

IMMOBILISASI KATALIS TiO_2 PADA PERMUKAAN LOGAM TITANIUM DENGAN PROSES SOL GEL

Asmiyenti Djaliasrin Djaliil
Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya

ABSTRAK

Detoksifikasi fotokatalitik menggunakan suspensi partikel TiO_2 dalam suatu reaktor memiliki dua kelemahan utama, yaitu terbatasnya penetrasi sinar UV karena kuatnya absorpsi sinar UV baik oleh katalis maupun spesies organik terlarut dan sulitnya pemisahan dan pengambilan kembali partikel TiO_2 yang sangat halus dari air yang didetoksifikasi. Masalah ini dapat diatasi dengan membuat film permukaan tipis titanium dioksida pada logam titanium sebagai penyangga logam, melalui proses sol gel dengan metode semprot. Karakterisasi lapisan TiO_2 dilakukan dengan alat XRD. Pengukuran dengan alat XRD memperlihatkan adanya 3 puncak dengan nilai $d(\text{\AA})$ adalah 3,5387; 2,3794; dan 1,8969. Bila dibandingkan dengan kartu interpretasi data, puncak-puncak tersebut merupakan TiO_2 dengan struktur kristal anatase. Analisis dengan Mikroskop Elektron Skaning (SEM) perbesaran 2020 X memperlihatkan populasi partikel TiO_2 yang sangat rapat dengan ukuran antara 2-3 μm . Perbesaran foto SEM 16100 X memperlihatkan satu blok partikel TiO_2 yang berpori dengan ukuran pori antara 50-290 nm. Tebal lapisan TiO_2 yang terbentuk adalah sekitar 24,7 μm .

Kata kunci: fotokatalis, TiO_2 , immobilisasi, sol gel

PENDAHULUAN

Kualitas air minum yang dikonsumsi manusia harus memenuhi standar tertentu yang meliputi batasan jumlah polutan kimia maupun kontaminan mikrobial. Metode pengolahan air minum yang paling umum yaitu klorinasi sayangnya menimbulkan masalah dengan terbentuknya produk samping yang berupa senyawa trihalometana (THM) yang bersifat karsinogen. Selain itu beberapa virus dan

bakteri patogen bersifat resisten terhadap klorin (Choi & Kim, 2000). Metode alternatif lainnya seperti penggunaan ozon maupun radiasi UV atau kombinasi keduanya juga kadang digunakan, tetapi biaya operasionalnya relatif tinggi. Karena itu para peneliti berusaha mencari teknologi baru dalam hal pengolahan air minum.

Semikonduktor oksida-oksida logam, khususnya titanium dioksida dapat digunakan sebagai fotokatalis untuk degradasi senyawa-senyawa organik maupun untuk mematikan

mikroorganisme. Titanium dioksida memiliki aktifitas fotokatalitik yang tinggi, tidak beracun, harganya relatif murah, stabil (tahan terhadap korosi), dan tidak mengalami autodekomposisi oleh radiasi UV (Belhocova *et al*, 1999).

Absorpsi sinar UV ($\lambda < 390$ nm) pada katalis TiO_2 mengakibatkan terjadinya pasangan elektron (e^-) dan lubang positif (h^+) pada permukaan katalis. Keberadaan h^+ akan menginisiasi reaksi oksidasi pada permukaan dengan melibatkan setiap zat kimia yang kontak dengan katalis. Harga potensial oksidasi h^+ dari TiO_2 cukup tinggi dan dalam sistem akuatik mampu menghasilkan radikal hidroksil. Radikal hidroksil pada $\text{pH}=1$ mempunyai potensial oksidasi 2,8 V (vs NHE). Dengan potensial oksidasi sebesar itu hampir kebanyakan senyawa organik dapat dimineralisasi dan mampu juga untuk mematikan mikroorganisme (Fujishima *et al*, 1999).

Penelitian terdahulu pada bidang ini umumnya dilakukan menggunakan TiO_2 dalam bentuk suspensi seperti yang dilakukan oleh Wei dkk (1994) dan Ireland dkk (1993). Sayangnya penggunaan TiO_2 dalam bentuk suspensi menimbulkan masalah dalam hal pemisahan dan pengambilan kembali (daur ulang) katalis yang sangat halus. Hal ini

cukup merepotkan, menghabiskan waktu dan memakan biaya. Selain itu kedalaman penetrasi sinar UV menjadi terbatas. Masalah ini dapat diatasi dengan melakukan immobilisasi partikel fotokatalis TiO_2 pada suatu permukaan. Pada penelitian ini akan dibuat suatu film permukaan tipis titanium dioksida pada suatu bahan penyangga yang berupa logam titanium dengan teknik sol gel.

Proses sol gel (PSG) didefinisikan sebagai penyiapan material dengan cara pembuatan sol, mengubah sol menjadi gel, dan penghilangan pelarut. Proses ini akan menghasilkan jaringan anorganik melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Brinker & Scherer, 1990)

Analisis Mikroskop Elektron Skaning (*Scanning electron microscope*, SEM) pada umumnya dipakai untuk mempelajari morfologi, bentuk-bentuk permukaan, analisis unsur, distribusi fasa, dan hubungan antara struktur mikro yang teramati dengan komposisi kimia atau sifat fisika bahan yang diamati (Iskandar, 1998). Pada penelitian ini analisis SEM diperlukan untuk mengetahui distribusi TiO_2 , porositas dan ketebalan lapisan tipis TiO_2 .

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Titanium (IV) diisopropoksi bis asetilasetonat atau TAA sebagai larutan prekursor, etanol absolut, larutan HCl 10%, aseton, isopropanol absolut, dan pelat titanium berukuran 5x5 cm. Peralatan yang digunakan adalah ultrasonifikasi, desikator, oven, dan tanur. Sedangkan Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi film lapisan tipis TiO₂ adalah XRD dan SEM.

Metode Penelitian

Pembersihan Logam

Logam titanium dibersihkan dengan cara direbus dalam larutan HCl 10% selama kurang lebih 2 jam. Selanjutnya logam dipolish dan diultrasonifikasi dalam pelarut aseton selama 15 menit.

Penyiapan Larutan Prekursor

Larutan prekursor disiapkan dengan cara melarutkan 15,9187 g TAA dalam 25 mL isopropanol (1,5 M TAA). Larutan 0,5 M TAA dibuat dengan cara mengencerkan larutan 1,5 M TAA dengan pelarut campuran etanol-isopropanol.

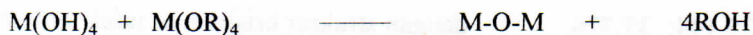
Immobilisasi Katalis TiO₂

Larutan TAA dengan konsentrasi 0,5 M disemprotkan pada pelat titanium, diratakan dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 10 menit. Selanjutnya dilakukan kalsinasi di dalam tanur pada suhu 525°C selama 20 menit. Pelat kemudian didinginkan pada suhu kamar dalam desikator. Setelah dingin, pelat dibersihkan dengan kuas halus. Proses pelapisan diulangi sebanyak 10 kali sehingga diperoleh lapisan tipis putih yang merata pada permukaan pelat titanium. Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan alat XRD maupun SEM.

Reaksi hidrolisis:



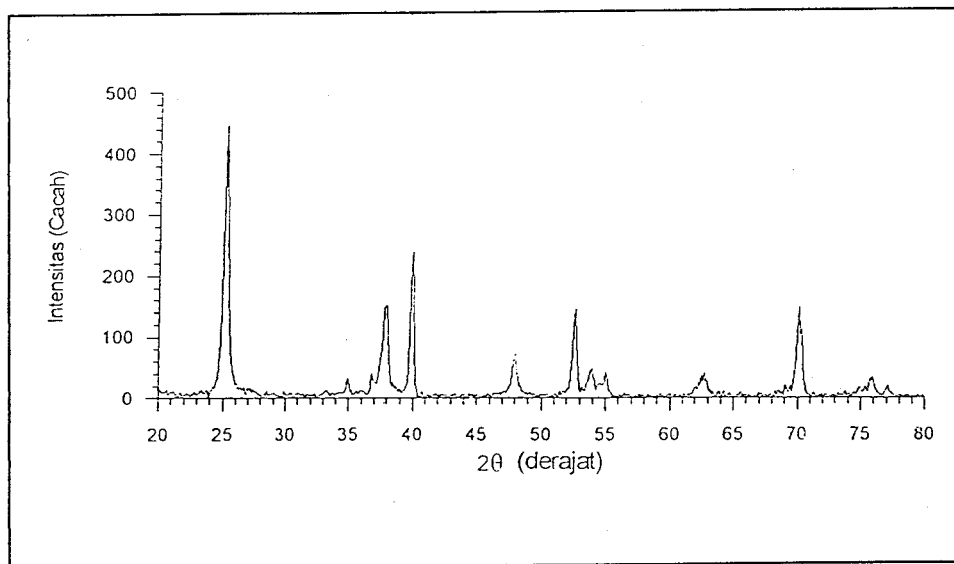
Reaksi kondensasi:



HASIL DAN PEMBAHASAN

Gel yang terbentuk, karena prekursor (TiO_2) berpolimerasi membentuk rantai-rantai yang saling berikatan silang pada titik-titik tertentu menjadi makromolekul sehingga pelarut terjebak di dalamnya. Pada proses ini adalah terjadinya pengaturan reaksi hidrolisis-kondensasi sehingga tidak terbentuk pusat-pusat hidrolisis-kondensasi

yang terus membesar yang menghasilkan ketebalan yang tidak merata. Dalam hal ini diinginkan material spesifik dengan karakteristik yang lebih baik, homogenitas, dan kenurnian yang tinggi, serta ukuran pori yang lebih baik. Karakterisasi lapisan TiO_2 yang diperoleh dianalisa dengan alat XRD dan hasilnya dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pola difraksi lapisan tipis TiO_2 dengan alat XRD.

Pola difraksi memperlihatkan adanya 3 puncak dengan nilai $d(\text{\AA})$ 3,5387; 2,3794; dan 1,8969 atau nilai 2θ adalah 25,144; 37,776, dan 47,914. Ia dibandingkan dengan kartu interpretasi data, puncak-puncak tersebut

merupakan TiO_2 dengan struktur kristal anatase (Tabel 1). Puncak-puncak untuk TiO_2 dengan struktur kristal rutil tidak terdeteksi

Tabel 1. Data perbandingan nilai $d(\text{\AA})$ hasil pengukuran dengan kartu interpretasi data rutil dan anatase

| Kartu interpretasi data | | Pengukuran | Keterangan |
|-------------------------|---------|------------|---------------------|
| Rutil | Anatase | | |
| 3,25 | 3,52 | 3,5387 | Menunjukkan anatase |
| 2,49 | 2,38 | 2,3794 | Menunjukkan anatase |
| 1,69 | 1,89 | 1,8969 | Menunjukkan anatase |

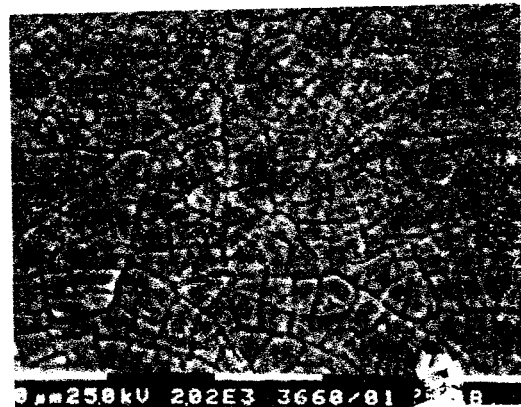
Lebar puncak tertinggi pada $2\theta = 25,144$ adalah sebesar 0,516, menunjukkan bahwa TiO_2 hasil immobilisasi mempunyai ukuran kristal sebesar 15,21 nm (rata-rata). Ukuran kristal ini dihitung dengan formula Scherrer, dimana:

$$t = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta_B}$$

t adalah tebal partikel kristal, λ merupakan panjang gelombang sinar x, B adalah lebar kurva difraksi yang biasanya diukur pada setengah intensitas maksimum, sedangkan θ_B adalah sudut pantul sinar yang didifraksikan. Informasi ini sangat diperlukan karena diinginkan terbentuk lapisan tipis TiO_2 dengan bentuk kristal anatase dan ukuran nanokristalin. TiO_2 jenis anatase lebih fotoaktif dibandingkan dengan rutil.

Hasil analisis degan foto SEM terhadap TiO_2 yang diperoleh pada perbesaran 2020 (Gambar 2) terlihat adanya permukaan lapisan yang relatif seragam dengan blok-blok yang mengandung populasi partikel TiO_2 yang sangat rapat dan ukurannya berkisar antara 2-3 μm . Permukaan logam terlapisi seluruhnya oleh TiO_2 , hal ini terjadi karena proses pelapisan dilakukan

sebanyak 10 kali dimana permukaan yang tidak terlapisi pada pelapisan sebelumnya akan segera terlapisi pada pelapisan selanjutnya, sehingga pelapisan yang berulang kali akan meminimalkan ruang kosong yang ada pada permukaan logam.



Gambar 2. Foto SEM permukaan lapisan tipis TiO_2 dengan perbesaran 2020 kali.

Perbesaran foto SEM 16100 x (Gambar 3) memperlihatkan satu blok partikel TiO_2 yang berpori dengan ukuran pori antara 50-290 nm. Struktur yang berpori akan melipatgandakan luas permukaan TiO_2 . Untuk memperoleh reaktivitas yang tinggi, dipercaya bahwa partikel harus mempunyai

luas permukaan yang besar (Fujishima *et al*, 1999). Sedangkan dari Gambar 4, dapat diketahui tebal lapisan TiO₂ pada permukaan logam Ti. Tebal lapisan (yaitu warna yang lebih terang pada gambar) adalah sekitar 24,7 µm.



Gambar 3. Foto SEM permukaan lapisan tipis TiO₂ dengan perbesaran 16100 kali.



Gambar 4. Foto SEM ketebalan lapisan tipis TiO₂ dengan perbesaran 810 kali.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa proses sol gel dapat digunakan untuk membuat lapisan tipis katalis

TiO₂ pada permukaan logam titanium. Immobilisasi katalis TiO₂ dengan suhu kalsinasi 525°C menghasilkan lapisan tipis TiO₂ dengan ketebalan 24,7 µm yang mempunyai struktur kristal anatase dengan ukuran kristal 15,21 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Choi, Y.S. & B.W. Kim. 2000. Photocatalytic disinfection of *E. coli* in a UV/TiO₂ immobilised optical-fibre reactor. *J. Chem. Techn. Biotech.* 75: 1145-1150.
- Belhacova, L., J. Krysa, J. Geryk & J. Jirkovsky. 1999. Inactivation of microorganisms in a flow-through photoreactor with an immobilized TiO₂ layer. *J. Chem. Techn. Biotech.* 74: 149-154
- Ireland, J.C., P. Klostermann, E.W. Rice & R.M. Clark. 1993. Inactivation of *Escherichia coli* by titanium dioxide photocatalytic oxidation. *Appl. Environ. Microbiol.* 59: 1668-1670.
- Fujishima, A., K. Hashimoto & T. Watanabe, 1999. *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*. BKC Inc., Japan.
- Brinker, C.J., G. W Scherer. *Sol- Gel Science: The physics and chemistry of sol-gel processing*. Academic Press Inc.
- Iskandar, S. 1998. Mikroskop Elektron Skaning (SEM). Makalah pada pelatihan keahlian instrumentasi kimia 1998. BATAN, Indonesia
- Wei, C., W. Y. Lin, Z. Zainal, N. E. Williams, K. Zhu, A. P. Kruzic, R. L. Smith & K. Rajeshwar. 1994. Bactericidal activity of TiO₂ photocatalyst in aqueous media: toward a solar assisted water disinfection system. *Env. Sci. Tech.*, 28:934-938.