuk melepaskan elektron pada lapisan. Energi gap yang diperoleh dihitung dengan menggunakan Persamaan (2.9) yang ditampilkan pada Tabel 4.2. Energi gap yang diperoleh masih sesuai dengan rentang energi gap Titanium yaitu 3,2 eV-3,8 eV. Hasil ini juga sesuai dengan hasil penelitian Widaryanti (2013) dan Sugumaran (2014) yang memperoleh nilai energi gap yang meningkat setelah proses pelapisan.



Gambar 4.11 Penentuan panjang gelombang pada spektrum absorpsi

Tabel. 4.2 Energi gap lapisan TiO₂ dan PVA-TiO₂

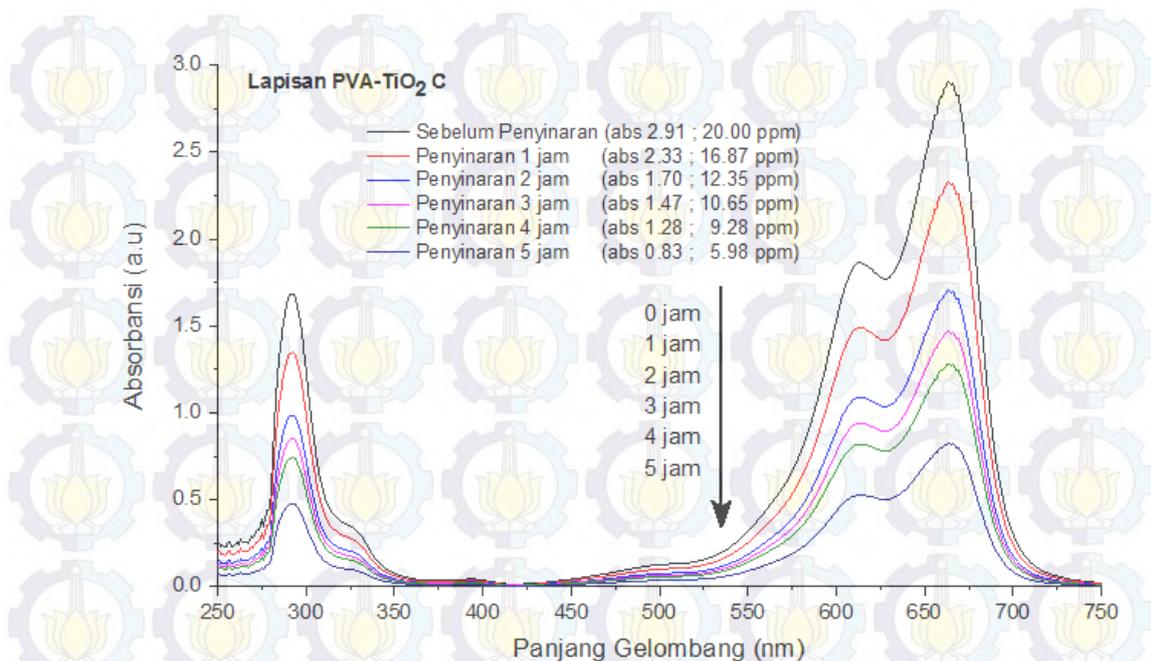
Sampel	λ_{int} (nm)	Energi Gap (eV)
Nano-powder TiO ₂	385	3,22
Lapisan TiO ₂	350	3,54
Lapisan PVA-TiO ₂ A	355	3,49
Lapisan PVA-TiO ₂ B	348	3,56
Lapisan PVA-TiO ₂ C	345	3,59

4.5 Aktivitas Fotokatalis Lapisan Nano Komposit PVA-TiO₂

Berdasarkan hasil pengukuran diperoleh sampel nano-powder TiO₂ mampu mendegradasi konsentrasi larutan metilen biru lebih besar hingga 24,90 % atau memiliki efisiensi sebesar 75,10 % setelah 5 jam penyinaran dengan konsentrasi metilen biru sebelum penyinaran 20 ppm (100%). Degradasi konsentrasi MB oleh lapisan PVA-TiO₂ diperoleh sampel PVA-TiO₂ A 57,10%, PVA-TiO₂ B 42,00 %, PVA-TiO₂ C 29,90%, dan lapisan PVA sebesar 82,97 %. Penurunan konsentrasi larutan MB yang signifikan pada awal proses ditunjukkan oleh sampel yang mengandung TiO₂. Persentase massa TiO₂ yang diberikan pada sampel lapisan sangat signifikan dalam mendegradasi larutan MB. Semakin besar persentase massa TiO₂ yang diberikan maka semakin besar penurunan konsentrasi larutan MB yang diperoleh. Berdasarkan Gambar 4.13 dan Gambar 4.14 bahwa efisiensi berbanding lurus dengan laju degradasi larutan MB oleh fotokatalis dimana semakin besar efisiensi maka laju degradasi semakin meningkat.

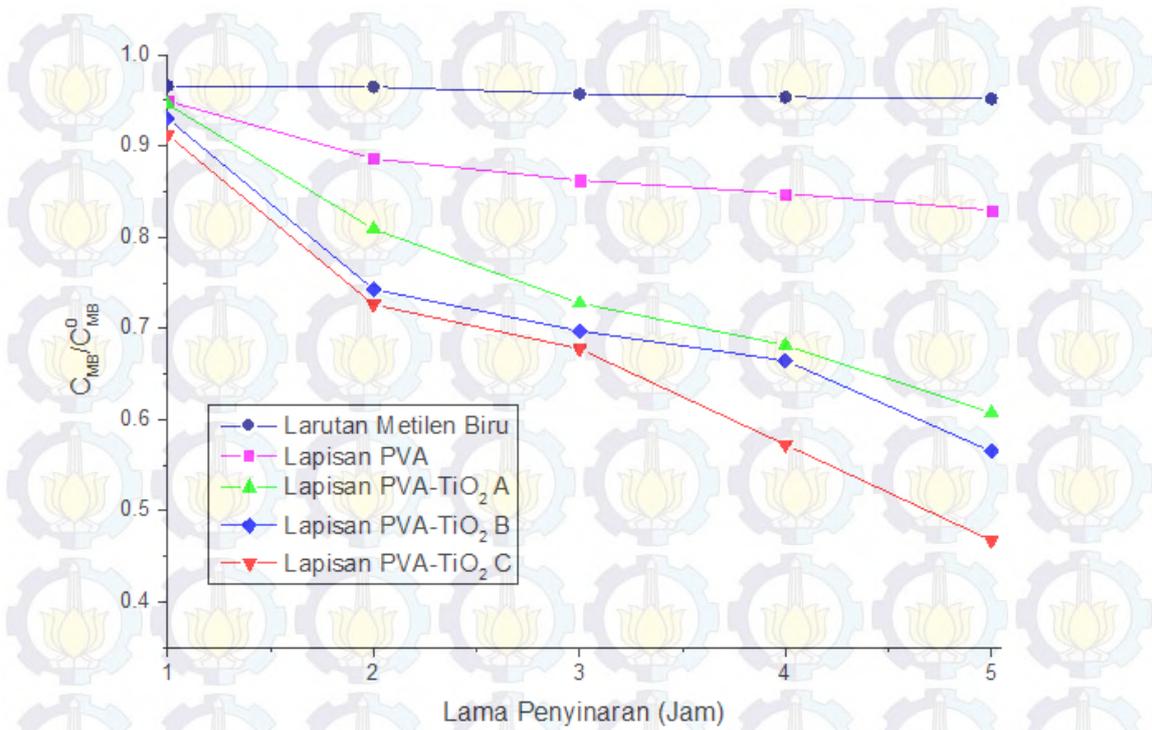


Gambar 4.12 Degradasi konsentrasi larutan MB oleh lapisan PVA-TiO₂ ditandai dengan perubahan warna larutan

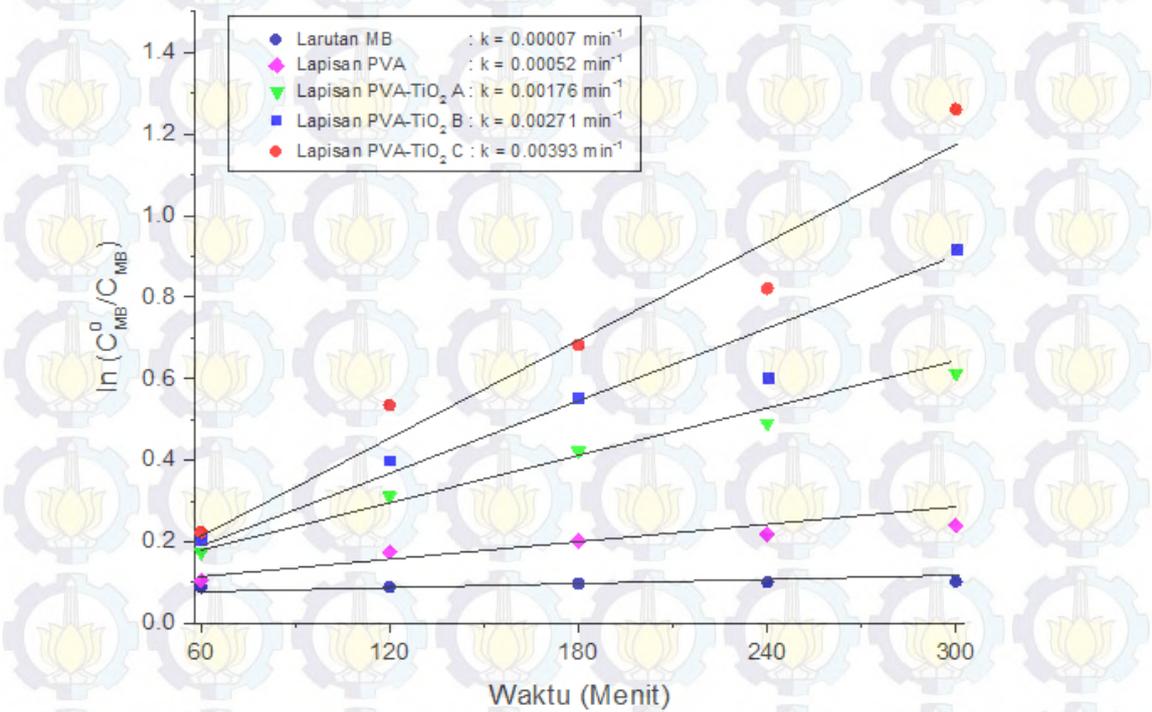


Gambar 4.13 Spektrum absorbansi degradasi larutan MB oleh lapisan PVA-TiO₂ selama 5 jam penyinaran lampu UV

Proses fotodegradasi larutan MB terjadi ketika lapisan komposit dikenai sinar lampu UV sehingga elektron pada TiO₂ tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan *hole* pada pita valensi (h_{vb}^+). Selanjutnya, elektron pada pita konduksi (e_{cb}^-) bereaksi dengan oksigen membentuk ion superoksida, sedangkan *hole* pada pita valensi bereaksi dengan ion hidroksi (OH⁻) membentuk radikal hidroksi (OOH⁻). Secara jelas mekanisme Persamaan reaksinya dapat dilihat pada Bab 2 Persamaan 2.18 sampai 2.28. Pada Gambar 4.12 juga menunjukkan bahwa semakin lama waktu penyinaran maka penurunan konsentrasi larutan MB akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena sampel yang berada di dalam wadah berisi larutan MB akan mendapat penyinaran lebih lama sehingga lebih banyak katalis (partikel TiO₂) yang teraktivasi dan akan menghasilkan OH⁻ yang lebih banyak dan akan mengoksidasi larutan MB. Selain sebagai matriks dan binder, keberadaan PVA juga mempengaruhi penurunan konsentrasi larutan MB dimana PVA memiliki sifat *hidrofilik* sehingga mampu mengabsorpsi kandungan H₂O yang berlebih dalam larutan MB yang menyebabkan elektron dan hole pada partikel-partikel TiO₂ dapat melakukan proses reaksi reduksi dan oksidasi secara efisien.



Gambar 4.13 Degradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran lampu UV



Gambar 4.14 Laju degradasi aktivitas fotokatalis lapisan PVA-TiO₂ pada larutan metilen biru

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

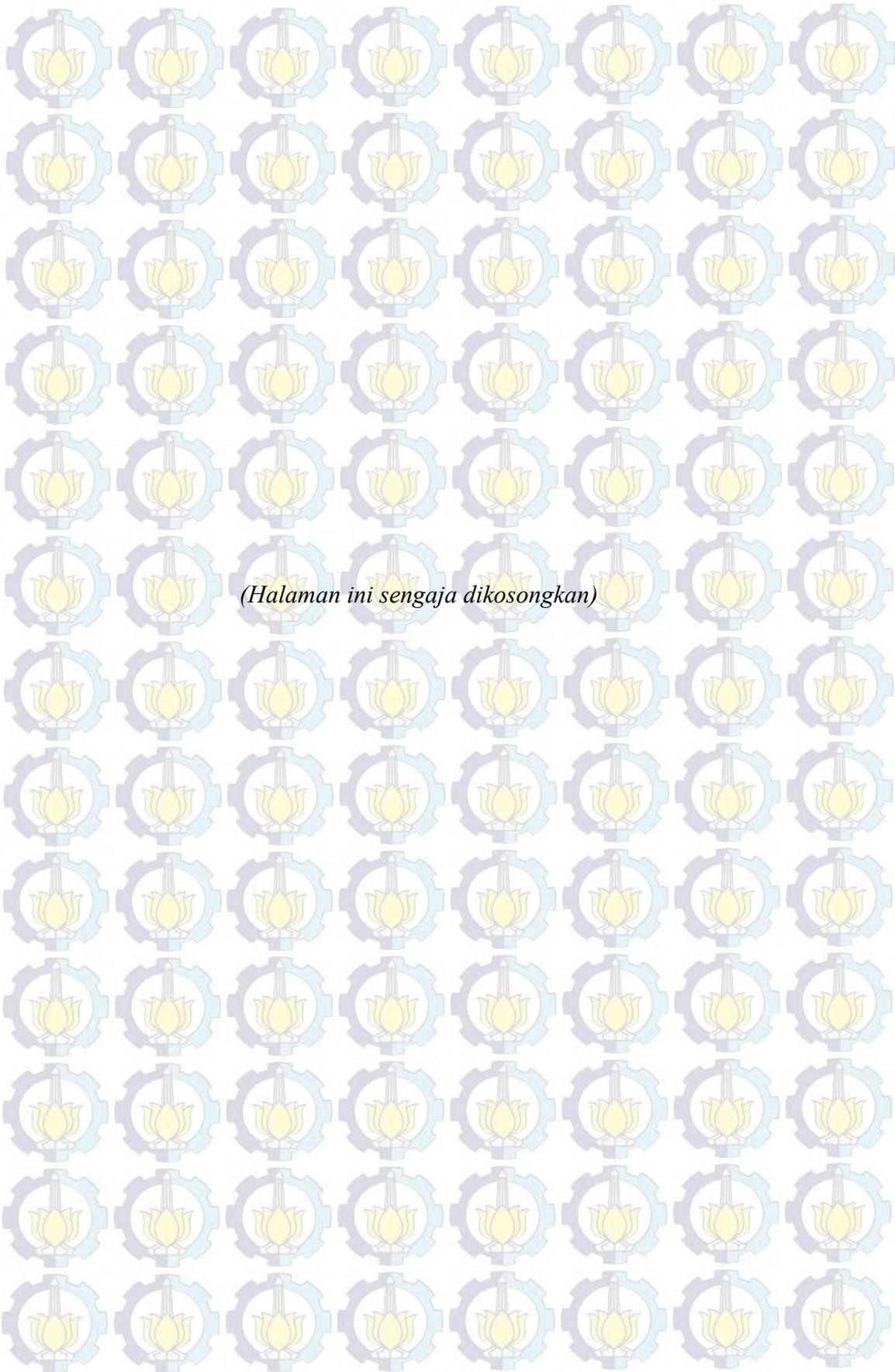
5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh beberapa kesimpulan yaitu:

- a) Serbuk TiO_2 fase anatase dengan ukuran kristal 11,28 nm berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor TiCl_3 .
- b) Lapisan nano komposit PVA- TiO_2 berhasil dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan metode *spin coating*
- c) Struktur kristal serbuk TiO_2 setelah difabrikasi menjadi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 tidak mengalami perubahan dan dapat terdispersi secara merata pada matriks PVA dengan tebal lapisan sekitar 20 μm .
- d) Lapisan nano komposit PVA- TiO_2 mampu mendegradasi konsentrasi larutan MB hingga 29,90 % dengan laju degradasi (k) sebesar 0,00393 ppm/menit.

5.2 Saran

Penulis berharap pada penelitian selanjutnya dilakukan karakterisasi sifat listrik dan sifat mekanik agar data yang diperoleh semakin lengkap dan dapat lebih meningkatkan efisiensi lapisan sebagai fotokatalis



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- Bae, H.S., Lee, M.K., Kim, W.W., Rhee, C.K. (2003), "Dispersion Properties of TiO₂ Nano-Powder Synthesized by Homogeneous Precipitation Process at Low Temperatures", *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 220 (169-177).
- C. A. Finch., (1992), "*Polyvinyl Alcohol-Development*", Wiley, New York.
- Carp, O., Huisman, C.L., Reller, A., (2004) "Photoinduced reactivity of titanium dioxide". *Progress in Solid State Chemistry*, 32 (33–177).
- Cassaignon, S., Koelsch, M., Jolivet, J.-P., (2007), "From TiCl₃ to TiO₂ nanoparticles (anatase, brookite and rutile): Thermohydrolysis and oxidation in aqueous medium", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 68 (695–700).
- Castro, A. L., M. R. Nunes, A. P. Carvalho, F. M. Costa, M. H. Florencio, (2008), "Synthesis of Anatase TiO₂ Nanoparticles with High Temperature Stability and Photocatalytic Activity", *Solid State Science*, 10 (602-606).
- Cecilia, R., Olimpiu, B., Nicole, P., Andrei L., Emil, C., Ionel, M. (1995), "*Cavastive-type Humidity Sensor Using Crosslinked Poli (methyl methecrylate-co-(2 hydroxpropyl)-methacrylate*", *Sensors & Actuators B*, 24-25 (710-713).
- Chen, X., Mao, S.S., (2007), "Titanium Dioxide Nanomaterial: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications", *Chem, Rev* 107 (2891–2959).
- Diebold, U., (2003) "The surface science of Titanium Oxide", *Surface Science Reports*, 48 (53-229).
- DC Chemical Co. Ltd., 2001. Polyvinyl alcohol. 10 halaman. http://www.dcchem.co.kr/english/product/p_petr/p_petr8.htm, 31 Oktober 2014.
- H. Yang., J. Zhang., Y. Song., S. Xu., L. Jiang., Y. Dan. (2015), "Visible Light Photo-Catalytic Activity of C-PVA/TiO₂ Composites for Degrading Rhodamine B", *Applied Surface Science*, 324 (645-651).

- Hanaor, D.A.H., Triani, G., Sorrell, C.C., (2011), "Morphology and Photocatalytic Activity of Highly Oriented Mixed Phase Titanium Dioxide Thin Films", *Surface and Coatings Technology*, 205 (3658–3664).
- Hu, Y., Tsai, H.L., Huang, C.L. (2003), "Effect of Brookite Phase on The Anatase–Rutile Transition in Titania Nanoparticle", *Journal of the European Ceramic Society*, 23 (691–696).
- Kim, D.J., Hahn, S.H., Oh, S.H., Kim, E.J. (2002), "Influence of Calcination Temperature on Structural and Optical Properties of TiO₂ Thin Films Prepared by Sol–Gel Dip Coating", *Materials Letters*, 57 (355– 360).
- Koelsch, M., Cassaignon, S., and Jolivet J.P. (2004), "Synthesis of nanometric TiO₂ in aqueous solution by soft chemistry: obtaining of anatase, brookite and rutile with controlled shape", *Materials Research Society Symposium. Proceedings. Vol. 822*.
- L. Jung Hsu., L. Ting Lee., C. Lin. (2011), "Absorption and Photocatalytic Degradation of Polyvinyl Alcohol in Aqueous Solutions Using P-25 TiO₂", *Chemical Engineering Journal*, 173 (698-705).
- Lee, J.H., Yang, Y.S. (2005), "Effect of HCl Concentration and Reaction Time on the Change in the Crystalline State of TiO₂ Prepared from Aqueous, TiCl₄ Solution by Precipitation", *Journal of the European Ceramic Society*, 25 (3573–3578).
- Lauf, R.J. *Colector's Guide To The Three Phase (rutile, anatase, brookite)*, Schiffer.
- Mills A, Le Hunte S. J., (1997), "An Overview of Semiconductor Photocatalysis", *Photochem Photobiol A: Chem*;108:1.
- Muggli DS, Ding L. (2001), "Photocatalytic Performance of Sulfate TiO₂ and Degussa P-25 TiO₂ During Oxidation of Organics", *Application Catalysis B: Environmental*, 32:181.
- Ohno T, Sarukawa K, Tokieda K, Matsumura M. (2001), "Morphology of a TiO₂ Photocatalyst (Degussa, P-25) Consisting of Anatase and Rutile Crystalline Phases", *J Catal*, 203:82.

P. Lei., F. Wang., X. Gao., Y. Ding., S. Zhang., J. Zhao., S. Liu. (2012), Immobilization of TiO₂ Nanoparticles in Polymeric Substrates by Chemical Bonding for Multi-Cycle Photodegradation of Organic Pollutans”, *Journal of Hazardous Materials*, 227-228 (185-194).

Paola, A.D., Bellardita, M., Ceccato, R., Palmisano, L., Parrino, F. (2009), “Highly Active Photocatalytic TiO₂ Powders Obtained by Thermohydrolysis of TiCl₄ in Water”, *J. Physics. Chemistry. C*, 113 (15166–15174).

Perry, R.H. and Green, D.W., (1997), “*Perry’s Chemical Engineer’s Handbook*”, 7th Edition, Mc Graw Hill.

Richardson, J.T. 1989. Principles of Catalyst Development. Plenum Press: New York

Rubiyanto, A., Rohedi A. Y, (2003), *Buku Ajar Optika Terpadu*, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.

S. Mallakpour., A. Barati. (2011), “Efficient Preparation of Hybrid Nanocomposite Coatings Based on Poly(vinyl alcohol) and Silane Coupling Agent Modified TiO₂ Nanoparticles”, *Progress in Organic Coatings*, 71 (391-398).

Senthil, T.S., Muthukumarasamy, N., Agilan, S., Thambidurai, M., Balasundaraprabhu, R., (2010), “Preparation and characterization of nanocrystalline TiO₂ thin films”, *Materials Science and Engineering B*, 174 (102–104).

Simanjuntak, M.J., (2008), “*Studi Film Polyvinyl Alcohol (PVA) Demodifikasi dengan Acrylamide (A.Am) Sebagai Material Sensitif terhadap Kelembaban*”, Tesis Pascasarjana Universitas Indonesia.

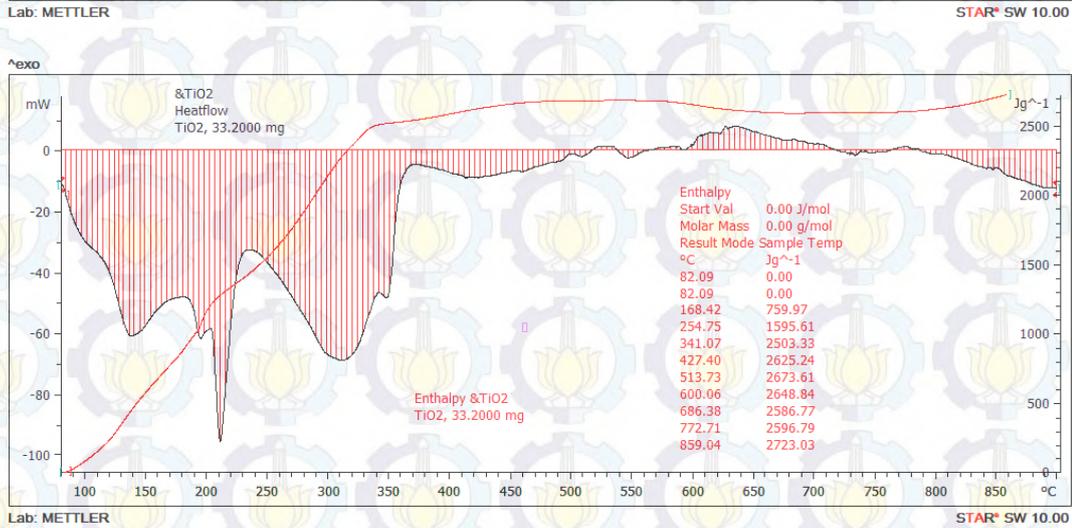
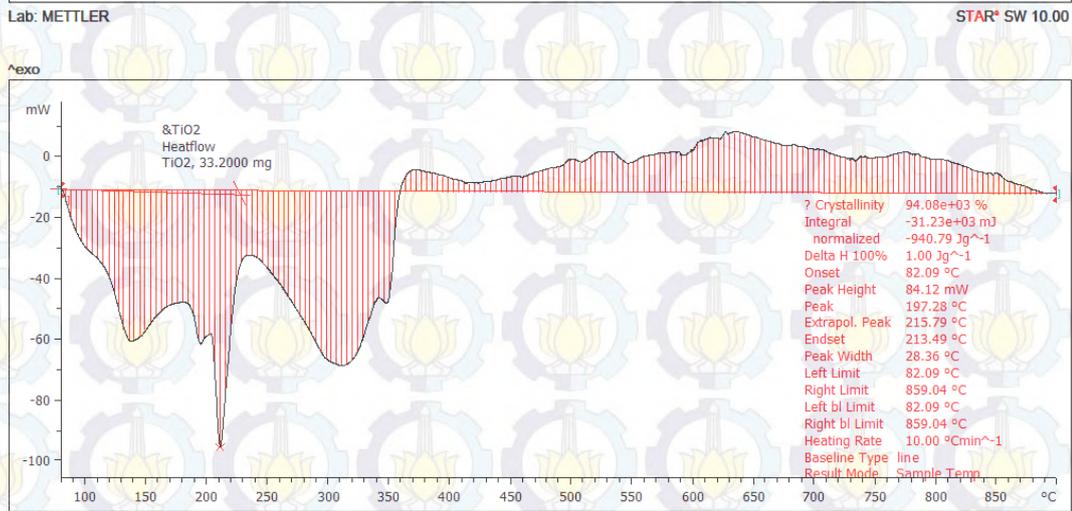
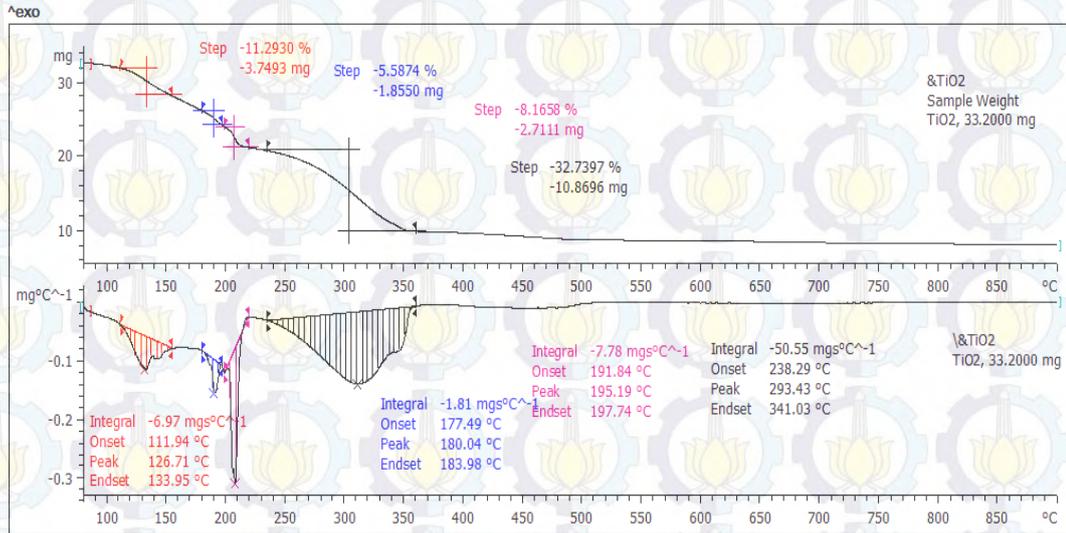
Situ, Y., Huang, T., Chen, Y., Huang, W., Huang, H. (2014), “Polymerization-induced phase separation in the preparation of macroporous TiO₂/SiO₂ thin films”, *Ceramics International*, 40 (919–927).

Sugumaran, S., Bellan, C.S. (2014), “Transparent nano composite PVA–TiO₂ and PMMA–TiO₂ thin films: Optical and dielectric properties”, *Optik*, 125 (5128–5133).

- Valencia, S., Marín, J.M., Restrepo, G. (2010), Study of The Bandgap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticles Using the Sol-Gel Method and a Hydrothermal Treatment”, *The Open Materials Science Journal*, 4 (9-149).
- Vishwas, M., Rao, K.N., Priya, D.N., Raichur, A.M. (2014), “Effect of TiO₂ Nano Particles on Optical, Electrical and Mechanical Properties of Poly (vinyl alcohol) Films”, *International Conference on Advances in Manufacturing and Materials Engineering (AMME)*, *Procedia Materials Science*, 5 (847-854).
- Wang, X., Zhang, P., Liu, X., Zhang, B. (2007), “Fabrication and Characterization of TS-1 Films on α -Al₂O₃ Substrates Using TiCl₃ as titanium source”, *Applied Surface Science*, 254 (544–547).
- Widaryanti, H.N. (2010) *Pembentukan Nanopartikel TiO₂ Fasa Anatase dan Rutile dengan Metode Bervariasi*. Jurusan Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Widaryanti, H.N. (2013) *Fabrikasi dan Karakterisasi Partikel Nano dan Lapisan TiO₂*. Tesis Jurusan Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- X. Liu., Q. Chen., L. Lv., X. Feng., X. Meng. (2015), “Preparation of Transparent PVA/TiO₂ Nanocomposite films with Enhanced Visible-Light Photocatalytic Activity”, *Catalysis Communications*, 58 (30-33).
- Y. Song., J. Zhang., H. Yang., S. Xu., L. Jiang., Y. Dan. (2014), “Preparation and visible light-induced photo-catalytic activity of H-PVA/TiO₂ Composite Loaded on glass via sol–gel method”, *Applied Surface Science*, 292 (978-985).
- Y. Wang., M. Zhong., F. Chen., J. Yang. (2009), “Visible Light Photocatalytic Activity of TiO₂/D-PVA for MO Degradation”, *Applied Catalysis B: Environmental*, 90 (249-254).
- Zhang, J., Ju, X., Wang, B., Li, Q-S., Liu, T., Hu, T. (2001), “Study on The Optical Properties of PPV/TiO₂ Nanocomposites”, *Synthetic Metals*, 118 (181-185).

LAMPIRAN 1

Data DSC-TGA

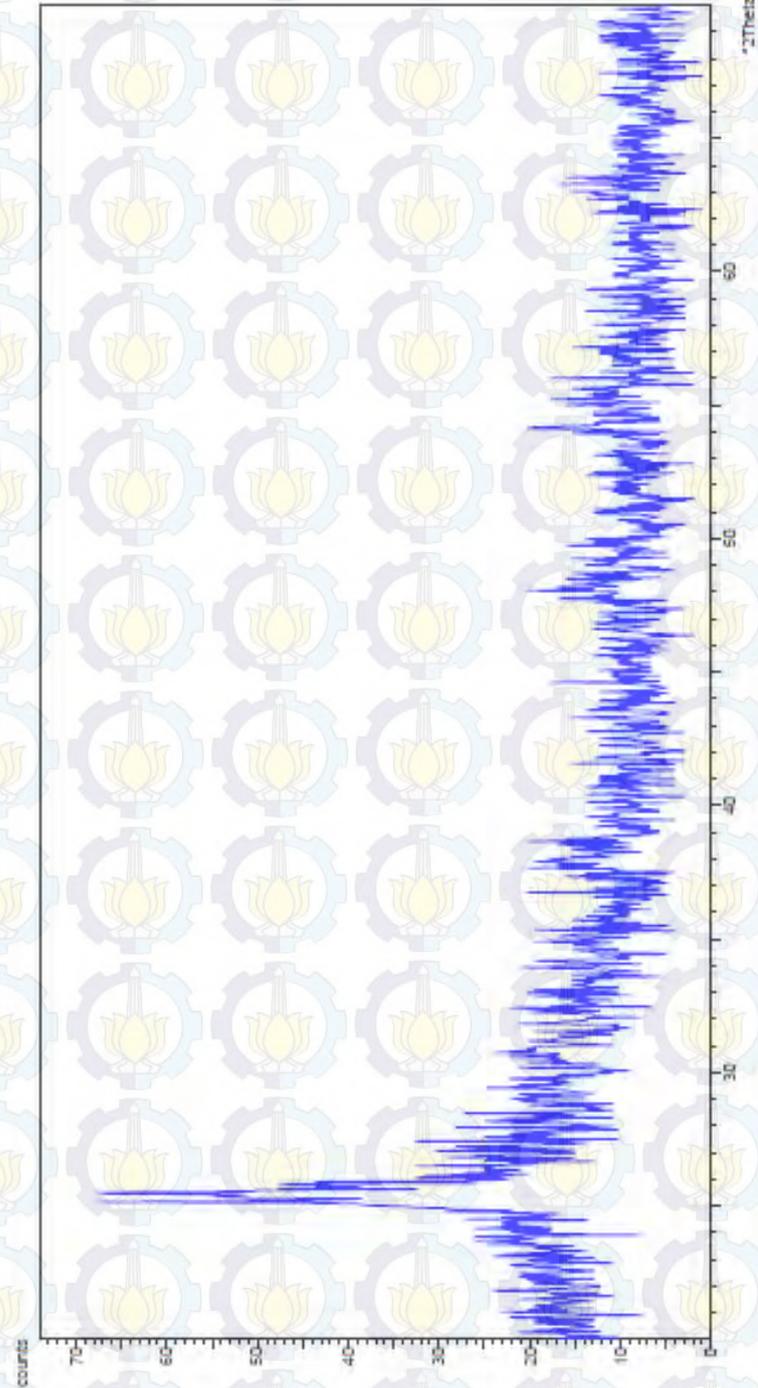


LAMPIRAN 2

Data XRD

User-1
Date of Edition: 2/20/16 17:50

X'Pert Graphics & Identify
Graph: PT-11



Philips Analytical

X'Pert Graphics & Identif
 (searched) peak list: PT-11

User:1
 Date: 2/20/15 17:52

Description:
 24 Februari 2015

Original scan:
 Scan created: 1/1/80 04:28
 Description of scan:
 24 Februari 2015

Used wavelength:
 Wavelength (Å):

K-Alpha
 1.54056

Peak search parameter set:
 Set created:
 Peak positions defined by:
 Minimum peak tip width (°2Theta):
 Maximum peak tip width (°2Theta):
 Peak base width (°2Theta):
 Minimum significance:

As Measured Intensities
 10/15/10 03:58
 Minimum of 2nd derivative
 0.00
 1.00
 2.00
 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
3.4921	100.00	25.48512	48.87	20.49	0.20000	0.85
2.91134	12.34	30.68388	6.03	14.20	0.64000	0.60
2.63185	0.67	34.03855	0.33	11.57	0.48000	0.90
2.35886	9.22	38.11865	4.51	8.81	0.96000	0.70
1.89079	9.17	48.08133	4.48	8.74	0.80000	1.24
1.69102	21.08	54.19594	10.30	7.94	0.24000	0.67

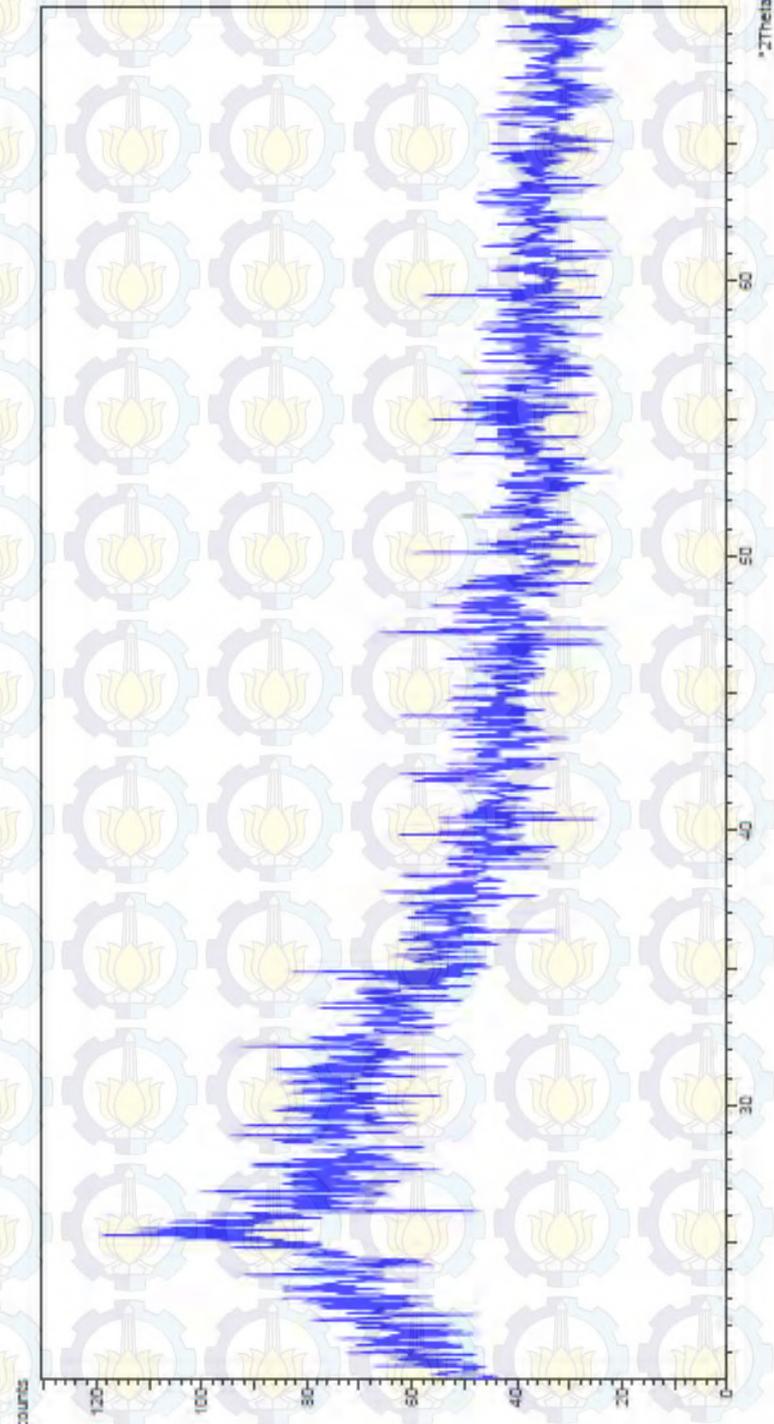
Philips Analytica

X'Pert Graphics & Identify

Graph: TX35A

User: 1

Date of Edition: 3/7/15 09:53



Philips Analytical

XPert Graphics & Identify
(searched) peak list: TX35A

Description:
17 Maret 2105

User-1
Date: 3/7/15 09:53

Original scan:
Scan created: TX35A
Description of scan: 1/190 00:54
17 Maret 2105

Used wavelength:
Wavelength (Å): 1.54056

K-Alpha
1.54056

Peak search parameter set:
Set created: As Measured Intensities
10:15:10 03:58

Minimum of 2nd derivative

Minimum peak tip width (°2Theta): 0.00
Maximum peak tip width (°2Theta): 1.00
Peak base width (°2Theta): 2.00
Minimum significance: 0.60

Minimum peak tip width (°2Theta): 0.00
Maximum peak tip width (°2Theta): 1.00
Peak base width (°2Theta): 2.00
Minimum significance: 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
---------------	------------------------	-----------------	----------------------	---------------------	---------------------	--------------

3.49515	100.00	25.46333	34.10	72.75	0.80000	1.33
---------	--------	----------	-------	-------	---------	------

LAMPIRAN 3

Data ICSD Serbuk TiO₂ Anatase

COL ICSD Collection Code 202243
 DATE Recorded Dec 19, 1988; updated Nov 10, 1997
 NAME Titanium dioxide
 MINR Anatase - synthetic
 FORM Ti O2
 = O2 Ti

TITL Structural-electronic relationships in inorganic solids:
 Powder
 neutron diffraction studies of the rutile and anatase
 polymorphs
 of titanium dioxide at 15 and 295K

REF Journal of the American Chemical Society
 JACSA 109 (1987) 3639-3646

AUT Burdett J K, Hughbanks T, Miller G J, Richardson J W,
 Smith J V

CELL a=3.782(0) b=3.782(0) c=9.502(0) $\alpha=90.0$ $\beta=90.0$ $\gamma=90.0$
 V=135.9 Z=4

SGR I 41/a m d Z (141) - tetragonal

CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h (Schoenflies)

PRS tI12

ANX AX2

PARM Atom No OxStat Wyck X Y Z

SOF-

Ti	1	4.000	4b	0.	1/4	3/8
O	1	-2.000	8e	0.	1/4	0.16675(4)

WYCK e b

TF Atom U(1,1) U(2,2) U(3,3) U(1,2) U(1,3) U(2,3)

Ti	1	0.0009 (1)	0.0009 (1)	0.0009 (1)	0.0000	0.0000	0.0000
O	1	0.0023 (1)	0.0048 (2)	0.0033 (1)	0.0000	0.0000	0.0000

REM NDP (neutron diffraction from a powder)

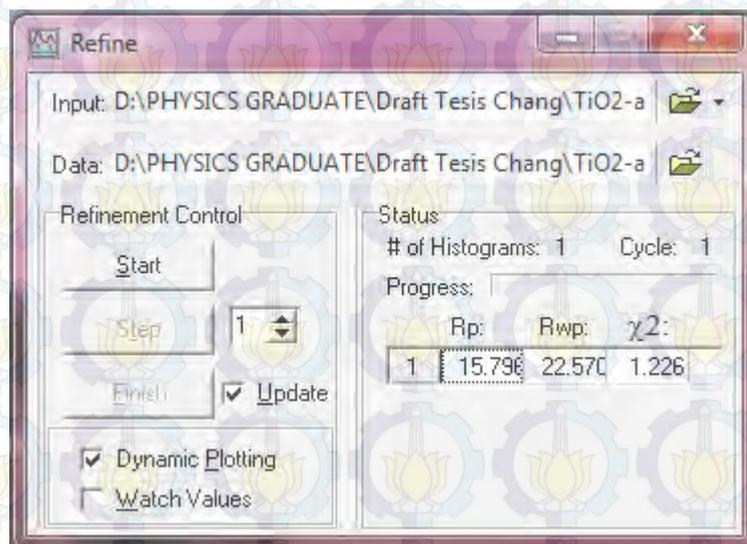
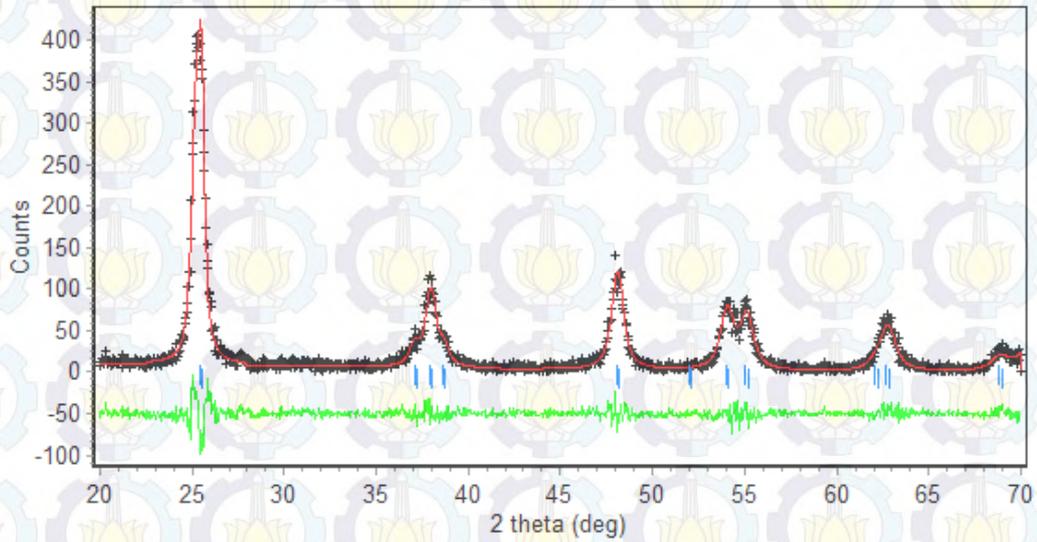
REM TEM 15

REM M PDF 21-1272

RVAL 0.031

TEST At least one temperature factor is implausible or
 meaningless but
 agrees with the value given in the paper. (Code 52)

TiO₂-Anatase (pH 9,5 jam)



2. Analisis Menggunakan MAUD

Analysis title: Put a title here

Refined parameters:

0 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets:_riet_par_background_pol0
value:4.896825 error:3.9544826

1 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets:_riet_par_background_pol1
value:0.4515146 error:0.2938578

2 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets:_riet_par_background_pol2 value:-
0.017790344 error:0.007113446

3 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets: riet_par_background_pol3
value:1.5186873E-4 error:5.293705E-5

4 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets:Philips
ITS:_pd_proc_intensity_incident value:667.5855 error:10.877842

5 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Datasets:Philips ITS:Caglioti
PV:_riet_par_asymmetry_value0 value:293.86774 error:146.36484

6 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:_cell_length_a value:3.783815
error:2.117474E-4

7 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:_cell_length_c value:9.487741
error:8.163616E-4

8 MAUD5Jam-
5.par:Sample_x:Anatasio:Distributions:unknown:_riet_par_distribution_size
_variance value:0.040756494 error:0.020352533

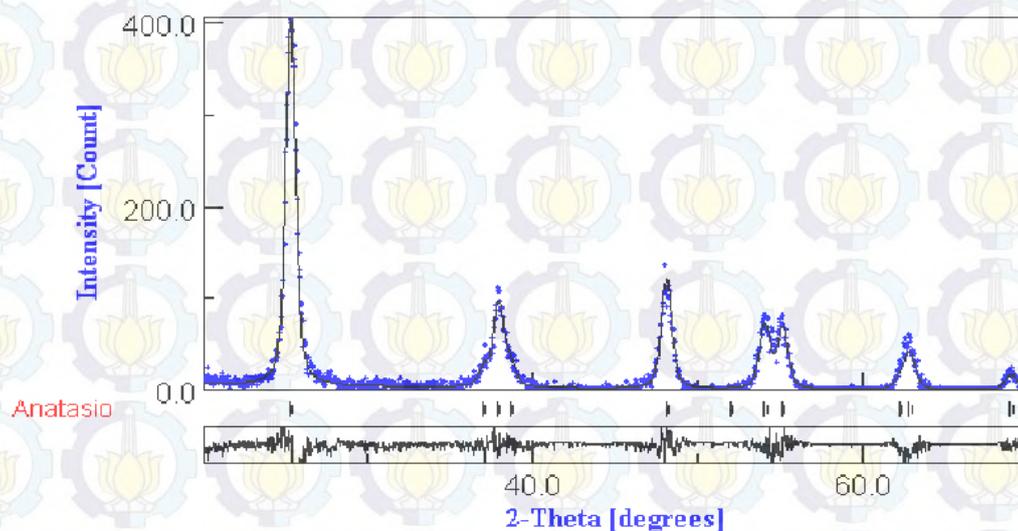
9 MAUD5Jam-
5.par:Sample_x:Anatasio:Distributions:unknown:_riet_par_distribution_stra
in_decay value:0.6244691 error:0.10208272

10 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:Isotropic:_riet_par_cryst_size
value:112.79284 error:2.6551926

11 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:Isotropic:_riet_par_rs_microstrain
value:0.004200665 error:2.9747945E-4

12 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:Atomic
Structure:Ti:_atom_site_B_iso_or_equiv value:1.811293 error:0.30435243

13 MAUD5Jam-5.par:Sample_x:Anatasio:Atomic
Structure:O:_atom_site_B_iso_or_equiv value:15.217061 error:0.43983394



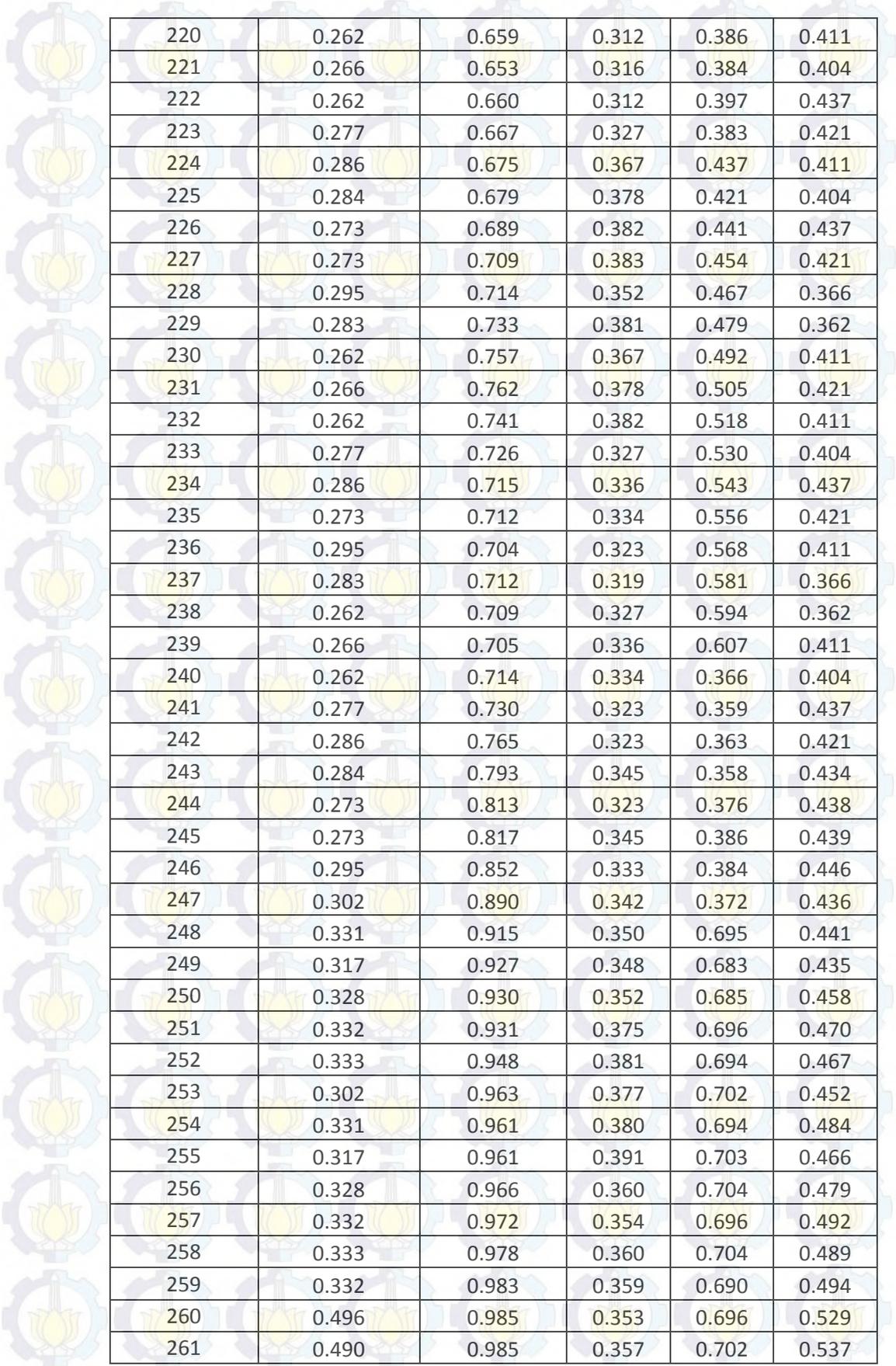
LAMPIRAN 5

Pengukuran Absorbansi

TEST SETUP
GENESYS 10S UV-Vis v4.003 2L9P286007

Scanning 09.52 am 18 Mar 15
 Test Name PT-A; PT-B; PT-C; TiO₂
 Measurement
 Mode Absorbance
 Start Wavelength 200.0nm
 Stop Wavelength 600.0nm
 Sample Positioner Auto 6
 Scan Speed Fast
 Interval 1.0nm
 Cell Correction Off
 ID# (0=OFF) 1
 Auto Save Data Off

Wavelength	Sampel				
	Serbuk TiO ₂	Lapisan TiO ₂	PT-A	PT-B	PT-C
200	0.286	0.645	0.317	0.376	0.404
201	0.284	0.633	0.328	0.386	0.437
202	0.273	0.635	0.332	0.384	0.421
203	0.295	0.646	0.333	0.372	0.366
204	0.283	0.644	0.302	0.397	0.421
205	0.262	0.652	0.312	0.383	0.366
206	0.266	0.644	0.316	0.393	0.421
207	0.262	0.653	0.312	0.376	0.411
208	0.277	0.654	0.302	0.386	0.421
209	0.286	0.646	0.331	0.384	0.366
210	0.284	0.654	0.317	0.372	0.421
211	0.273	0.640	0.328	0.397	0.404
212	0.273	0.646	0.332	0.383	0.404
213	0.295	0.652	0.333	0.437	0.421
214	0.283	0.653	0.302	0.421	0.411
215	0.286	0.647	0.331	0.366	0.404
216	0.284	0.658	0.334	0.362	0.437
217	0.273	0.653	0.323	0.383	0.421
218	0.295	0.648	0.345	0.393	0.366
219	0.283	0.658	0.333	0.376	0.421



220	0.262	0.659	0.312	0.386	0.411
221	0.266	0.653	0.316	0.384	0.404
222	0.262	0.660	0.312	0.397	0.437
223	0.277	0.667	0.327	0.383	0.421
224	0.286	0.675	0.367	0.437	0.411
225	0.284	0.679	0.378	0.421	0.404
226	0.273	0.689	0.382	0.441	0.437
227	0.273	0.709	0.383	0.454	0.421
228	0.295	0.714	0.352	0.467	0.366
229	0.283	0.733	0.381	0.479	0.362
230	0.262	0.757	0.367	0.492	0.411
231	0.266	0.762	0.378	0.505	0.421
232	0.262	0.741	0.382	0.518	0.411
233	0.277	0.726	0.327	0.530	0.404
234	0.286	0.715	0.336	0.543	0.437
235	0.273	0.712	0.334	0.556	0.421
236	0.295	0.704	0.323	0.568	0.411
237	0.283	0.712	0.319	0.581	0.366
238	0.262	0.709	0.327	0.594	0.362
239	0.266	0.705	0.336	0.607	0.411
240	0.262	0.714	0.334	0.366	0.404
241	0.277	0.730	0.323	0.359	0.437
242	0.286	0.765	0.323	0.363	0.421
243	0.284	0.793	0.345	0.358	0.434
244	0.273	0.813	0.323	0.376	0.438
245	0.273	0.817	0.345	0.386	0.439
246	0.295	0.852	0.333	0.384	0.446
247	0.302	0.890	0.342	0.372	0.436
248	0.331	0.915	0.350	0.695	0.441
249	0.317	0.927	0.348	0.683	0.435
250	0.328	0.930	0.352	0.685	0.458
251	0.332	0.931	0.375	0.696	0.470
252	0.333	0.948	0.381	0.694	0.467
253	0.302	0.963	0.377	0.702	0.452
254	0.331	0.961	0.380	0.694	0.484
255	0.317	0.961	0.391	0.703	0.466
256	0.328	0.966	0.360	0.704	0.479
257	0.332	0.972	0.354	0.696	0.492
258	0.333	0.978	0.360	0.704	0.489
259	0.332	0.983	0.359	0.690	0.494
260	0.496	0.985	0.353	0.696	0.529
261	0.490	0.985	0.357	0.702	0.537

262	0.538	0.987	0.359	0.703	0.531
263	0.503	0.979	0.368	0.703	0.536
264	0.545	0.975	0.373	0.703	0.551
265	0.541	0.970	0.402	0.703	0.506
266	0.575	0.967	0.407	0.703	0.498
267	0.568	0.966	0.429	0.430	0.506
268	0.556	0.962	0.433	0.464	0.537
269	0.608	0.962	0.452	0.470	0.531
270	0.583	0.958	0.478	0.496	0.536
271	0.604	0.954	0.497	0.501	0.531
272	0.610	0.952	0.515	0.523	0.518
273	0.612	0.948	0.509	0.554	0.525
274	0.622	0.942	0.520	0.576	0.567
275	0.607	0.939	0.537	0.598	0.575
276	0.615	0.933	0.360	0.590	0.607
277	0.605	0.929	0.387	0.523	0.614
278	0.641	0.925	0.392	0.554	0.641
279	0.660	0.920	0.413	0.576	0.680
280	0.656	0.913	0.417	0.598	0.708
281	0.632	0.912	0.435	0.590	0.735
282	0.682	0.906	0.460	0.661	0.725
283	0.654	0.900	0.636	0.662	0.742
284	0.674	0.896	0.636	0.686	0.767
285	0.694	0.890	0.633	0.701	0.776
286	0.690	0.882	0.637	0.739	0.767
287	0.698	0.879	0.634	0.740	0.776
288	0.752	0.873	0.624	0.737	0.895
289	0.765	0.865	0.638	0.740	0.889
290	0.756	0.858	0.645	0.737	0.902
291	0.763	0.852	0.661	0.726	0.913
292	0.787	0.845	0.657	0.742	0.909
293	0.717	0.839	0.660	0.750	0.895
294	0.704	0.830	0.691	0.769	0.915
295	0.717	0.822	0.691	0.785	0.926
296	0.714	0.815	0.710	0.742	0.895
297	0.701	0.808	0.706	0.750	0.915
298	0.709	0.801	0.706	0.784	0.909
299	0.714	0.792	0.702	0.789	0.895
300	0.735	0.786	0.703	0.772	0.915
301	0.747	0.776	0.704	0.808	0.926
302	0.813	0.769	0.710	0.809	0.926
303	0.825	0.764	0.718	0.812	0.915



304	0.876	0.754	0.719	0.813	0.929
305	0.886	0.747	0.720	0.814	0.935
306	0.929	0.739	0.702	0.819	0.956
307	0.990	0.732	0.701	0.826	0.963
308	1.034	0.725	0.699	0.838	0.979
309	1.076	0.716	0.687	0.817	0.988
310	1.060	0.710	0.673	0.816	1.011
311	1.088	0.703	0.654	0.814	1.018
312	1.126	0.694	0.630	0.800	1.030
313	1.140	0.686	0.606	0.783	1.033
314	1.153	0.678	0.581	0.761	1.034
315	1.162	0.669	0.551	0.732	1.035
316	1.200	0.662	0.526	0.705	1.009
317	1.203	0.650	0.495	0.675	1.008
318	1.248	0.638	0.471	0.640	1.005
319	1.278	0.629	0.448	0.610	0.988
320	1.354	0.620	0.425	0.574	0.966
321	1.355	0.608	0.402	0.546	0.938
322	1.349	0.597	0.383	0.518	0.903
323	1.356	0.584	0.360	0.491	0.868
324	1.350	0.572	0.341	0.465	0.832
325	1.328	0.563	0.326	0.442	0.788
326	1.360	0.551	0.308	0.415	0.750
327	1.376	0.539	0.293	0.393	0.705
328	1.413	0.528	0.277	0.375	0.670
329	1.402	0.516	0.263	0.354	0.635
330	1.411	0.505	0.251	0.336	0.602
331	1.413	0.496	0.240	0.317	0.568
332	1.442	0.487	0.230	0.301	0.540
333	1.451	0.477	0.220	0.287	0.507
334	1.419	0.469	0.209	0.274	0.478
335	1.409	0.461	0.201	0.262	0.457
336	1.432	0.453	0.192	0.250	0.430
337	1.458	0.445	0.185	0.237	0.407
338	1.486	0.439	0.178	0.227	0.383
339	1.478	0.432	0.171	0.217	0.364
340	1.482	0.426	0.165	0.208	0.346
341	1.465	0.419	0.160	0.201	0.330
342	1.546	0.413	0.155	0.193	0.315
343	1.548	0.408	0.150	0.185	0.300
344	1.507	0.402	0.147	0.179	0.284
345	1.505	0.399	0.143	0.173	0.272

346	1.501	0.395	0.139	0.168	0.259
347	1.473	0.390	0.135	0.164	0.248
348	1.440	0.385	0.132	0.159	0.238
349	1.396	0.380	0.129	0.154	0.228
350	1.340	0.376	0.127	0.151	0.219
351	1.286	0.373	0.125	0.147	0.212
352	1.228	0.369	0.123	0.144	0.204
353	1.159	0.364	0.121	0.141	0.197
354	1.099	0.361	0.120	0.138	0.192
355	1.029	0.358	0.118	0.135	0.186
356	0.974	0.354	0.116	0.134	0.180
357	0.919	0.352	0.115	0.132	0.176
358	0.867	0.349	0.114	0.130	0.171
359	0.815	0.345	0.113	0.128	0.167
360	0.769	0.342	0.112	0.127	0.164
361	0.718	0.340	0.111	0.125	0.161
362	0.673	0.337	0.110	0.124	0.157
363	0.639	0.335	0.110	0.123	0.155
364	0.597	0.332	0.109	0.122	0.152
365	0.561	0.329	0.109	0.121	0.150
366	0.524	0.328	0.108	0.120	0.148
367	0.493	0.326	0.108	0.120	0.146
368	0.465	0.324	0.107	0.119	0.144
369	0.439	0.322	0.107	0.119	0.143
370	0.416	0.320	0.106	0.118	0.141
371	0.392	0.318	0.106	0.117	0.140
372	0.368	0.316	0.106	0.117	0.139
373	0.348	0.314	0.106	0.116	0.138
374	0.329	0.313	0.106	0.116	0.137
375	0.311	0.311	0.106	0.116	0.136
376	0.296	0.309	0.106	0.116	0.136
377	0.280	0.308	0.105	0.116	0.135
378	0.265	0.308	0.105	0.116	0.134
379	0.254	0.306	0.105	0.115	0.133
380	0.242	0.305	0.105	0.115	0.133
381	0.232	0.304	0.104	0.115	0.133
382	0.223	0.303	0.105	0.115	0.132
383	0.214	0.301	0.105	0.114	0.132
384	0.205	0.300	0.105	0.114	0.132
385	0.198	0.299	0.104	0.114	0.132
386	0.190	0.298	0.104	0.114	0.132
387	0.184	0.297	0.104	0.114	0.131



388	0.179	0.296	0.104	0.113	0.131
389	0.174	0.295	0.105	0.114	0.131
390	0.168	0.294	0.104	0.114	0.131
391	0.165	0.293	0.104	0.114	0.130
392	0.161	0.293	0.105	0.114	0.131
393	0.157	0.292	0.105	0.114	0.131
394	0.153	0.291	0.105	0.114	0.130
395	0.150	0.290	0.105	0.114	0.129
396	0.148	0.289	0.105	0.114	0.130
397	0.145	0.288	0.105	0.114	0.130
398	0.144	0.287	0.105	0.114	0.130
399	0.141	0.286	0.105	0.114	0.130
400	0.139	0.285	0.105	0.115	0.130
401	0.138	0.284	0.105	0.115	0.130
402	0.137	0.284	0.105	0.115	0.130
403	0.136	0.283	0.105	0.115	0.131
404	0.135	0.282	0.105	0.114	0.130
405	0.134	0.282	0.105	0.115	0.130
406	0.132	0.281	0.105	0.115	0.131
407	0.131	0.280	0.105	0.115	0.131
408	0.130	0.279	0.105	0.115	0.131
409	0.130	0.279	0.105	0.115	0.131
410	0.130	0.278	0.104	0.115	0.131
411	0.129	0.278	0.104	0.115	0.130
412	0.129	0.277	0.105	0.114	0.131
413	0.129	0.276	0.105	0.114	0.131
414	0.128	0.276	0.104	0.114	0.131
415	0.128	0.275	0.104	0.114	0.131
416	0.128	0.275	0.104	0.114	0.131
417	0.128	0.274	0.104	0.114	0.131
418	0.127	0.273	0.104	0.114	0.131
419	0.125	0.272	0.104	0.114	0.131
420	0.127	0.272	0.104	0.114	0.130
421	0.127	0.271	0.104	0.113	0.130
422	0.126	0.271	0.104	0.114	0.130
423	0.125	0.270	0.104	0.114	0.130
424	0.125	0.270	0.104	0.114	0.130
425	0.125	0.269	0.104	0.113	0.130
426	0.126	0.269	0.104	0.114	0.130
427	0.126	0.268	0.104	0.114	0.130
428	0.125	0.267	0.104	0.114	0.129
429	0.126	0.267	0.104	0.114	0.130



430	0.126	0.266	0.104	0.114	0.130
431	0.127	0.266	0.104	0.114	0.130
432	0.126	0.265	0.104	0.114	0.129
433	0.126	0.264	0.104	0.114	0.130
434	0.127	0.264	0.104	0.114	0.130
435	0.127	0.264	0.104	0.114	0.130
436	0.128	0.263	0.104	0.114	0.130
437	0.128	0.263	0.104	0.114	0.130
438	0.127	0.262	0.104	0.114	0.130
439	0.126	0.262	0.104	0.114	0.130
440	0.127	0.261	0.105	0.114	0.130
441	0.128	0.261	0.105	0.114	0.130
442	0.128	0.260	0.105	0.114	0.130
443	0.128	0.260	0.104	0.114	0.130
444	0.128	0.260	0.104	0.114	0.130
445	0.127	0.259	0.104	0.114	0.130
446	0.127	0.258	0.104	0.114	0.130
447	0.127	0.258	0.104	0.114	0.130
448	0.126	0.258	0.104	0.114	0.130
449	0.126	0.257	0.104	0.114	0.130
450	0.126	0.257	0.104	0.114	0.130
451	0.126	0.256	0.104	0.114	0.130
452	0.126	0.256	0.104	0.114	0.130
453	0.125	0.256	0.104	0.114	0.130
454	0.125	0.255	0.104	0.114	0.130
455	0.125	0.254	0.104	0.114	0.130
456	0.125	0.254	0.104	0.114	0.130
457	0.125	0.254	0.104	0.114	0.130
458	0.125	0.253	0.104	0.114	0.130
459	0.125	0.253	0.104	0.114	0.130
460	0.125	0.253	0.104	0.114	0.130
461	0.125	0.252	0.104	0.114	0.130
462	0.125	0.252	0.104	0.114	0.130
463	0.125	0.252	0.104	0.114	0.130
464	0.126	0.251	0.104	0.114	0.130
465	0.125	0.250	0.104	0.114	0.130
466	0.125	0.250	0.104	0.114	0.130
467	0.125	0.250	0.104	0.114	0.130
468	0.125	0.249	0.104	0.114	0.130
469	0.126	0.249	0.104	0.114	0.130
470	0.126	0.249	0.104	0.114	0.130
474	0.126	0.247	0.104	0.114	0.130

475	0.126	0.247	0.104	0.114	0.130
476	0.126	0.247	0.104	0.114	0.130
477	0.126	0.246	0.104	0.114	0.130
478	0.126	0.246	0.104	0.114	0.130
479	0.126	0.245	0.104	0.114	0.130
480	0.126	0.245	0.104	0.114	0.130
481	0.126	0.244	0.104	0.114	0.130
482	0.125	0.244	0.104	0.114	0.130
483	0.125	0.244	0.104	0.114	0.130
484	0.125	0.244	0.104	0.114	0.130
485	0.125	0.243	0.104	0.114	0.130
486	0.125	0.243	0.104	0.113	0.130
487	0.125	0.243	0.104	0.113	0.130
488	0.125	0.242	0.104	0.113	0.130
489	0.125	0.242	0.104	0.113	0.130
490	0.125	0.242	0.104	0.114	0.130
491	0.125	0.241	0.104	0.114	0.130
492	0.125	0.241	0.104	0.113	0.130
493	0.125	0.241	0.104	0.113	0.129
494	0.125	0.241	0.104	0.113	0.129
495	0.125	0.240	0.104	0.114	0.129
496	0.125	0.240	0.104	0.114	0.129
497	0.125	0.240	0.104	0.113	0.130
498	0.125	0.240	0.104	0.114	0.130
499	0.126	0.239	0.104	0.113	0.129
500	0.126	0.238	0.104	0.113	0.129
501	0.125	0.239	0.104	0.114	0.129
502	0.125	0.238	0.104	0.113	0.130
503	0.125	0.238	0.104	0.113	0.130
504	0.125	0.238	0.104	0.113	0.129
505	0.125	0.237	0.105	0.113	0.130
506	0.126	0.237	0.105	0.114	0.129
507	0.126	0.237	0.103	0.114	0.129
508	0.125	0.236	0.104	0.114	0.130
509	0.125	0.236	0.104	0.114	0.129
510	0.125	0.236	0.104	0.113	0.129
511	0.125	0.236	0.104	0.113	0.129
512	0.126	0.235	0.104	0.114	0.129
513	0.125	0.235	0.104	0.114	0.130
514	0.125	0.235	0.104	0.113	0.130
515	0.125	0.235	0.104	0.113	0.131
516	0.125	0.234	0.104	0.114	0.130



517	0.125	0.234	0.104	0.114	0.128
518	0.125	0.234	0.104	0.113	0.129
519	0.126	0.234	0.104	0.113	0.130
520	0.126	0.233	0.104	0.113	0.130
521	0.124	0.233	0.104	0.114	0.129
522	0.124	0.233	0.104	0.114	0.129
523	0.125	0.232	0.104	0.114	0.130
524	0.125	0.232	0.104	0.113	0.130
525	0.125	0.231	0.104	0.114	0.129
526	0.125	0.232	0.104	0.113	0.129
527	0.125	0.231	0.104	0.114	0.129
528	0.124	0.231	0.104	0.114	0.130
529	0.124	0.231	0.104	0.114	0.130
530	0.125	0.230	0.104	0.113	0.130
531	0.125	0.230	0.104	0.114	0.129
532	0.125	0.230	0.104	0.114	0.130
533	0.125	0.230	0.104	0.114	0.129
534	0.125	0.230	0.104	0.114	0.130
535	0.125	0.229	0.104	0.114	0.130
536	0.125	0.229	0.104	0.114	0.130
537	0.125	0.229	0.104	0.114	0.129
538	0.125	0.229	0.104	0.114	0.130
539	0.125	0.228	0.104	0.114	0.130
540	0.125	0.228	0.104	0.114	0.130
541	0.125	0.228	0.104	0.114	0.130
542	0.125	0.228	0.104	0.114	0.130
543	0.127	0.228	0.104	0.114	0.130
544	0.126	0.228	0.104	0.114	0.130
545	0.123	0.227	0.104	0.113	0.130
546	0.124	0.227	0.104	0.114	0.130
547	0.125	0.227	0.104	0.114	0.130
548	0.125	0.226	0.104	0.114	0.130
549	0.124	0.226	0.104	0.114	0.130
550	0.125	0.226	0.105	0.114	0.130
551	0.125	0.226	0.104	0.114	0.130
552	0.125	0.225	0.104	0.114	0.129
553	0.124	0.225	0.104	0.114	0.130
554	0.124	0.225	0.104	0.114	0.130
555	0.125	0.225	0.105	0.113	0.130
556	0.125	0.224	0.105	0.113	0.130
557	0.125	0.224	0.105	0.114	0.130
558	0.125	0.224	0.105	0.114	0.130



559	0.125	0.223	0.105	0.114	0.130
560	0.125	0.223	0.105	0.114	0.131
561	0.125	0.223	0.105	0.114	0.130
562	0.125	0.223	0.105	0.114	0.129
563	0.125	0.223	0.105	0.114	0.129
564	0.125	0.223	0.105	0.114	0.130
565	0.125	0.222	0.105	0.114	0.130
566	0.125	0.223	0.105	0.114	0.130
567	0.125	0.222	0.105	0.114	0.129
568	0.125	0.222	0.105	0.114	0.130
569	0.125	0.221	0.105	0.114	0.130
570	0.125	0.221	0.105	0.114	0.130
571	0.125	0.221	0.105	0.114	0.130
572	0.125	0.222	0.105	0.114	0.131
573	0.125	0.221	0.105	0.114	0.131
574	0.125	0.220	0.105	0.114	0.130
575	0.125	0.220	0.105	0.114	0.130
576	0.125	0.220	0.105	0.114	0.130
577	0.126	0.220	0.105	0.114	0.130
578	0.126	0.220	0.105	0.114	0.130
579	0.125	0.220	0.105	0.114	0.130
580	0.125	0.220	0.105	0.114	0.130
581	0.125	0.219	0.105	0.114	0.130
582	0.125	0.219	0.105	0.114	0.130
583	0.125	0.219	0.105	0.114	0.130
584	0.126	0.218	0.105	0.114	0.130
585	0.125	0.219	0.105	0.114	0.131
586	0.126	0.218	0.105	0.114	0.130
587	0.126	0.218	0.105	0.114	0.130
588	0.127	0.218	0.105	0.114	0.130
589	0.126	0.218	0.105	0.114	0.130
590	0.124	0.217	0.105	0.114	0.131
591	0.125	0.218	0.105	0.114	0.130
592	0.125	0.217	0.105	0.114	0.131
593	0.126	0.217	0.105	0.114	0.131
594	0.125	0.217	0.105	0.114	0.130
595	0.125	0.217	0.105	0.114	0.131
596	0.126	0.217	0.105	0.114	0.131
597	0.126	0.217	0.105	0.114	0.131
598	0.125	0.217	0.105	0.114	0.131
599	0.126	0.216	0.105	0.114	0.130
600	0.127	0.216	0.105	0.114	0.130

LAMPIRAN 6

Pengukuran Degradasi Metilen Biru

Panjang Gelombang (λ) : 663 nm
 Tebal Kuvet : 1.0 cm
 Koefisien Absorbansi : 0.138
 Konsentrasi Metilen Biru : 20 ppm (abs max 2.910)

Sampel : Metilen Biru + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.666	19.316	0.966	0.088
2 Jam	2.663	19.295	0.965	0.089
3 Jam	2.641	19.140	0.957	0.097
4 Jam	2.632	19.069	0.953	0.101
5 Jam	2.627	19.034	0.952	0.102

Sampel : Lapisan PVA + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.620	18.986	0.949	0.105
2 Jam	2.445	17.719	0.886	0.174
3 Jam	2.380	17.246	0.862	0.201
4 Jam	2.340	16.957	0.848	0.218
5 Jam	2.290	16.594	0.830	0.240

Sampel : Serbuk TiO₂ + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.383	17.269	0.863	0.200
2 Jam	1.788	12.958	0.648	0.487
3 Jam	1.413	10.238	0.512	0.723
4 Jam	1.289	9.338	0.467	0.815
5 Jam	0.688	4.986	0.249	1.442

Sampel : Lapisan PVA-TiO₂ A + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.444	17.712	0.886	0.174
2 Jam	2.132	15.452	0.773	0.311
3 Jam	1.908	13.827	0.691	0.422
4 Jam	1.781	12.909	0.645	0.491
5 Jam	1.576	11.419	0.571	0.613

Sampel : Lapisan PVA-TiO₂ B + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.367	17.154	0.858	0.206
2 Jam	1.950	14.130	0.707	0.400
3 Jam	1.673	12.126	0.606	0.553
4 Jam	1.593	11.547	0.577	0.602
5 Jam	1.160	8.406	0.420	0.920

Sampel : Lapisan PVA-TiO₂ C + Sinar UV

Lama Penyinaran	Abs Max	Konsentrasi (ppm)	C_{MB}/C_{MB}^0	$\ln (C_{MB}^0/C_{MB})$
Sebelum Penyinaran	2.910	20.000	1.000	0
1 Jam	2.328	16.867	0.843	0.223
2 Jam	1.704	12.348	0.617	0.535
3 Jam	1.470	10.652	0.533	0.683
4 Jam	1.280	9.275	0.464	0.821
5 Jam	0.825	5.978	0.299	1.261

TENTANG PENULIS

Nama : **Nur Ichzan AS**
 Tempat/Tgl. Lahir : **Sungguminasa-Gowa, 19 April 1989**
 Alamat Rumah
 Di daerah : Jl. Poros Malino Km 5, Kel. Bontoramba, Kec. Somba Opu,
 Kab. Gowa-Sulawesi Selatan
 Di Surabaya : Jl. Teknik Geodesi Blok R No. 6, Perumahan Dosen ITS,
 Kel. Keputih, Kec. Sukolilo-Surabaya
 Contact Person : E-mail : nurichzanas@gmail.com ;
 No. HP: 085299695345



Riwayat Pendidikan Formal:

Tahun	Program Pendidikan	Sekolah/ Perguruan Tinggi	Jurusan/Program Studi (Bidang Keahlian)
1999-2001	TK-TPA	TK-TPA Hidayatul Khairiyah	-
1995-2001	Sekolah Dasar	SD Negeri LIMPRI, Gowa	-
2001-2004	Sekolah Menengah Pertama	SMP Negeri 1 Bajeng, Gowa	-
2004-2007	Sekolah Menengah Atas	SMA Negeri 1 Bajeng, Gowa	Ilmu Pengetahuan Alam
2007-2011	Sarjana	Universitas Negeri Makassar (UNM)	Fisika/Fisika Material
2012-2013	Pra-Magister	Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya	Fisika
2013-2015	Magister	Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya	Fisika/Fisika Material

Publikasi Ilmiah Selama Menempuh Pendidikan Program Pascasarjana:

- ✓ **Nur Ichzan AS**, Vicran Zharvan, Muhammad Saukani, "Identifikasi Fasa $Zn_{0,2}Mg_{0,8}TiO_3$ (ZMT) pada Variasi Temperatur Kalsinasi dengan Metode Pencampuran Larutan", *Prosiding Simposium Fisika Nasional (SFN XXVII) HFI*, Universitas Udayana, Bali 17 Oktober 2014, ISSN : 1411-4711.
- ✓ Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, **Nur Ichzan AS**, Gatut Yudoyono, Darminto, "Study on Fabrication of TiO_2 Thin Films by Spin-coating and their Optical Properties", *The 4th International Conference on Theoretical and Applied Physics (ICTAP)*, Universitas Udayana, Bali 16 Oktober 2014.
- ✓ Hadi Santoso, Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, **Nur Ichzan AS**, Gatut Yudoyono, Endarko, "Peningkatan Kinerja *Dye-Sensitized Solar Cell* Menggunakan Ultrasonikasi", *Jurnal Fisika dan Aplikasinya (JFA)*, Vol. 11 No. 1 (32-35), Edisi Januari 2015.
- ✓ Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, Hadi Santoso, **Nur Ichzan AS**, Gatut Yudoyono, Darminto, "Fabrikasi Lapisan TiO_2 Menggunakan Metode *Spin Coating* dengan Variasi Pengadukan dan Karakterisasi Sifat Optisnya", *Jurnal Fisika dan Aplikasinya (JFA)*, Vol. 11 No. 1 (41-45), Edisi Januari 2015.
- ✓ **Nur Ichzan AS**, Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, Hadi Santoso, Gatut Yudoyono, Darminto, "Pengaruh pH Terhadap Pembentukan *Nano-powder* TiO_2 Fase Anatase dan Sifat Fotokatalisnya", *Jurnal Fisika dan Aplikasinya (JFA)*, Vol. 11 No. 2 (60-63), Edisi Juni 2015.

Kegiatan Internal dan External Kampus Selama Menempuh Pra-S2 dan S2 (Ilmiah, Pendidikan, Sosial dan Politik)

Tanggal/Bulan /Tahun	Jenis Kegiatan	Penyelenggara	Panitia/Peserta/ Pemakalah
22 Oktober 2012	Transfer Knowledge <i>Geothermal Goes to Campus</i>	Kementerian ESDM & Fisika ITS	Peserta
24-25 Januari 2013	Workshop Penulisan Naskah Akademik Gel. 1	Bina Gita Persada (BGP) & ITS	Panitia
22-23 Maret 2013	Workshop Penulisan Naskah Akademik Gel. 2	Bina Gita Persada (BGP) & ITS	Panitia
7-8 Mei 2013	Workshop Penulisan Naskah Akademik Gel. 3	Bina Gita Persada (BGP) & ITS	Panitia
18 Juni 2013	Seminar Fisika dan Aplikasinya 2013	Jurusan Fisika FMIPA-ITS	Peserta
5 Juni 2013	Kuliah Tamu "Eksplorasi Minyak dan Gas Bumi"	Pertamina & Fisika ITS	Peserta
1-2 Maret 2014	Survey Pemilu Legislatif Dapil Gresik-Lamongan	EMS-RC Internal Research Centre	Surveyor
14-16 April 2014	Ujian Nasional SMA/MA, SMK dan Paket C	KEMENDIKBUD RI & PT	Pengawas SP
Sep 2014-Jan 2015	Asistensi Mata Kuliah Fisika Dasar 1	UPMB ITS	Asisten Dosen
16-17 Oktober 2014	<i>The 4th International Conference on Theoretical and Applied Physics (ICTAP)</i> dan Simposium Fisika Nasional XXVII	LIPI, Himpunan Fisikawan Indonesia (Pusat) & Udayana Bali	Pemakalah
Februari-Mei 2015	Asistensi Mata Kuliah Fisika Dasar 2	UPMB ITS	Asisten Dosen
11 April 2015	Workshop "Teknologi Pengeboran Geothermal"	Talisman Energi & ITS	Peserta
9 Juni 2015	Seleksi Bersama Mahasiswa Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) Tahun 2015	Kementerian Ristek dan DIKTI (Panitia Lokal-50 Surabaya)	Pengawas

Pengaruh pH terhadap Pembentukan TiO₂ Nanopartikel Fasa Anatase dan Sifat Fotokatalisnya

Nur Ichzan AS^{*}, Vicran Zharvan, Rizqa Daniyati, Hadi Santoso, Gatut Yudoyono, Darminto^{**}

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Kampus ITS Sukolilo, Surabaya (60111)

Email: ichzan13@mhs.physics.its.ac.id (^{*}), darminto@physics.its.ac.id (^{**})

Abstrak – Makalah ini menjelaskan pengaruh perbedaan pH larutan pada proses pembentukan kristal TiO₂ anatase terhadap peningkatan aktivitas fotokatalis. Serbuk TiO₂ disintesis menggunakan metode kopresipitasi pada variasi pH larutan prekursor dalam kondisi basa yaitu 9, 11 dan 12. Serbuk TiO₂ nano partikel yang dianalisis menggunakan X-Ray Diffractometry (Philips X-pert) dan UV-Vis Spectrophotometer (Genesis 10S). Estimasi ukuran butir sampel akan dianalisis dengan metode rietveld sedangkan pita celah energinya dihitung menggunakan metode Tauc. Ukuran Kristal yang diperoleh masing-masing adalah 11.80 nm, 14.96 nm dan 15.87 nm. Pengujian aktivitas fotokatalis menggunakan larutan metilen biru dengan penyinaran lampu UV selama 5 jam dan diuji setiap 1 jam. Koefisien absorpsi paling tinggi adalah 1.81 pada panjang gelombang 265 nm pada sampel pH 12. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan pH larutan pada proses sintesis berpengaruh pada ukuran butir serbuk TiO₂. Hasil percobaan juga membuktikan bahwa semakin kecil ukuran butir serbuk TiO₂ maka semakin efektif dalam mendegradasi konsentrasi larutan metilen biru. Efisiensi maksimum yang diperoleh sebesar 55,44 % pada sampel pH 9.

Kata kunci: TiO₂ anatase, pH, ukuran kristal, aktivitas fotokatalis, metilen biru

Abstract – This paper describes the effect of different pH solution on the formulation of anatase TiO₂ nano-powders to enhance photocatalytic activity. TiO₂ powders were synthesis using co-precipitation method at difference of pH precursor solution which is 9, 11 dan 12. TiO₂ nano-powders analyzed using X-Ray Diffractometry (Philips X-pert) and UV-Vis Spectrophotometer (Genesis 10S). The Estimation of crystalline size would be analyzed by Rietveld method while the energy band gap was calculated by using Tauc method. Crystalline size are 11.80 nm, 14.96 nm and 15.87 nm respectively. Photocatalytic activity experiment used methylene blue solution with irradiation of UV lamp for 5 hours and measured every 1 hour. The highest absorption coefficient was 1,80 with wavelength 265 nm to pH 12. The results showed that the difference of pH on synthesis process influenced on crystals size of TiO₂ powders. The experimental results also showed the smaller crystals size of TiO₂ powders, the more effective in degrading the concentration of methylene blue solution. The maximum efficiency provided is 55.44 % at pH 9.

Key words: anatase TiO₂, crystalline size, pH, photocatalytic activity, methylene blue

I. PENDAHULUAN

Pemanfaatan teknologi fotokatalis saat ini menjadi salah satu sumber energi alternatif terbaru. Teknologi ini pertama kali diperkenalkan oleh peneliti asal jepang yaitu Fujisima dan Honda pada tahun 1972 mengenai penguraian air (H₂O) menjadi oksigen (O₂) dan hidrogen (H₂) melalui proses fotoelektrokimia menggunakan elektroda semikonduktor TiO₂ yang diradiasi sinar UV [1],[2]. Fenomena fotokatalis merupakan peristiwa fotoreaksi yang melibatkan cahaya dan mengalami peningkatan kecepatan reaksi akibat adanya katalis yang mengabsorpsi energi cahaya ultraviolet (UV) sehingga menghasilkan senyawa pereduksi dan pengoksidasi pada permukaan katalis [2]. Beberapa material semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalis diantaranya yaitu TiO₂, ZnO, Fe₂O₃, CdS, ZnS dan sebagainya. Material semikonduktor yang menjadi pilihan utama dan sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO₂.

Senyawa titanium (IV) oksida atau titanium dioksida (TiO₂) merupakan material semikonduktor organik yang memiliki celah energi yang lebar, transmitansi yang tinggi, indeks bias dan sifat listrik yang baik [1],[2]. Oleh karena itu, senyawa TiO₂ banyak dimanfaatkan sebagai fotokatalis, lapisan tipis, pewarna makanan, sensor gas, pembersih polutan, pigmen pada cat, bahan kosmetik,

teknologi sel surya, penyerap gelombang elektromagnetik dan sebagainya [2]. Serbuk TiO₂ memiliki keunggulan diantaranya memiliki aktivitas fotokatalis tinggi dan stabil, non toksik, tahan terhadap korosi, tidak larut dalam air. TiO₂ juga memiliki kemampuan menyerap sinar yang tinggi yang ditandai dengan nilai celah energi (E_g) yang sesuai yaitu sebesar 3,2 eV dalam struktur anatase [3]. Selain itu TiO₂ memiliki kemampuan *self-cleaning* sehingga dapat mendegradasi limbah organik dan zat berwarna.

Pembentukan struktur kristal dalam sintesis TiO₂ dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya temperatur kalsinasi, pH larutan, konsentrasi dopan, waktu reaksi (lama pengadukan) dan banyaknya air yang digunakan [4]. Faktor-faktor ini juga dapat mempengaruhi ukuran butir, komposisi atau transformasi fasa, dan kristalinitas dari TiO₂. Salah satu faktor yang secara signifikan berpengaruh adalah pengaturan pH larutan. Beberapa prekursor yang sering digunakan dalam sintesis TiO₂ diantaranya TiCl₄ [5], TiCl₃ [6], TTIP [7], dan TiOCl₂ [8]. Beberapa penelitian yang dilakukan oleh [4],[8],[9] menunjukkan bahwa variasi pH larutan menghasilkan pembentukan fasa yang berbeda dari TiO₂. Hal ini dikarenakan semakin rendah keasaman larutan atau bersifat basa maka struktur fasa yang terbentuk adalah

anatase sedangkan semakin tinggi keasaman larutan maka fasa yang terbentuk terarah ke *rutile*.

Pada makalah ini akan dijelaskan pengaruh variasi pH larutan prekursor pada pembentukan ukuran kristal fasa anatase TiO₂ terhadap peningkatan aktivitas fotokatalis yang disintesis dengan metode kopresipitasi.

II. METODE PENELITIAN

A. Sintesis Serbuk TiO₂ Nanopartikel

Larutan titanium triklorida (TiCl₃ 15%) sebanyak 20 ml dicampurkan dengan air destilasi sebanyak 100 ml dan distirer selama 5 jam. Selanjutnya, menambahkan (titrasi) larutan ammonium hidroksida (NH₄OH 28,9%) ke dalam larutan TiCl₃ hingga pH larutan mencapai 9, 11 dan 12. Setelah itu, larutan diaduk kembali hingga berwarna putih kemudian diendapkan selama 24 jam. Selama proses pengendapan dilakukan pencucian dan penyaringan endapan putih hingga pH larutan menjadi 7. Hasil endapan putih kemudian dikalsinasi pada temperatur 400°C selama 3 jam.

B. Karakterisasi dan Analisis

Serbuk TiO₂ akan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffractometry (Philips X-Pert)* untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada serbuk TiO₂ dan *UV-Vis spectrophotometer (Genesis 10S)* untuk pengukuran nilai absorpsi. Sampel akan dianalisis ukuran butirnya menggunakan metode *rietveld* dan dihitung besar celah energinya (E_g) menggunakan metode *Tauc* [6] seperti yang ditampilkan pada persamaan (1) dan (2) berikut ini.

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g) \tag{1}$$

$$\alpha = \text{abs}(2.303)l \tag{2}$$

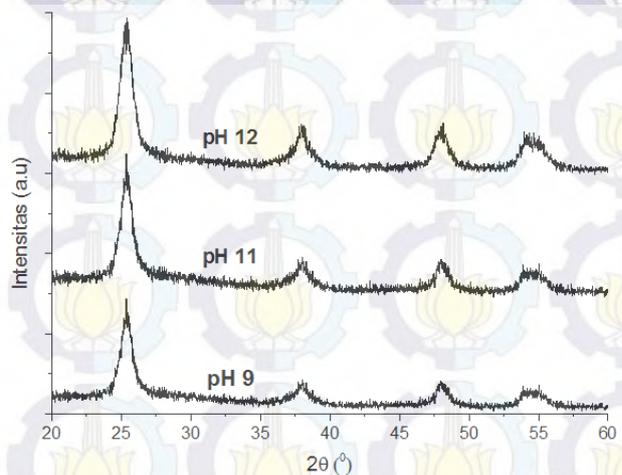
Dimana α adalah koefisien absorpsi, $h\nu$ adalah energi foton, A adalah konstanta kesebandingan, n adalah konstanta numerik ($n=2$ untuk *direct band gap*), abs adalah absorpsi, l adalah lebar cuvet dan E_g adalah pita celah energi

C. Uji Aktivitas Fotokatalis

Menyiapkan chamber kemudian diisi dengan larutan metilen biru 20 ppm sebanyak 30 ml. Serbuk TiO₂ sebanyak 40 mg diaduk dan direndam selama 30 menit ke dalam larutan metilen biru. Selanjutnya, larutan metilen biru yang berisi serbuk TiO₂ disinari dengan menggunakan lampu UV 25 Watt selama 5 jam kemudian diukur nilai absorpsinya setiap 1 jam. Menghitung nilai efisiensi menggunakan persamaan (3) berikut ini:

$$\text{Efisiensi}(\%) = \frac{C_{MB}^0 - C_{MB}}{C_{MB}^0} \times 100 \tag{3}$$

Dimana C_{MB}^0 adalah konsentrasi awal sebelum penyinaran (ppm), C_{MB} adalah konsentrasi setelah penyinaran dalam selang waktu t (ppm).



Gambar 1. Pola difraksi sinar-X serbuk TiO₂ dengan varisasi pH larutan prekursor.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pola difraksi sinar-X pada variasi pH larutan 9,11 dan 12 menunjukkan bahwa semua sampel memiliki fase anatase seperti yang ditampilkan pada gambar 1. Adapun estimasi ukuran butir dan parameter pada masing-masing sampel berbeda seperti ditampilkan pada tabel 1 dan 2.

Parameter kisi yang diperoleh untuk semua sampel relatif sama dengan data ICSD-63711 (anatase). Hal ini disebabkan temperatur kalsinasi yang digunakan pada proses sintesis hanya 400°C sehingga tidak menyebabkan pergeseran parameter kisi. Perbedaan ukuran butir pada masing-masing sampel disebabkan pH larutan prekursor yang diberikan pada proses sintesis. Semakin banyak konsentrasi NH₄OH atau semakin besar pH yang diberikan maka akan menyebabkan ukuran kristal semakin besar. Hasil ini sesuai dengan yang dilaporkan [3],[9],[10].

Pada pengukuran nilai absorpsi diperoleh koefisien absorpsi paling tinggi pada pH 12 yaitu 1.81 pada daerah panjang gelombang 265 nm seperti yang ditampilkan pada gambar 2. Perhitungan pita celah energi menggunakan metode *Tauc* diperoleh pita celah energi yang paling tinggi 3.22 eV oleh sampel pH 12 seperti yang ditampilkan pada gambar 3.

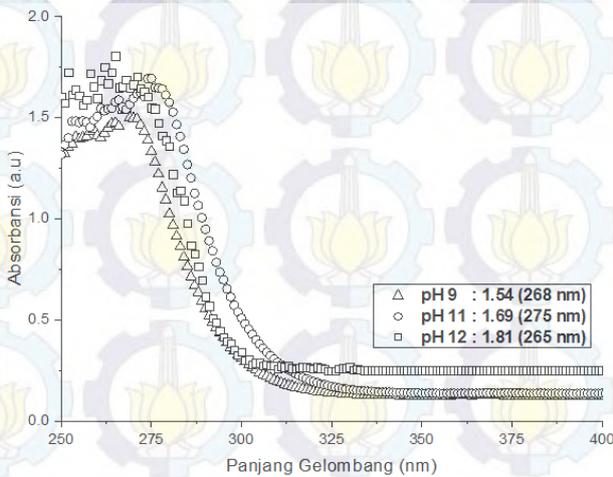
Pengujian fotodegradasi diperoleh penurunan konsentrasi larutan metilen biru seiring dengan lama penyinaran. Sampel pH 9 mampu menurunkan konsentrasi larutan metilen biru lebih efektif dengan efisiensi sebesar 55.44 % seperti yang ditampilkan pada gambar 4 dan 5. Hal ini dipengaruhi oleh ukuran butir kristal TiO₂ yang dihasilkan. Semakin kecil ukuran butir kristal maka semakin efektif dalam menurunkan konsentrasi larutan metilen biru.

Tabel 1. Hasil *refinement* parameter kisi serbuk TiO₂

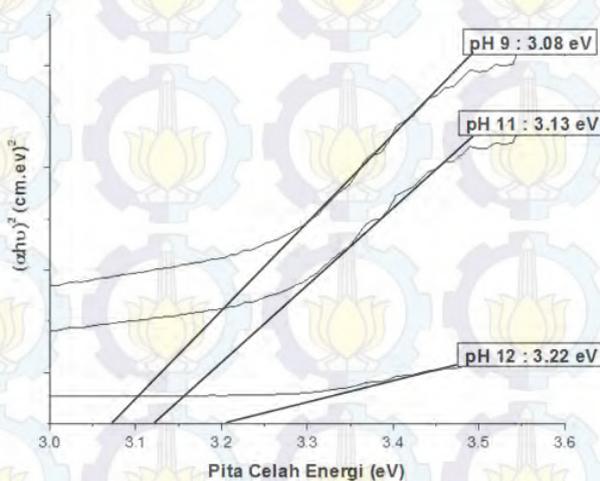
Parameter	ICSD	pH-9	pH-11	pH-12
Kisi (nm)	63711			
a,b	3.784	3.692 (28)	3.749(32)	3.743 (18)
c	9.514	9.291 (49)	9.373(21)	9.369 (15)

Tabel 2. Hasil refinement estimasi ukuran kristal serbuk TiO₂

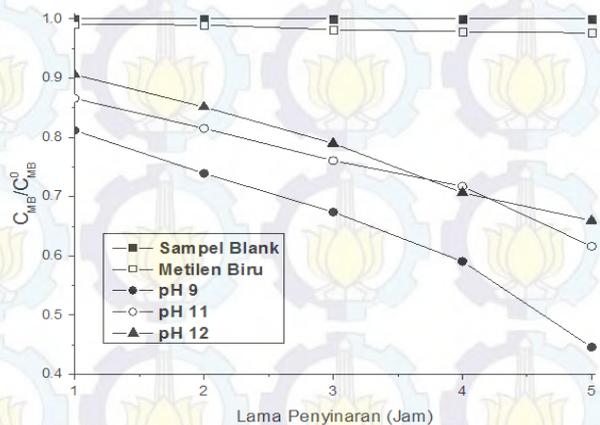
Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Micro Strain
pH-9	11,80 (3)	0.00623 (48)
pH-11	14,96 (5)	0.00984 (36)
pH-12	15,87 (2)	0.00301 (15)



Gambar 2. Grafik spektrum absorpsi serbuk TiO₂ pada variasi pH larutan prekursor



Gambar 3. Pita celah energi serbuk TiO₂ pada variasi pH larutan prekursor



Gambar 4. Fotodegradasi larutan metilen biru oleh katalis TiO₂ selama 5 jam penyinaran



Gambar 5. Efisiensi fotodegradasi serbuk TiO₂ selama 5 jam penyinaran

IV. KESIMPULAN

Serbuk TiO₂ yang terbentuk pada variasi pH larutan prekursor 9, 11 dan 12 adalah fase anatase dengan ukuran butir kristal yang dihasilkan adalah 11.80 nm, 14.96 nm dan 15.87 nm. Sampel pH 9 lebih efektif dalam mendegradasi konsentrasi metilen biru dengan efisiensi 55.44 %. Fotodegradasi konsentrasi metilen biru dalam percobaan ini dipengaruhi oleh ukuran butir kristal. Semakin kecil ukuran butir kristal maka semakin efektif dalam mendegradasi konsentrasi metilen biru.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Direktorat Pendidikan Tinggi (DIKTI) yang memberikan beasiswa BPP-DN dalam membiayai riset penelitian ini.

PUSTAKA

- [1] Diebold, U., "The surface science of Titanium Oxide," *Surface Science Reports* 48 (2003) 53-229.
- [2] Carp, O., Huisman, C.L., Reller, A., "Photoinduced reactivity of titanium dioxide." *Progress in Solid State Chemistry*, 32 (2004) 33-177.
- [3] Castro, A.L., Nunes, M.R., Carvalho, A.P., Costa, F.M., Florencio, M.H., "Synthesis of Anatase TiO₂ Nanoparticles with High Temperature Stability and Photocatalytic Activity." *Solid State Science*, 10 (2008).
- [4] Wang, X., Zhang, P., Liu, X., Zhang, B., "Fabrication and Characterization of TS-1 Films on α -Al₂O₃ Substrates Using TiCl₃ as titanium source" *Applied Surface Science*, 254 (2007) 544-547.
- [5] Cassaignon, S., Koelsch, M., Jolivet, J. P., "From TiCl₃ to TiO₂ Nanoparticles (anatase, brookite and rutile): Thermohydrolysis and Oxidation in Aqueous Medium," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 68 (2007) 695-700.
- [6] Molea, A., Popescu, V., Rawson, N.A., Dinescu, A., "Influence of pH on the formulation of TiO₂ nanocrystalline powders with high photocatalytic activity," *Powder Technology* 253 (2014) 22-28.
- [7] Senthil, T.S., Muthukumarasamy, N., Agilan, S., Thambidurai, M., Balasundaraprabhu, R., "Preparation and characterization of nanocrystalline TiO₂ thin films," *Materials Science and Engineering B*, 174 (2010) 102-104.

- [8] Widaryanti, H.N., (2013), *Fabrikasi dan Karakterisasi Partikel Nano dan Lapisan TiO₂*. Tesis Jurusan Fisika Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- [9] Bae, H.S., Lee, M.K., Kim, W.W., Rhee, C.K., "Dispersion Properties of TiO₂ Nano-Powder Synthesized by Homogeneous Precipitation Process at Low Temperatures," *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 220 (2003) 169-177.
- [10] Bai, Xuelian., Bin Xie., Nan Pan, Xiaoping Wang, Haiqian Wang, "Novel Three-Dimensional Dandelion-Like TiO₂ Structure with High Photocatalytic Activity," *Journal of Solid State Chemistry*, 181 (2008) 450-456).
- [11] Bae, Eunyoung., Murakami, N., Ohno, T., "Expose Crystal Surface-Controlled TiO₂ Nanorods having Rutile phase from TiCl₃ under Hydrothermal Condition", *Journal of Molecular Catalysis A : Chemical*, 300 (2009) 72-79.

FABRIKASI LAPISAN NANO KOMPOSIT PVA-TiO₂ DENGAN METODE SPIN COATING DAN KARAKTERISASINYA SEBAGAI FOTOKATALIS

Dipresentasikan pada seminar Ujian Tesis pada tanggal 25 Juni 2015 Ruang J-103 Pukul 10.00-12.00 WIB

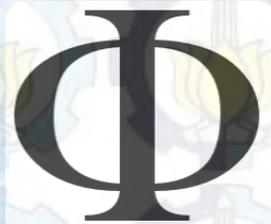
Dosen Pembimbing:

Prof. Dr. Darminto, M.Sc.

Oleh :

Nur Ichzan AS

NRP . 1113201033



Program Pascasarjana

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember



CONTENTS

1

Pendahuluan

2

Kajian Pustaka & Dasar Teori

3

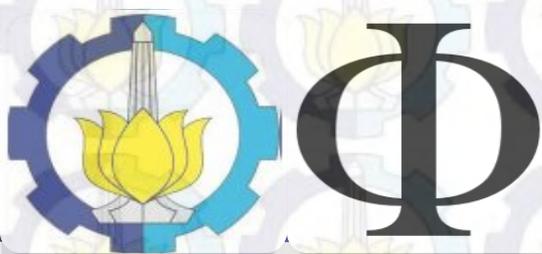
Metode Penelitian

4

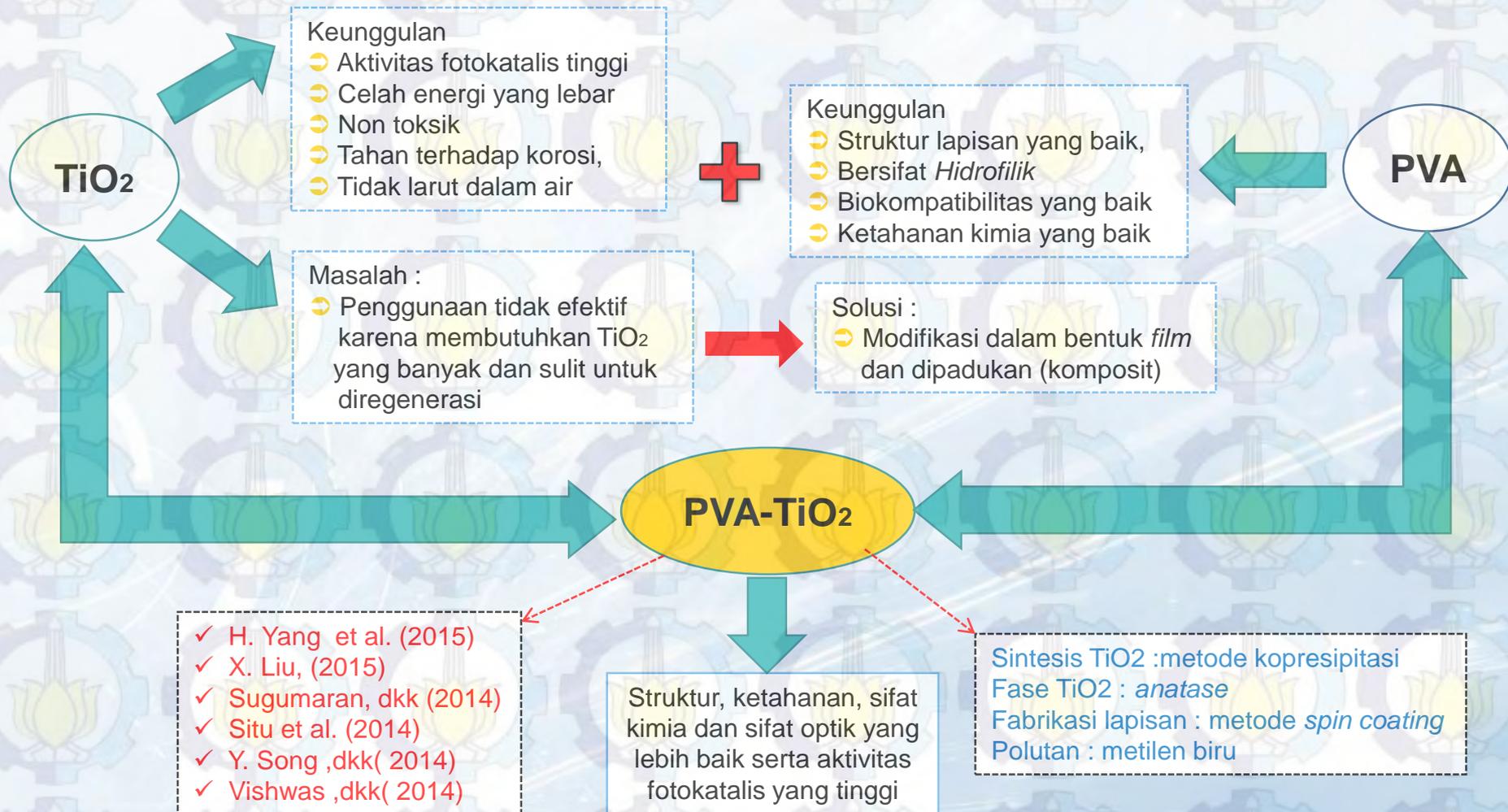
Hasil Penelitian

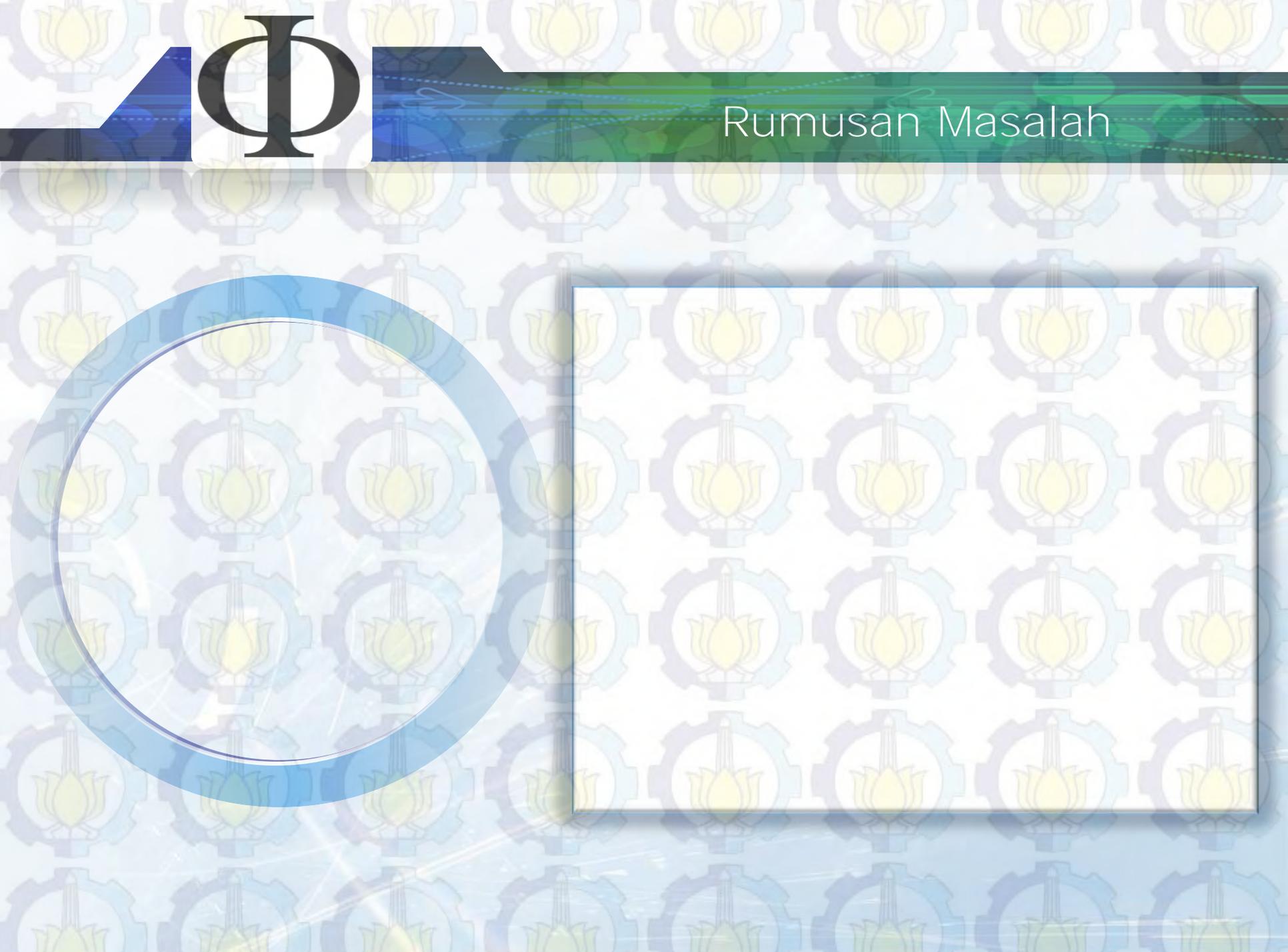
5

Kesimpulan



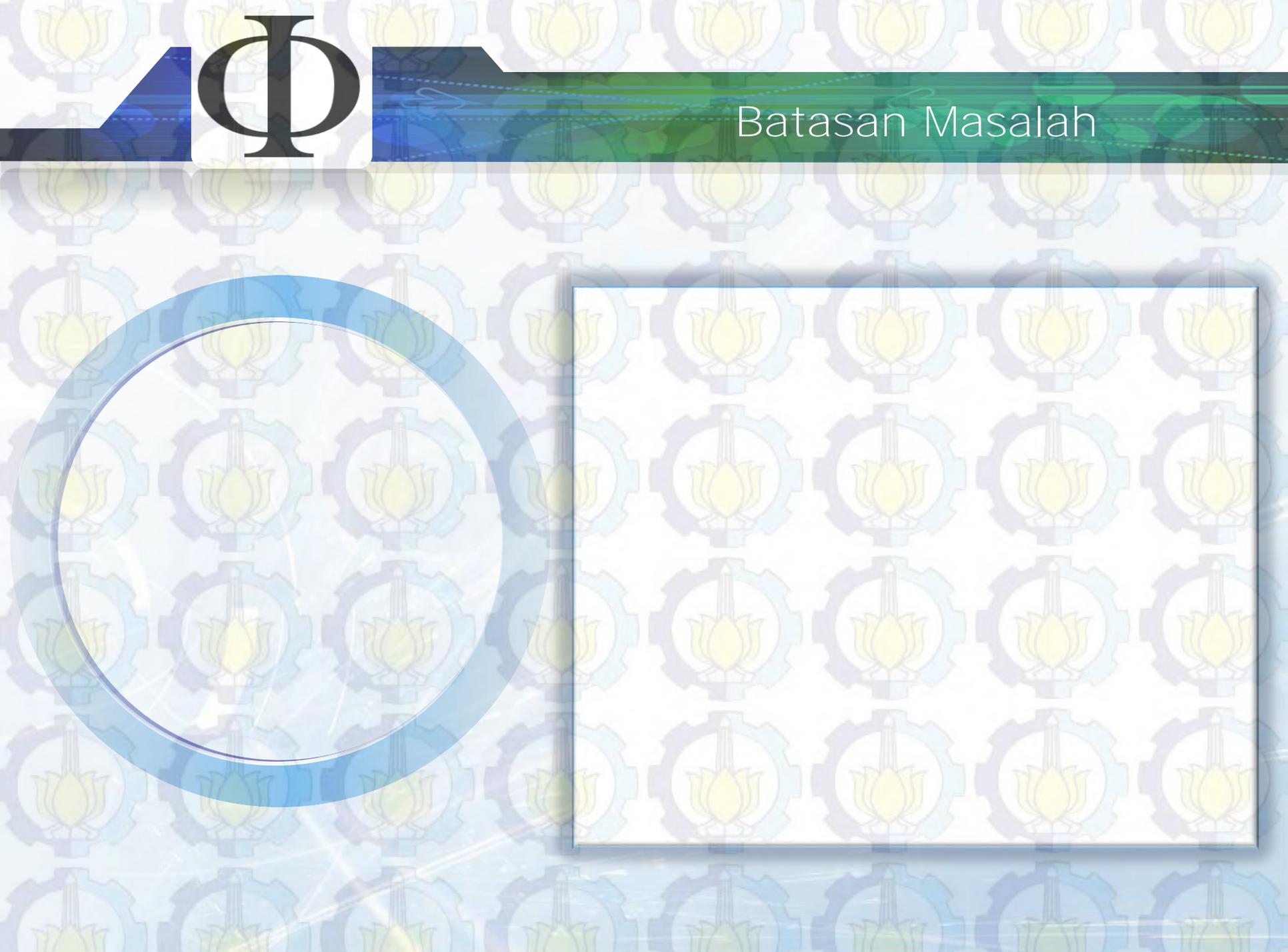
Latar Belakang





Φ

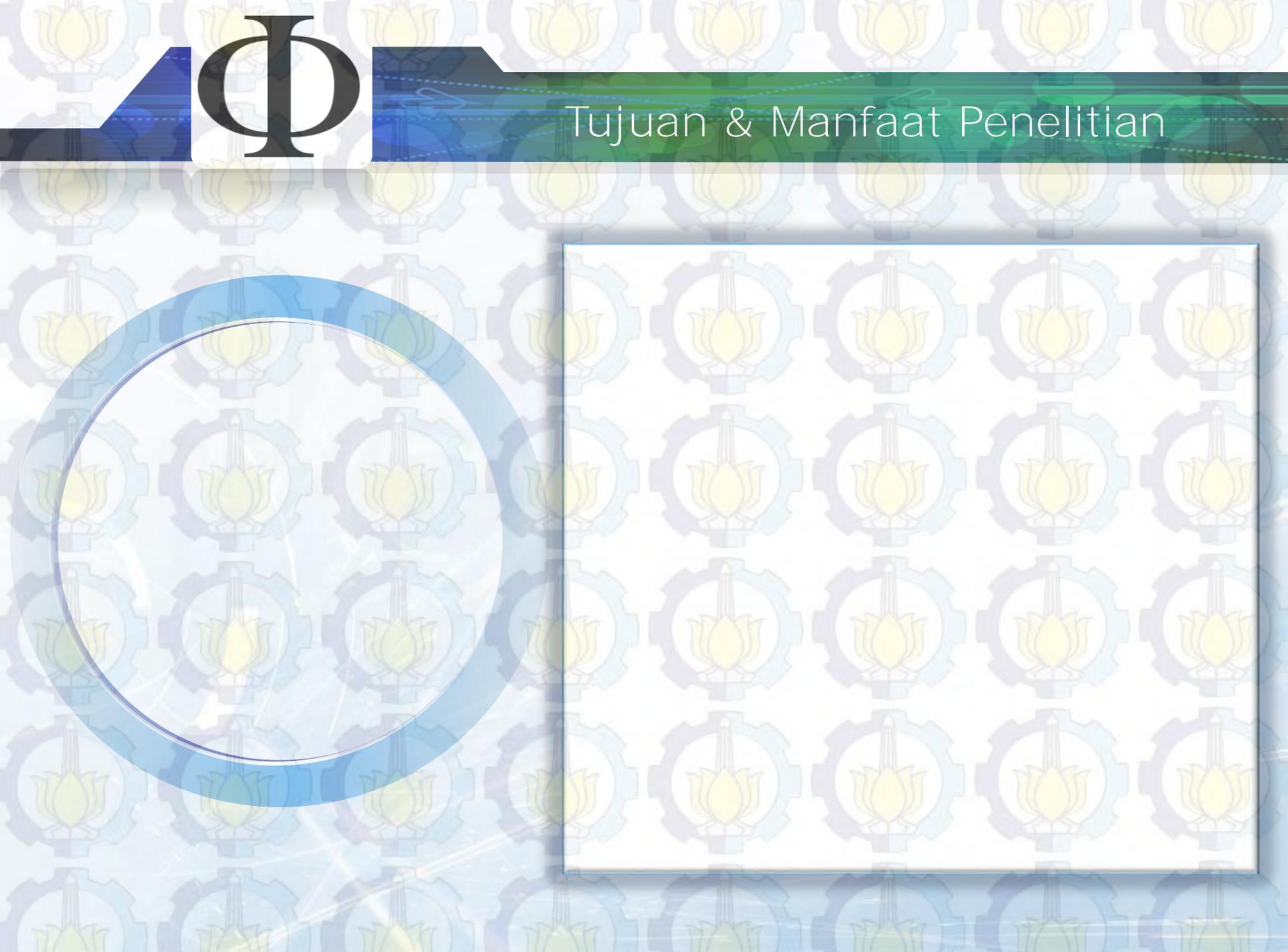
Rumusan Masalah



Φ

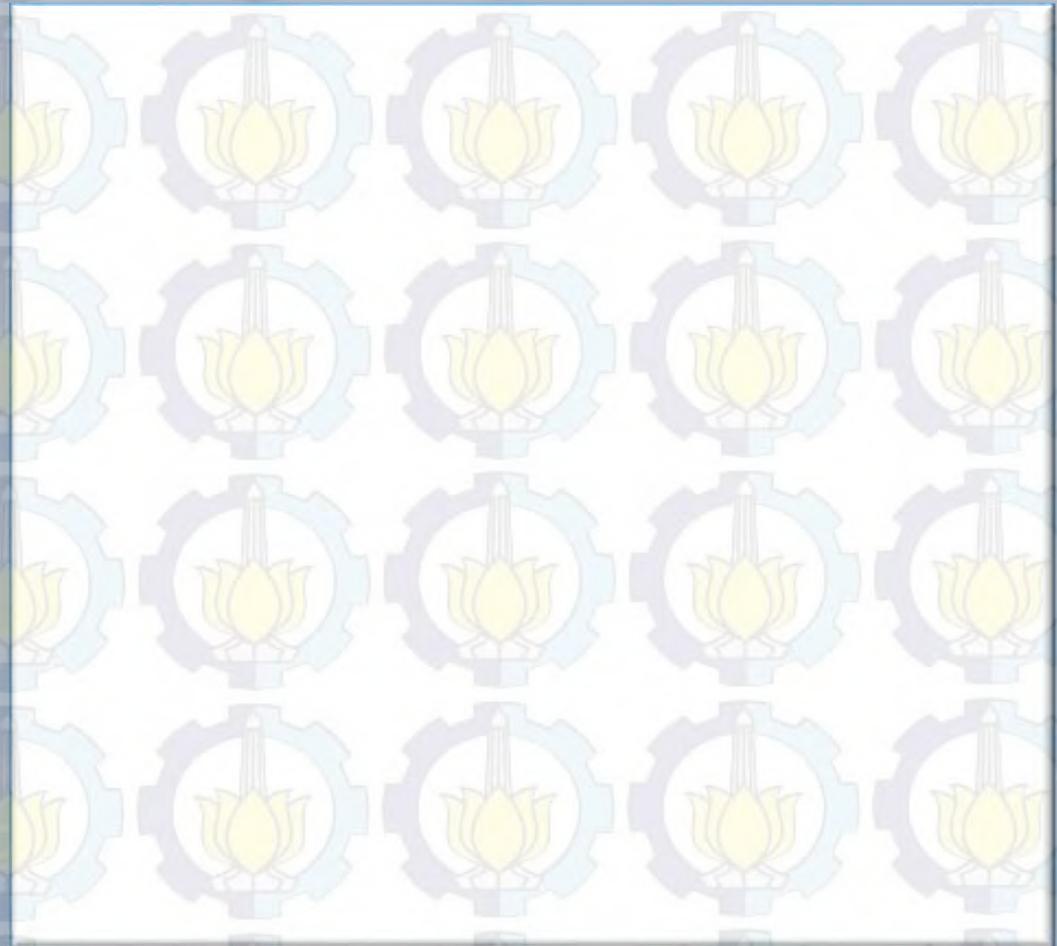
Batasan Masalah

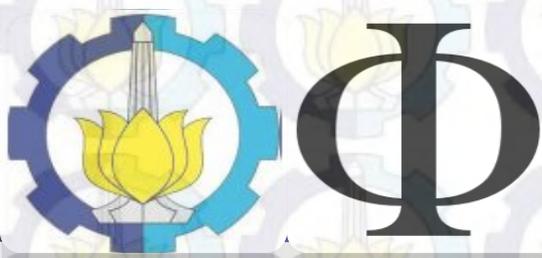




Φ

Tujuan & Manfaat Penelitian





Sintesis TiO₂ dengan Metode Kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat.

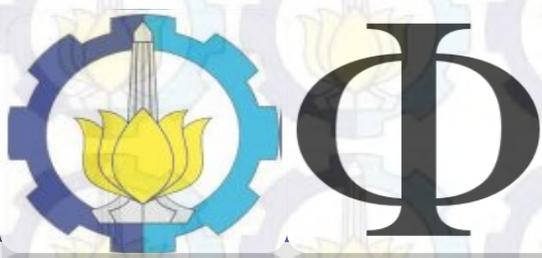
Ukuran kristal dan komposisi fasa TiO₂ pada variasi waktu pengadukan

Kelebihan

- ➔ Prosesnya berlangsung pada suhu rendah,
- ➔ Waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat,
- ➔ Mudah dan murah
- ➔ Parameter fisik maupun kimianya dapat disesuaikan seperti konsentrasi reaktan, suhu dan pH.

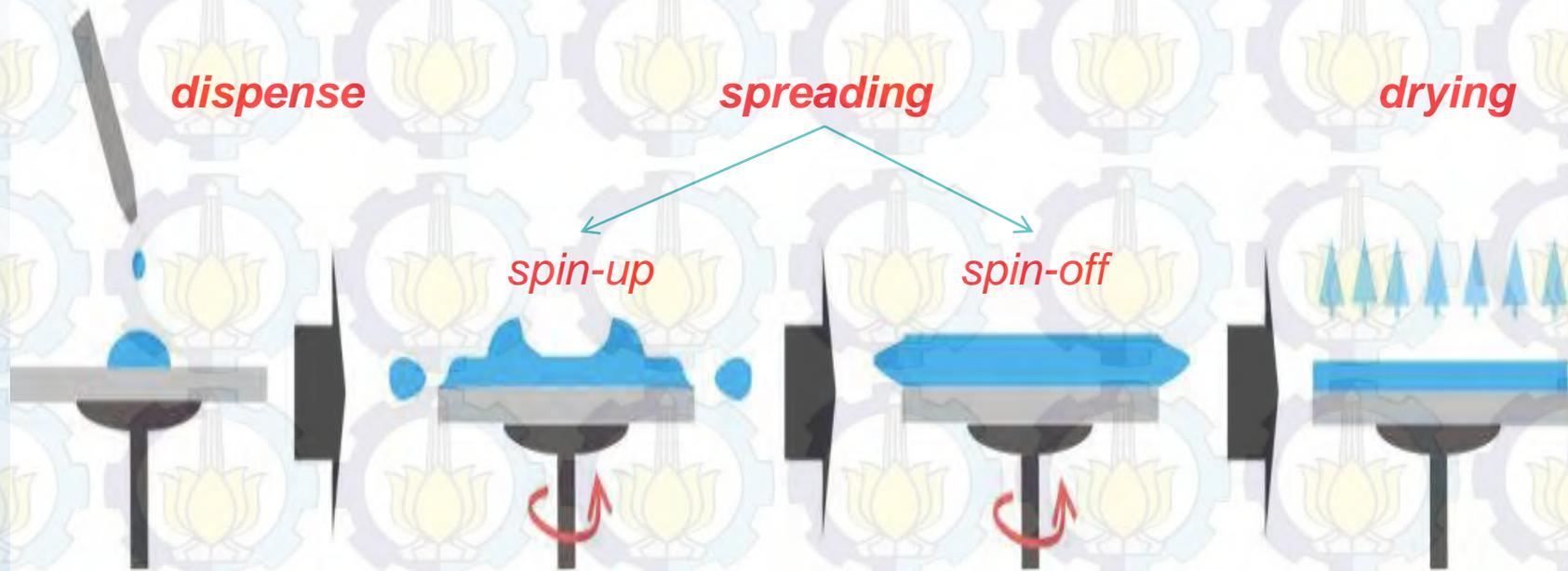
Sampel	Ukuran Kristal (nm)		Komposisi Fasa (%)	
	<i>anatase</i>	<i>Rutile</i>	<i>anatase</i>	<i>rutile</i>
25 jam	9,7 (2)	-	100,0	0
45 jam	13,8 (5)	10,1(17)	98,7 (4)	1,3 (0)
65 jam	9,3 (3)	16,3 (12)	37,7 (0)	62,3 (1)
85 jam	-	11,6 (4)	0	100,0

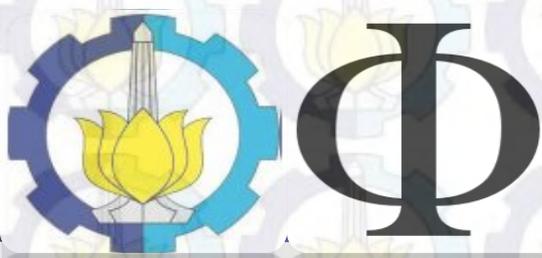
Sumber : Widaryanti, H.N (2013)



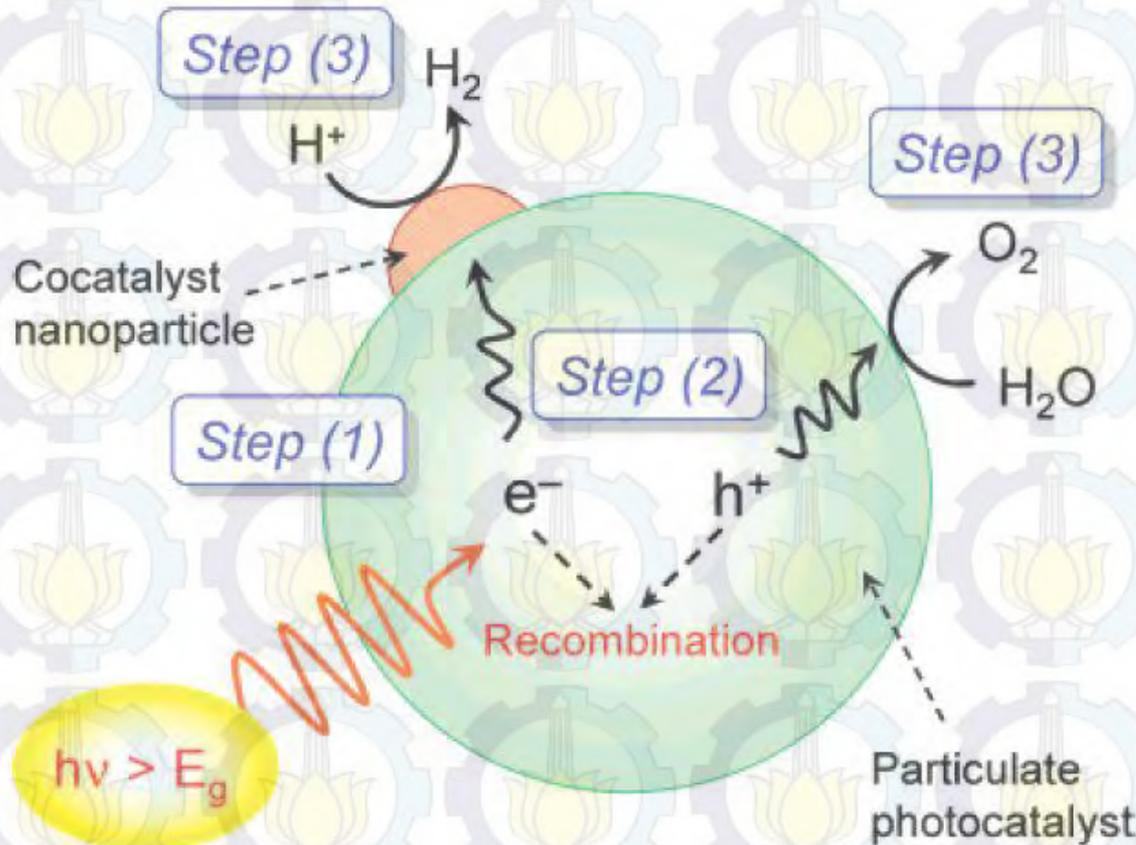
Metode *Spin Coating*

Keunggulan dari metode ini adalah mampu menghasilkan lapisan dengan cepat, mudah dan homogen





Mekanisme Peristiwa Fotokatalis



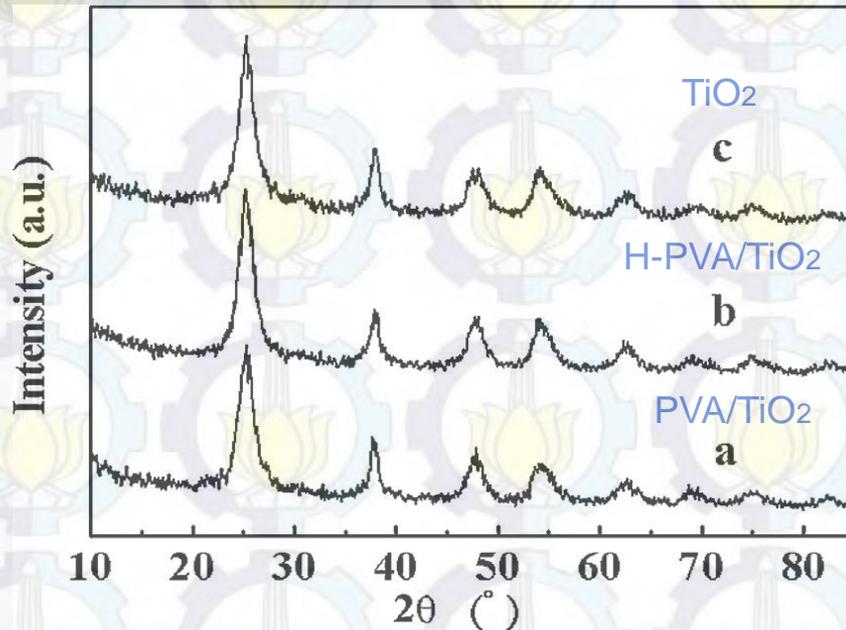
Step 1 : Penyerapan energi foton sehingga terjadi fotoeksitasi (elektron dan hole)

Step 2 : Elektron dan hole memisah tanpa adanya rekombinasi ke permukaan katalis

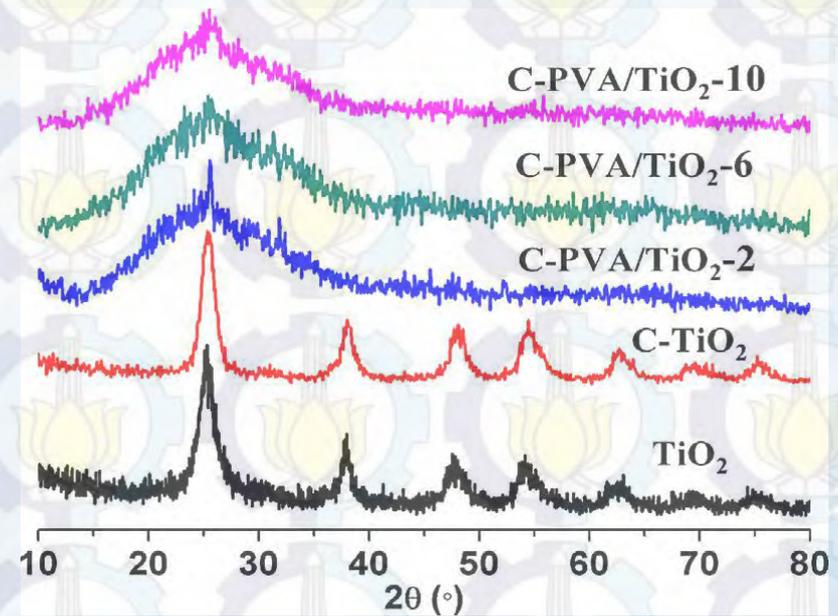
Step 3 : Terjadi reaksi reduksi dan oksidasi pada elektron dan hole untuk memproduksi radikal H_2 dan O_2



Struktur Lapisan PVA-TiO₂

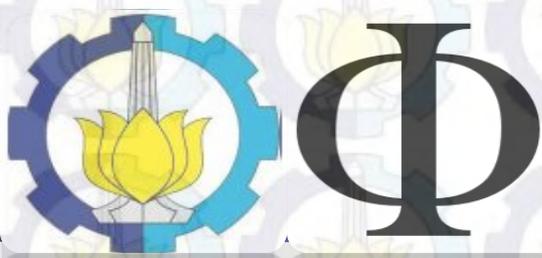


Y. Song dkk, (2014)

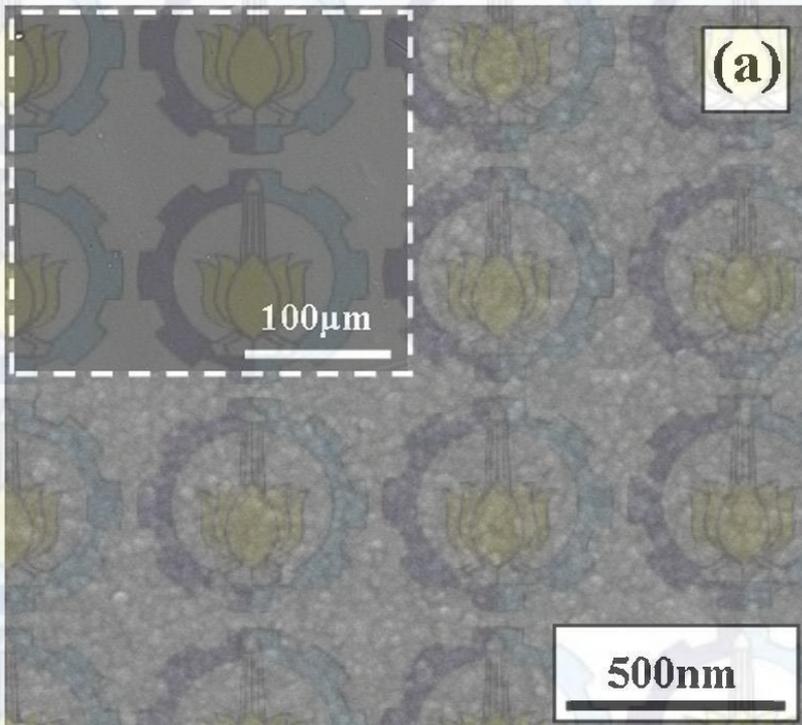


H. Yang dkk, (2015)

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Y. Song et al. (2014) dan H. Yang dkk, (2015) menunjukkan bahwa lapisan komposit PVA-TiO₂ tanpa pemanasan dan lapisan PVA-TiO₂ dengan pemanasan memiliki pola XRD yang identik atau tidak berubah dibandingkan serbuk TiO₂. Puncak yang terbentuk ini menunjukkan bahwa serbuk TiO₂ yang digunakan adalah fasa anatase. Kedua hasil ini membuktikan bahwa proses pemanasan tidak mempengaruhi struktur dan ukuran kristal dari TiO₂.

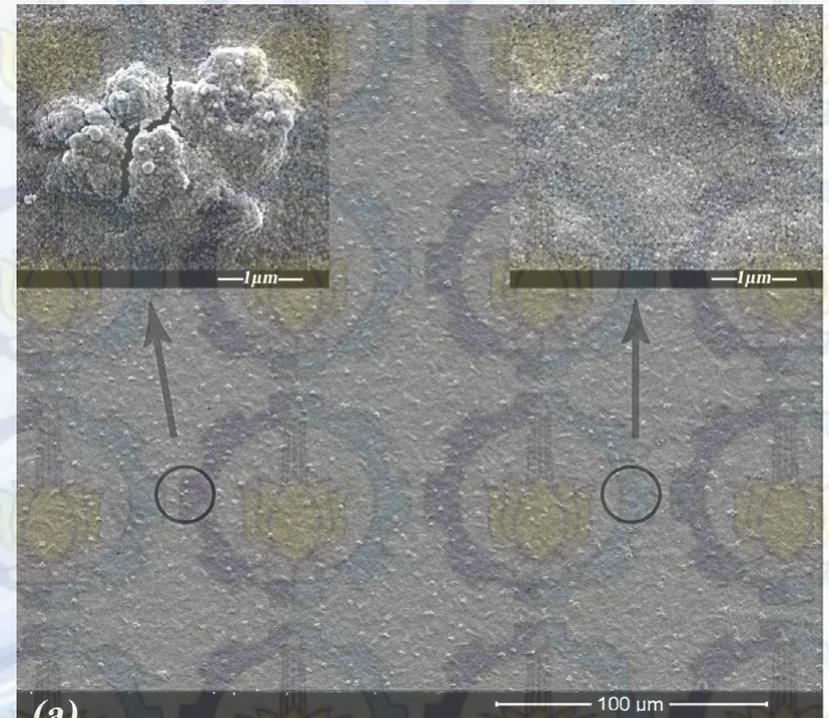


Morfologi Lapisan PVA-TiO₂



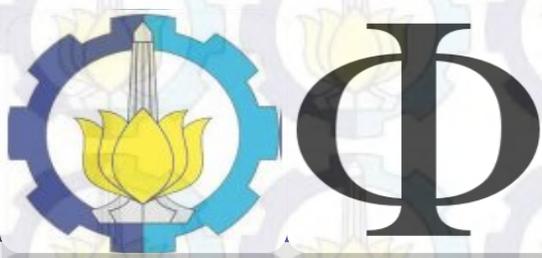
Y. Song et al. (2014)

Metode sol-gel

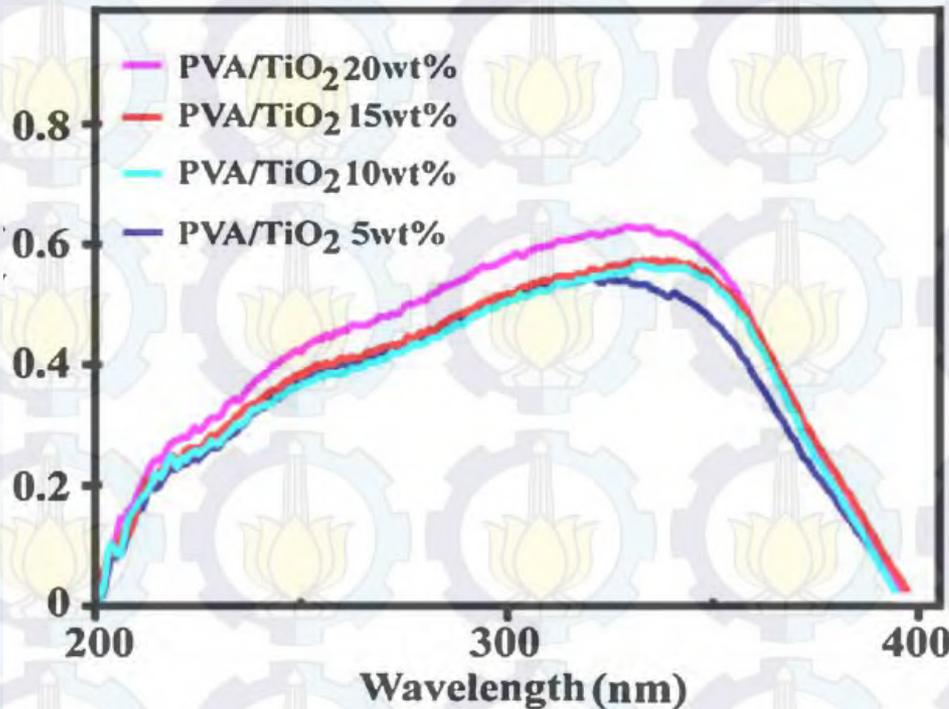


H. Yang et al. (2015)

Metode spin coating



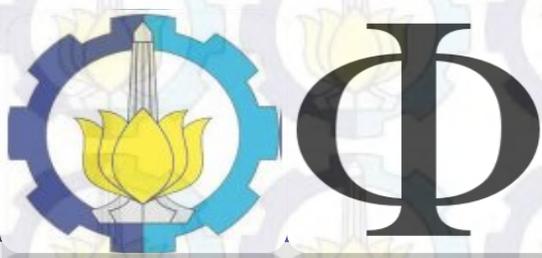
Absorbansi Lapisan PVA-TiO₂



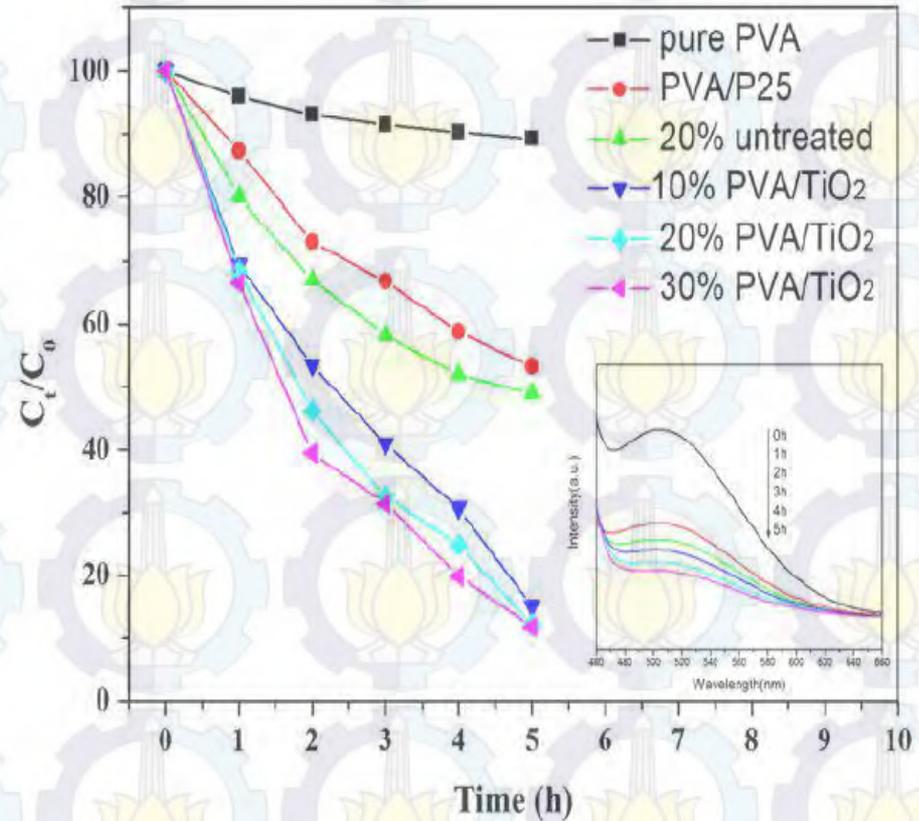
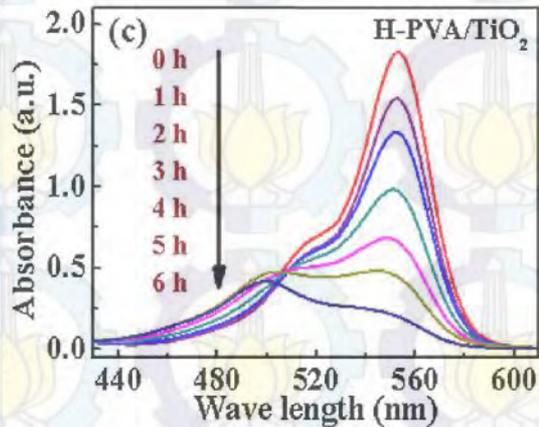
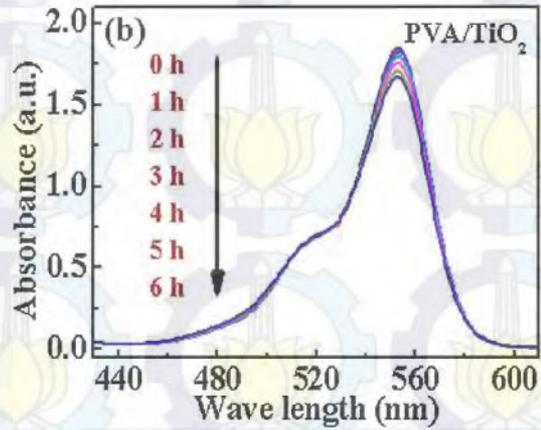
Lapisan nano komposit PVA-TiO₂ memiliki nilai absorbansi maksimum pada panjang gelombang sekitar 350 nm. Perbedaan komposisi pada sampel menyebabkan perbedaan koefisien absorbansi yang diperoleh dimana, semakin banyak massa TiO₂ yang digunakan maka semakin tinggi koefisien absorbansi yang diperoleh.

S. Mallakpour and A. Barati (2011)

Metode Casting



Degradasi Polutan

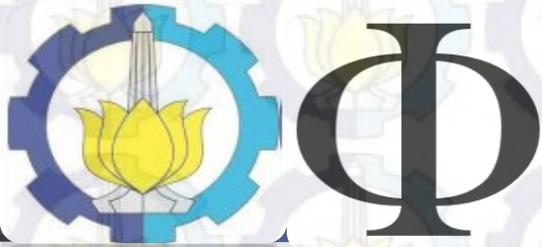


Y. Song dkk, (2014)

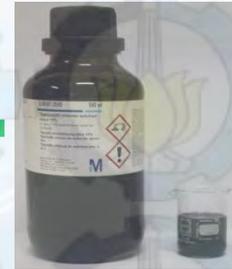
Metode Sol-gel

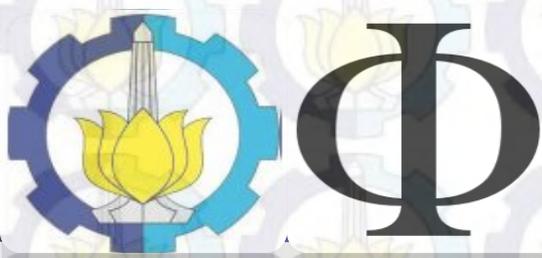
X. Liu dkk, (2015)

Metode Casting

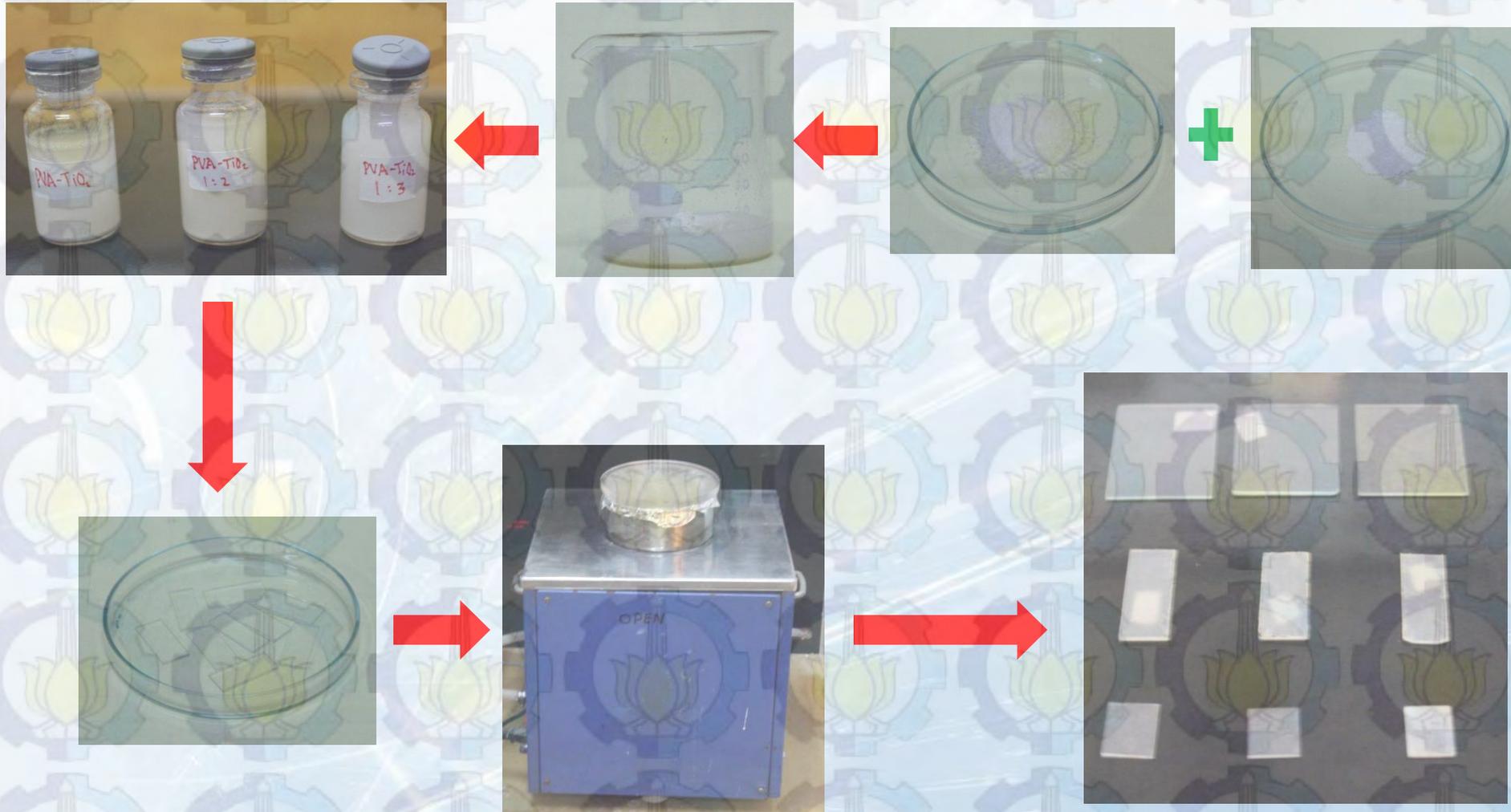


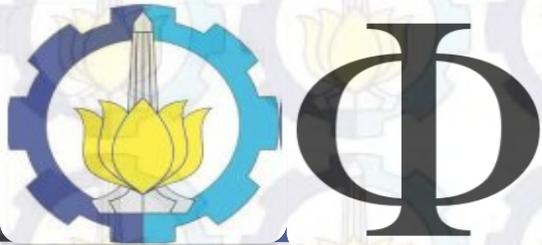
Sintesis Serbuk TiO₂ Anatase





Fabrikasi Lapisan PVA-TiO₂





Alat Karakterisasi yang digunakan



XRD Philips X-pert



Identifikasi struktur kristal/fase



SEM EVO MA 10



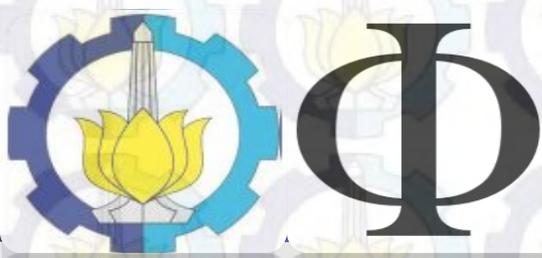
Identifikasi struktur morfologi



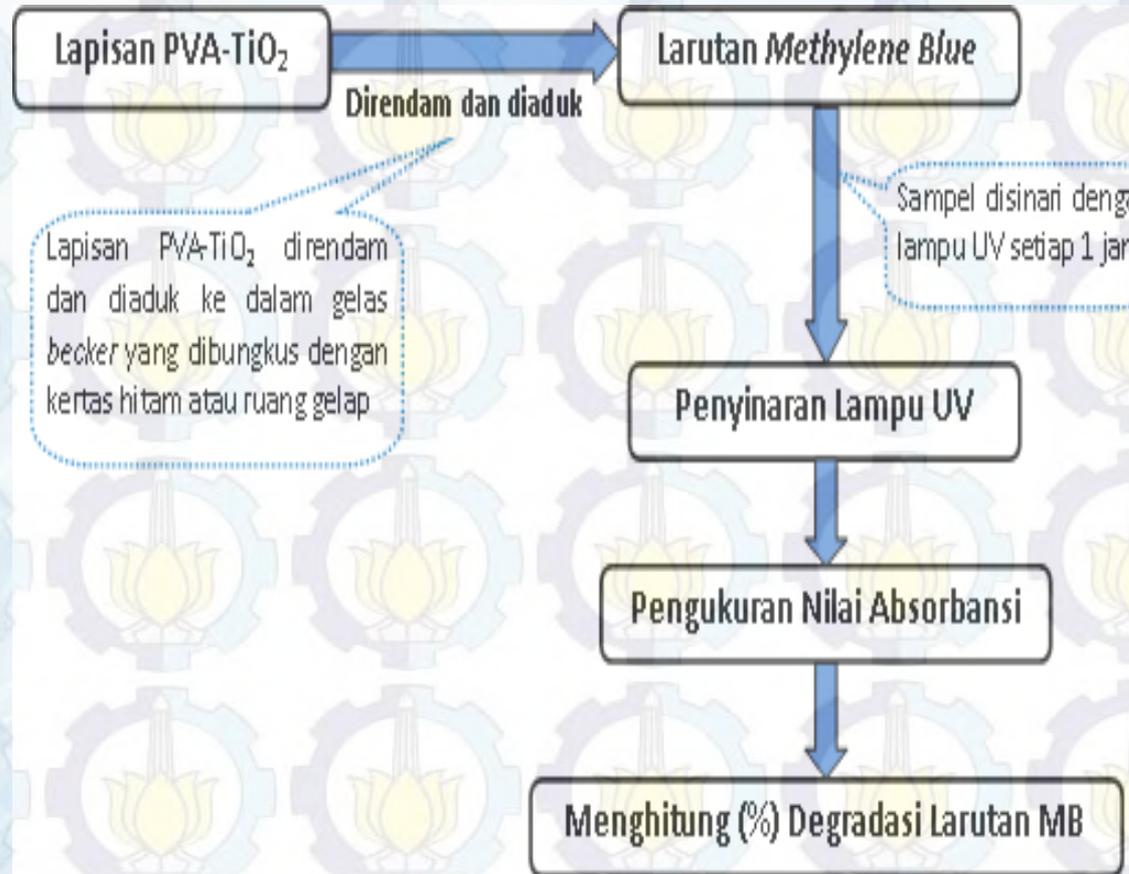
**UV-Vis Spectrophotometer
(Genesis 10 S UV-Vis)**

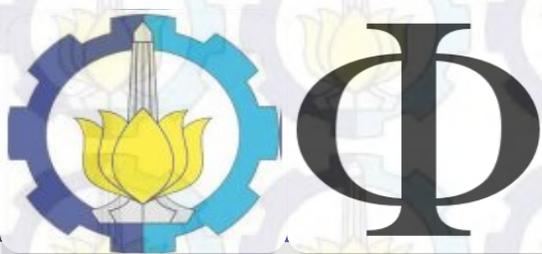


Pengukuran nilai absorbansi

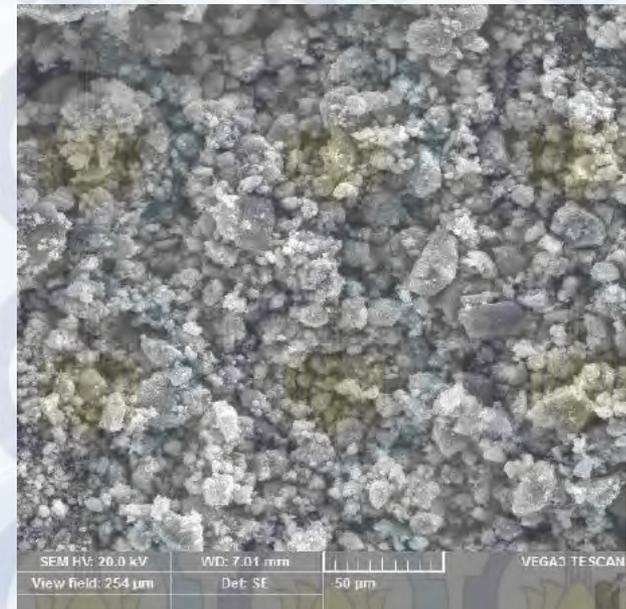
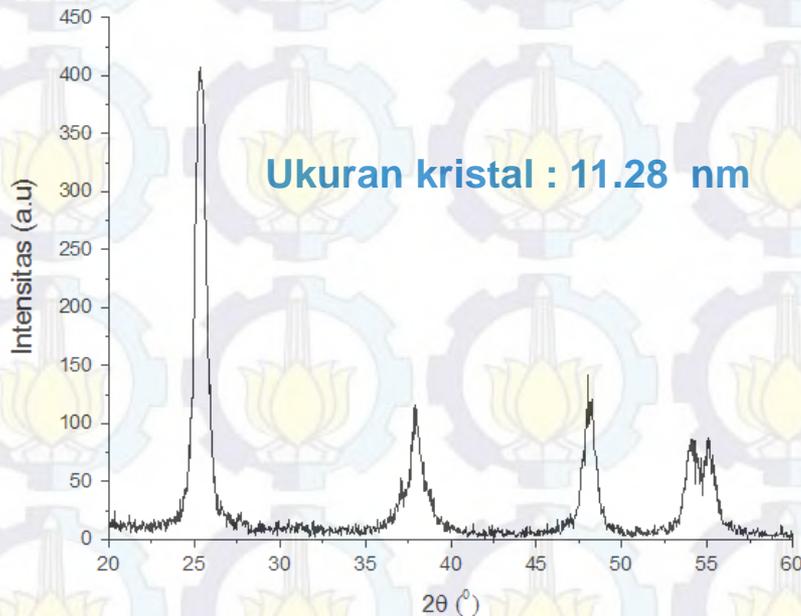


Uji Aktivitas Fotokatalis

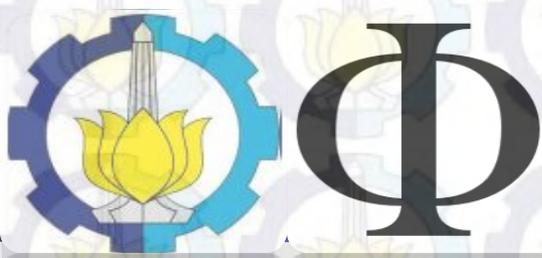




Karakterisasi Serbuk TiO₂



Sampel	Parameter Kisi (nm)		
	a	b	c
Serbuk TiO ₂ pH 9-5 jam	3.797552 ± 0.009640	3.797552 ± 0.009640	9,523316 ± 0.002490
Data ICSD-202243 (anatase)	3,782	3,782	9,502



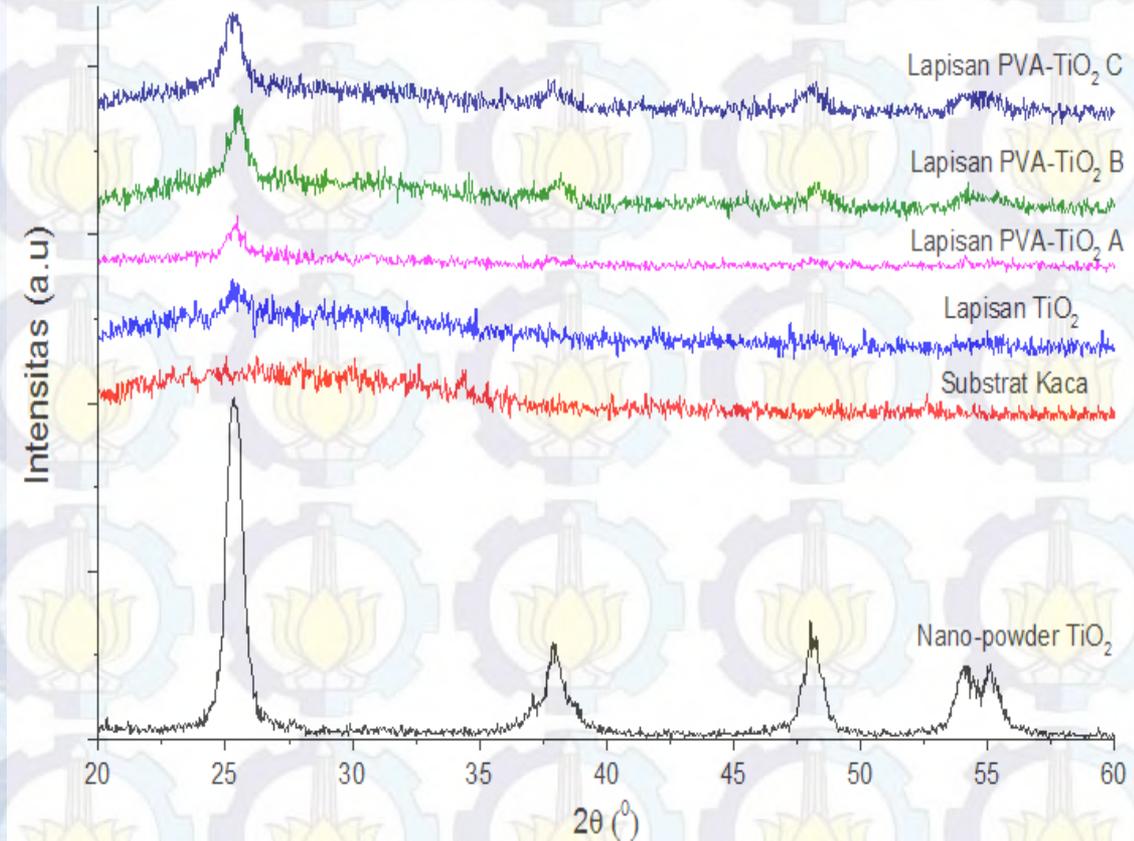
Hasil Fabrikasi Lapisan PVA-TiO₂

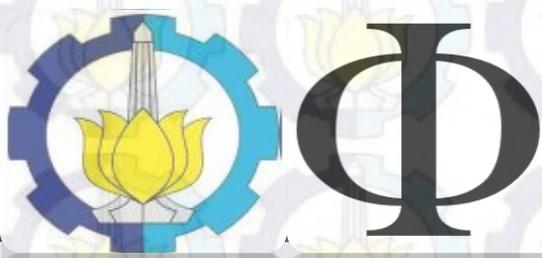


Kode Sampel	Keterangan
Nano-powder TiO ₂	Serbuk TiO ₂ yang disintesis menggunakan prekursor TiCl ₃ + NH ₄ OH dengan pH 9 selama 5 jam pengadukan
Lapisan TiO ₂	Serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat substrat kaca silica amorf dan dipanaskan pada temperatur 450 °C selama 15 menit
Lapisan PVA	Larutan PVA dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ A	Larutan PVA + Serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:1 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ B	Larutan PVA + Serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:2 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit
PVA-TiO ₂ C	Larutan PVA + Serbuk TiO ₂ yang dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan perbandingan PVA dan TiO ₂ adalah 1:3 dan dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 15 menit

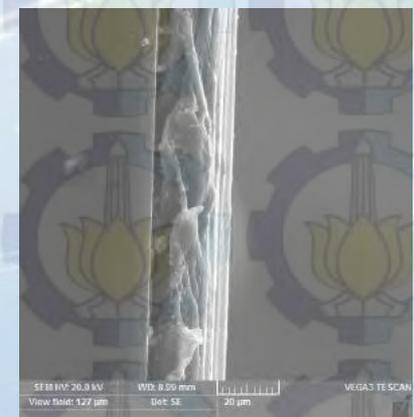
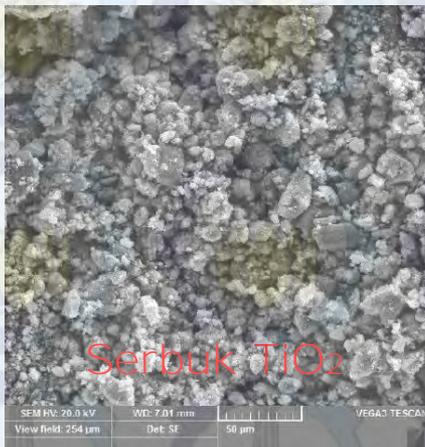
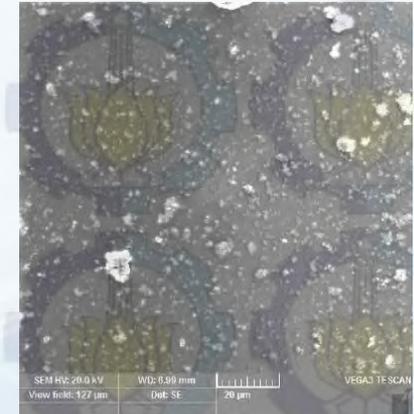
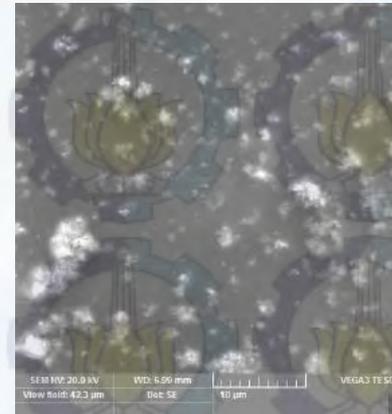
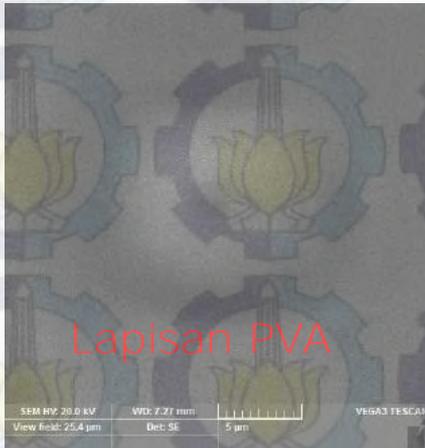


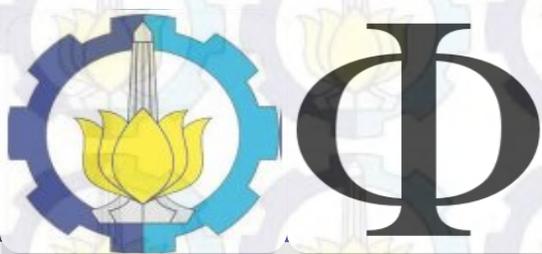
Struktur Lapisan PVA-TiO₂



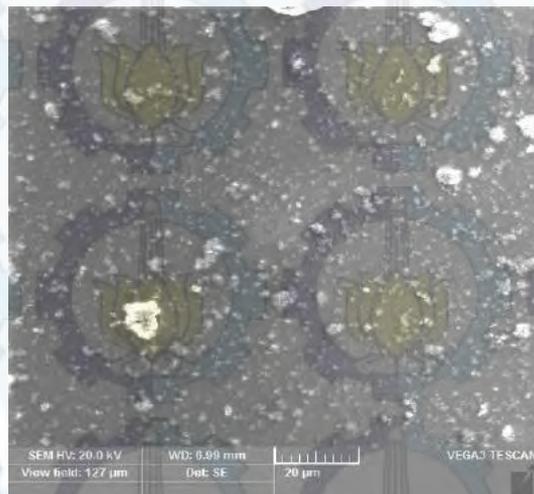


Morfologi Lapisan PVA-TiO₂

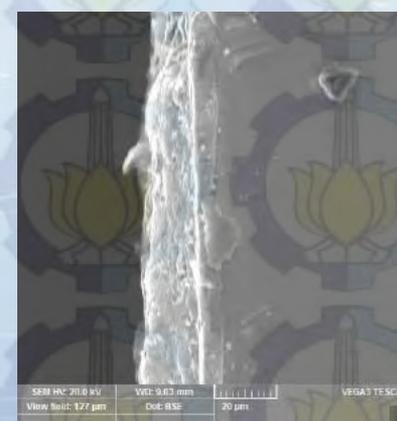
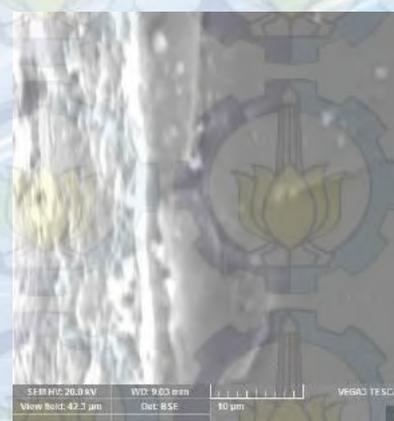
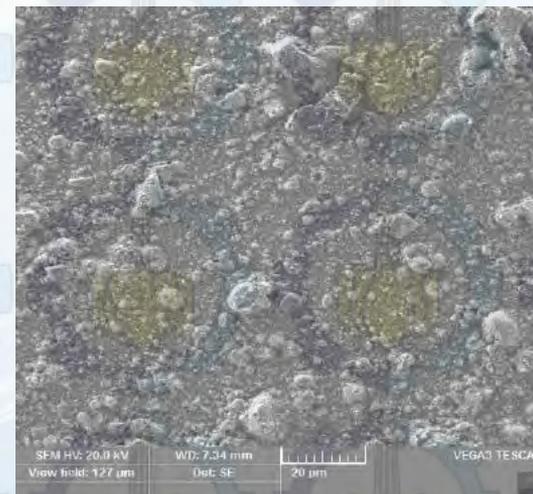


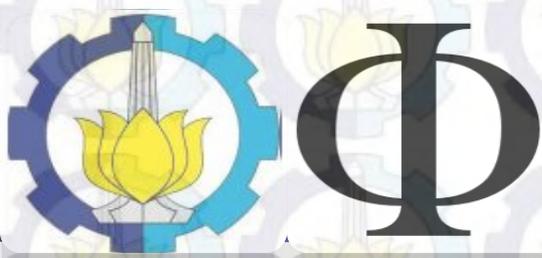


Lapisan TiO_2 vs Lapisan PVA- TiO_2

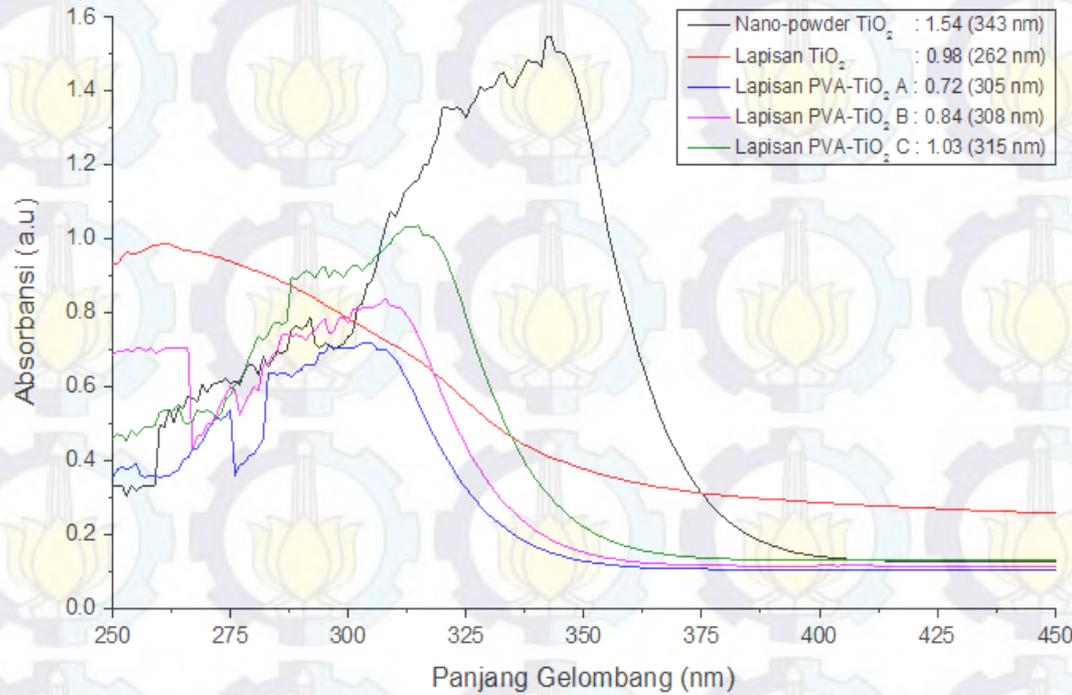


VS





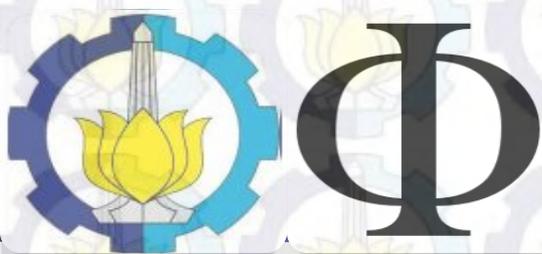
Sifat Optik Lapisan PVA-TiO₂



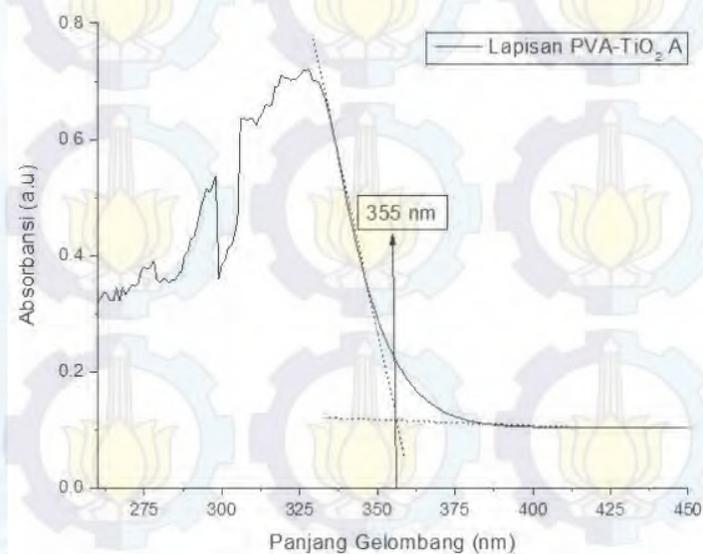
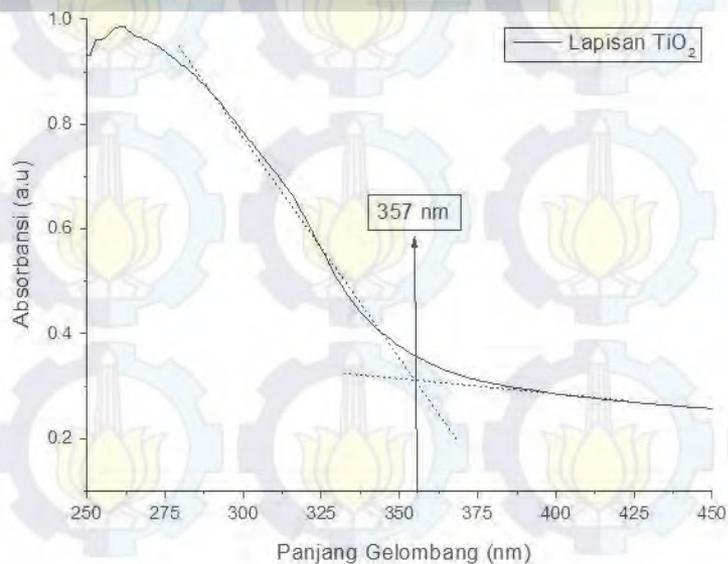
Kode Sampel	λ_{int} (nm)	Celah Pita Energi (eV)
Nano-powder TiO ₂	385	3.22
Lapisan TiO ₂	350	3.54
Lapisan PVA-TiO ₂ A	355	3.49
Lapisan PVA-TiO ₂ B	348	3.56
Lapisan PVA-TiO ₂ C	345	3.59

$$E_g = \frac{hc}{\lambda_{int}}$$

- E_g = celah energi (eV)
- h = konstanta Plank (6.62×10^{-34} Js)
- c = kecepatan cahaya (3×10^8 m/s)
- λ_{int} = Panjang Gelombang (nm)

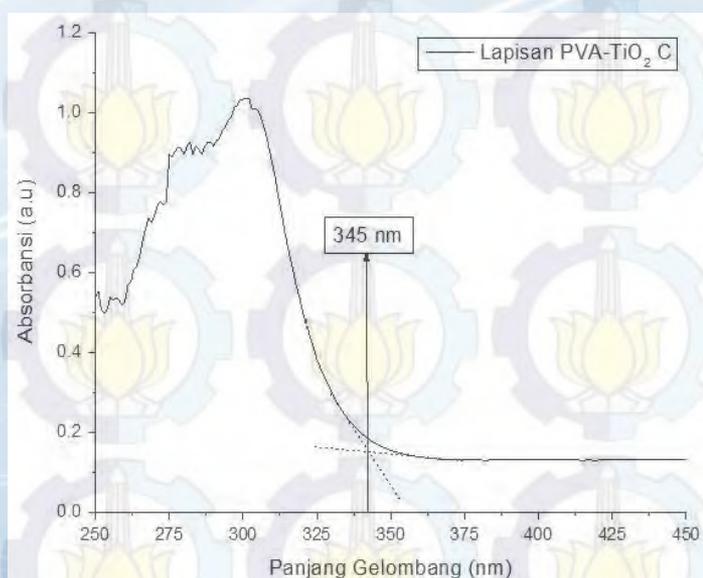
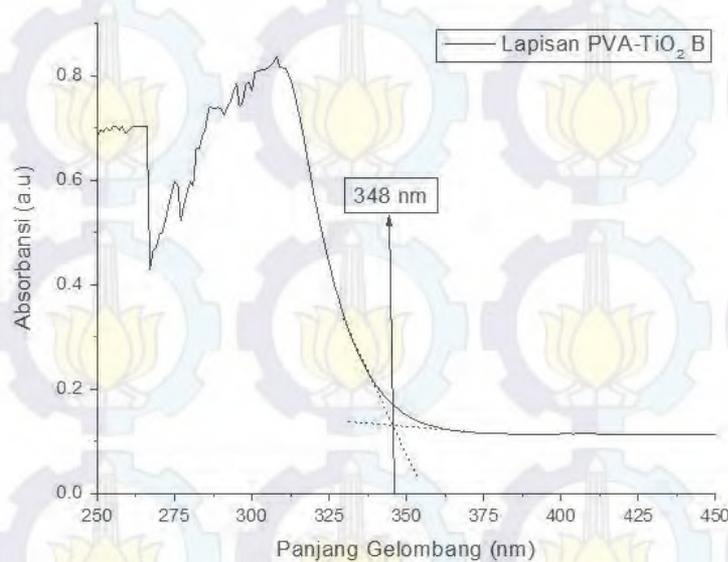


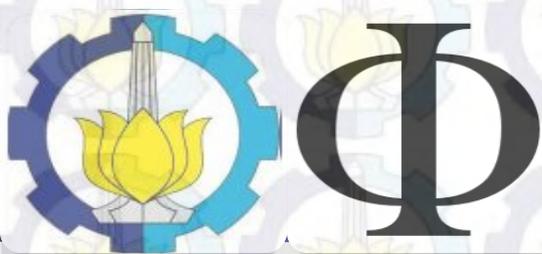
Energy Gap



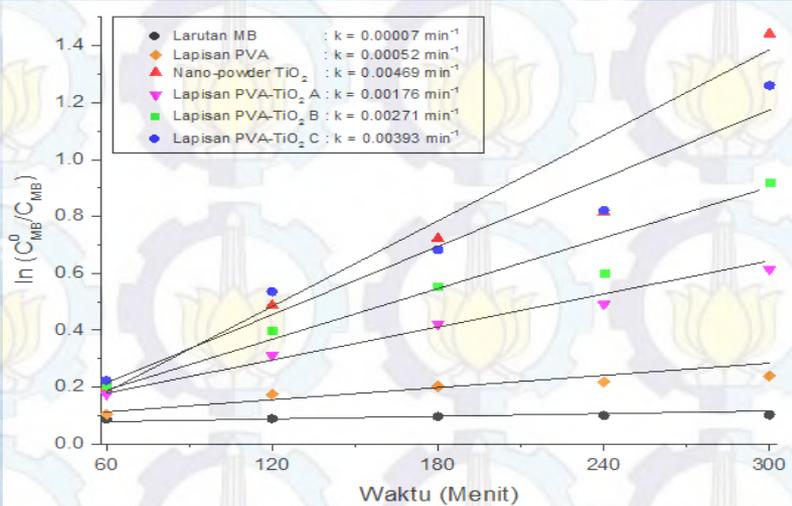
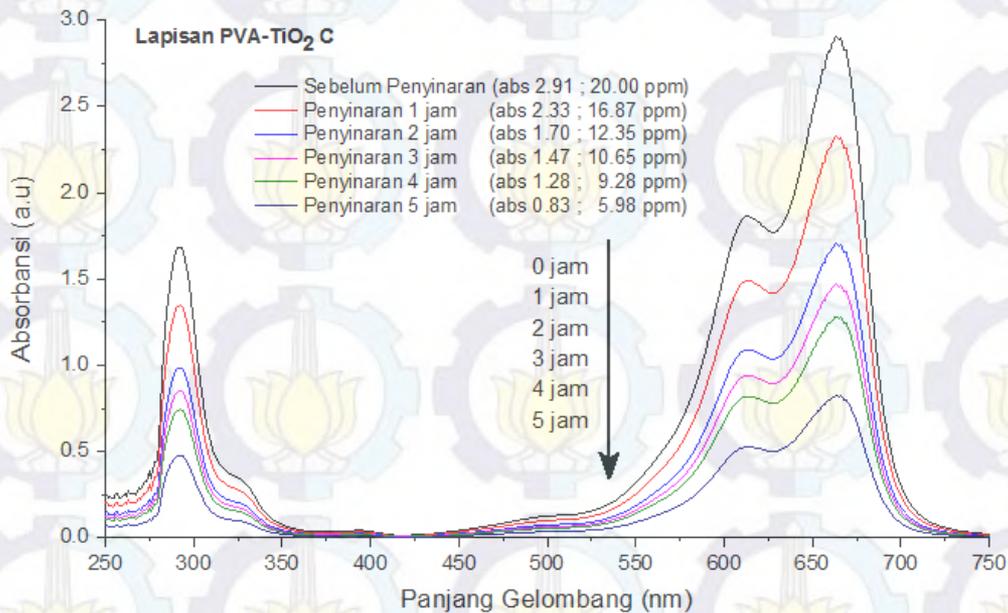
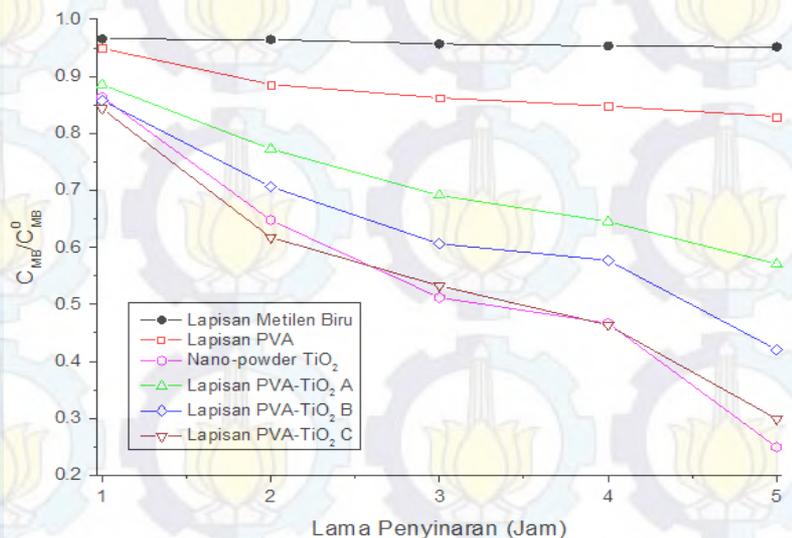
$$E_g = \frac{hc}{\lambda_{int}}$$

Chen, (2007)
Widaryanti, (2013)





Hasil Uji Aktivitas Fotokatalis





Kesimpulan

1. Serbuk TiO_2 fase anatase dengan ukuran kristal 11,28 nm berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi menggunakan prekursor TiCl_3 .
2. Lapisan nano komposit PVA- TiO_2 berhasil dideposisikan pada substrat kaca silica amorf dengan metode *spin coating*
3. Struktur kristal serbuk TiO_2 setelah difabrikasi menjadi lapisan nano komposit PVA- TiO_2 tidak mengalami perubahan dan dapat terdispersi secara merata pada matriks PVA dengan tebal lapisan sekitar 20 μm .
4. Lapisan nano komposit PVA- TiO_2 mampu mendegradasi konsentrasi larutan MB hingga 29,90 % dengan laju degradasi (k) sebesar 0,00393 ppm/menit.

Thank You !



Program Pascasarjana
Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember