

DEVELOPMENT OF THE THIN LAYER OF TiO₂ ON CERAMICS USING DIP COATING METHOD FOR HUMIC ACIDPEMBUATAN LAPIS TIPIS TiO₂ PADA KERAMIK DENGAN METODE DIP COATING UNTUK ASAM HUMATRohadatul Nadya Maurani¹, Rahadian Zainul^{2*}

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang, jln. Prof. Dr. Hamka Air Tawar Barat, Padang, Sumatera Barat. Indonesia Tlp.0751 7057420

¹ rohadatuln@gmail.com

² rahadianzmsiphd@yahoo.com

Abstract - TiO₂ thin layer on ceramic with dip coating method and photocatalyst activity test in humic acid. One of the photocatalysts used for the degradation of humic acid is TiO₂, because TiO₂ has several advantages, including non-toxic, stable, high activity, relatively cheap and environmentally friendly. This study was performed using TTIP as a precursor and MEA as an additive in isopropanol. Addition of MEA influences the stability of the titanium solution. Ceramics were coated in a 0.5 M TiO₂ solution by a dip coating method, then dried in an oven at 110°C for 10 minutes and furnace at 400°C for 2 hours. The maximum degradation of humic acid during 24 hours is 57.73% and in the form of 3.76% using an 8-watt UV lamp.

Keywords : TiO₂, Photocatalyst, dip coating, UV-Vis

I. Pendahuluan

Air gambut merupakan air permukaan yang terdapat di daerah gambut yang tersebar di dataran rendah. Air gambut mengandung asam fulvat, humin, dan asam humat [1]. Karakteristik air gambut mempunyai intensitas warna yang tinggi (berwarna merah kecoklatan), derajat keasaman tinggi (nilai pH rendah), kandungan zat organik tinggi, dan konsentrasi partikel tersuspensi dan ion rendah [2].

Fotokatalis heterogen dianggap sebagai solusi alternatif yang efektif untuk menghilangkan asam humat dari perairan [3-4]. Fotolisis menunjukkan potensi dalam mengatasi air gambut. Penambahan katalis dalam proses fotolisis dapat mengurai air gambut menjadi senyawa yang lebih sederhana. Fotokatalis adalah reaksi kimia yang berjalan dengan bantuan katalis yang aktif ketika di sinari cahaya [5]. Katalis dalam proses fotokatalis yang paling banyak digunakan untuk penjernihan air yaitu TiO₂ [6]. Hal ini disebabkan karena titania mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan seperti semikonduktor, stabil, mempunyai aktivitas yang tinggi, tahan terhadap abrasi (goresan), relatif murah, ramah lingkungan [7].

Titaniumdioksida (TiO₂) merupakan senyawa yang tersusun atas ion Ti⁴⁺ dan O²⁻ dalam konfigurasi oktahedron. Perbedaan mendasar antara *anatase* dan *rutil* terletak pada struktur dan pola susunan rantai oktahedralnya. *Anatase* mengalami distorsi ortorombik yang lebih besar dibandingkan *rutil* sehingga bentuk kristal *anatase* inimenjadi asimetris.

Anatase memiliki bentuk geometris yang lebih mendukung untuk menyerap cahaya sehingga luasan aktifnya menjadi lebih besar dibandingkan *rutil*. Adanya distorsi menyebabkan terjadinya banyak perbedaan di antara kedua kristal [8-9].

Titania memiliki band gap sebesar 3.0 - 3.2 eV [10]. Untuk mendapatkan logam tersebut dapat dilakukan dengan sintesis dari serbuk TiO₂ ataupun dari prekursor misalnya TTIP (Titanium (IV) Isopropoksida), TiCl₂ (Titanium (II) chloride), atau yang lain. Sintesis TiO₂ dalam bentuk film lapis tipis dari prekursor TTIP [11] dengan metode sol gel.

Teknik sol gel lebih umum digunakan dalam sintesis nanopartikel dan memiliki beberapa kelebihan sebagai berikut : berdasarkan produk yang dihasilkan dengan proses sol-gel diperoleh homogenitas yang lebih baik, kemurnian tinggi dan proses pembentukan kristalinitas cepat [12].

Titania memiliki tiga jenis bentuk kristal, diantaranya: rutil, anatase, dan brookite. Titania dalam bentuk anatase adalah titania yang paling baik digunakan sebagai fotokatalis UV, karena titania hanya dapat menyerap sinar UV yang kelimpahannya sedikit di alam [13]

Metoda pelapisan yang digunakan dalam proses ini adalah metoda dip-coating. Metoda dip-coating atau metoda celupan sering digunakan karena prosesnya mudah dan tidak memerlukan biaya yang mahal [14]. Proses yang terjadi adalah substrat dicelupkan ke dalam larutan kemudian diangkat secara vertical dengan kecepatan yang konstan [15]. Pada proses *dip coating*, substrat atau bahan yang akan

dilapisi dimasukkan secara vertikal ke dalam wadah berisi zat pelapis dengan kecepatan penarikan konstan. Ketebalan lapisan bergantung pada kecepatan penarikan dan pencelupan. [16]

Sumber penyinaran untuk mendegradasi asam humat dan menurunkan intensitas warna [17] dari asam humat dalam air gabut dengan proses fotokatalis menggunakan TiO_2 adalah dengan sinar neon 8 watt [18]. Pengujian dilakukan menggunakan spektrofotometri UV Vis [19]. Prinsip dari UV Vis berdasarkan interaksi antara materi dengan cahaya, cahaya yang dimaksud berupa ultraviolet (UV) dan cahaya visibel (Vis) [20], sedangkan materi dapat berupa atom dan molekul yang lebih berperan adalah elektron valensi [21]. Reaktor yang digunakan merupakan reaktor statis [22-23], reaktor tanpa alat putar, mempunyai 6 sisi agar cahaya masuk dr berbagai sisi.

II. Alat Dan Bahan

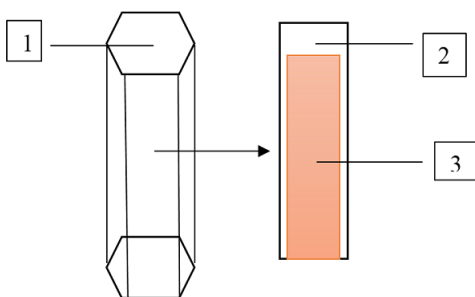
Alat yang untuk preparasi material fotokatalis TiO_2 yaitu : beaker gelas (pyrex), gelas ukur, magnetic stirrer, pipet volume dan spatula. Kemudian alat untuk membuat reaktor desain reaktor, kaca, kerdus, lampu neon 8 watt.

Alat untuk mengkarakterisasi fotokatalis TiO_2 adalah Spektrofotometer UV-Vis. bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: asam humat, Titanium (IV) isopropoksida (TTIP), MEA (Monoethanolamin), isopropanol dan gas nitrogen.

III. Metodologi

A. Pembuatan Desain Reaktor

Pembuatan reaktor diawali dengan menyediakankaca transparan dengan ketebalan 3mm kemudian memotong kaca dengan tinggi 10 cm dan lebar 6 cm kemudian kaca tersebut dilem membentuk segienam.



Gambar 1 Desain Reaktor Fotokatalis Keterangan : 1. Reaktor statis ; 2. kaca transparan; 3.keramik yang sudah di lapisi titania

B. Preparasi Fotokatalis TiO_2 0.5 M

Sebanyak 22,6 mL titania (IV) isopropoksida (TTIP) dicampurkan dengan 150 mL iso propanol kemudian dihomogenkan menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 3000 rpm selama 30 menit. kemudian menambahkan beberapa tetes MEA (Mono Ethanol Amin), lalu dihomogenkan kembali menggunakan magnetic stirrer selama ± 3 jam. Selama proses pembuatan aliri dengan gas nitrogen.

C. Metode Dip Coating

Siapkan Keramik yang sudah diasah dengan ukuran 4cm x 5cm, bilas keramik dengan deterjen 2-3x, keringkan, setelah itu bilas dengan aseton, oven keramik pada suhu 100°C selama 10 menit. Keramik yang telah bersih dicelup Kedalam wadah atau tempat larutan TTIP 0.5 M, Plat diangkat dengan menggunakan alat coating. dengan kecepatan pengangkatan 2mm/s, lama perendaman 3s dan kecepatan pengangkatan 2mm/s, keramik yang telah dilapisi sebanyak 2 lapisan dipanaskan dengan oven pada suhu 100 °C - 110 °C selama 10 menit, Kemudian keramik dimasukkan kedalam furnace dengan suhu 400 °C selama 30 menit, Barulah didapatkan lapisan pada keramik

D. Uji Aktivitas Fotokatalis untuk Degradasi Asam Humat

Dalam melakukan uji katalis ini digunakan asam humat sebagai polutan atau bahan yang akan diuraikan (degradasi). Proses degradasi ini melibatkan cahaya untuk mempercepat reaksi yang biasa disebut fotodegradasi. Asam humat terlebih dahulu dibuat dengan konsentrasi 20 ppm. Larutan ini diperoleh dengan cara menimbang asam humat sebanyak 0,02 gram kemudian dilarutkan dalam 1000 ml aquades .

Proses tahapan pertama dimulai dengan mengambil 500 ml larutan asam humat 20 ppm dimasukkan kedalam reaktor yang telah diletakan keramik setelah dilapisi TiO_2 , variasi waktu yang digunakan pada proses degradasi yaitu 2 jam, 4 jam, 6 jam, 8 jam dan 24 jam, proses dilakukan di bawah sinar lampu neon 8 watt, setelah proses degradasi selanjutnya diukur adsorbansinya dengan spektrofotometer UV- Vis dan dihitung persen degradasinya (%D)

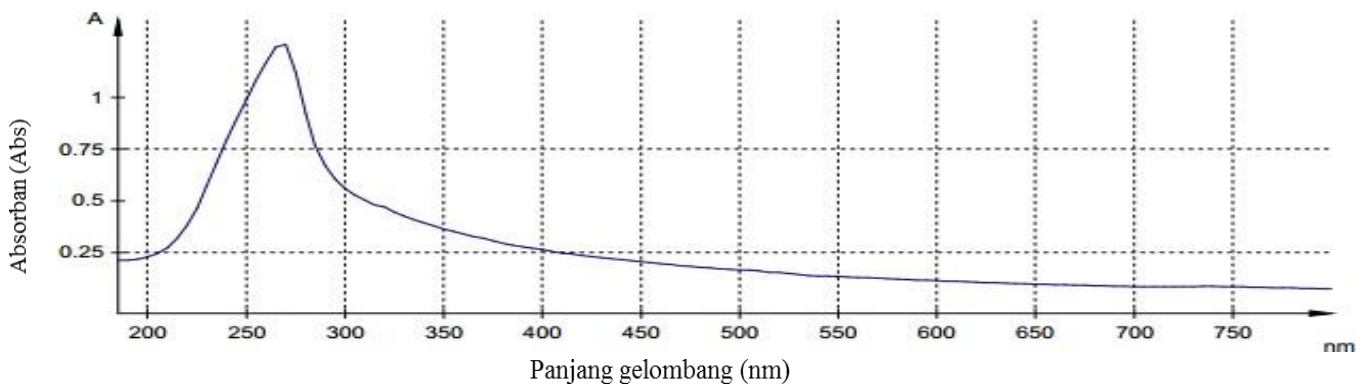
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Reaktor Fotokatalisis

Reaktor yang dibuat adalah reaktor statis yaitu reaktor tanpa alat putar. proses fotokatalisis dilakukan di dalam kotak dengan bantuan sinar lampu neon 8 watt

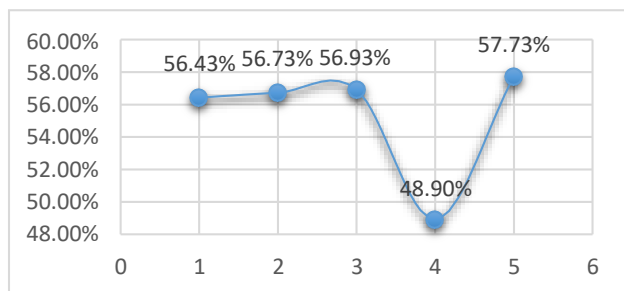
sebanyak 4 buah dan flux cahaya lampu diukur dari sisi masing-masing lampu dan sisi atas reactor dengan alat Light Sensor.

B. Aktivitas fotokatalis untuk degradasi asam humat



Gambar 1. Spektrum asam humat 20 ppm

Pengukuran dilakukan dengan selang waktu 2 jam, 4jam, 6jam, 8jam, dan 24 jam pada panjang gelombang 265nm di peroleh hasil diagram



Gambar 2. Aktivitas penurunan asam humat dengan TiO₂

Jam	lampu 1	lampu 2	lampu 3	lampu 4
2 jam	3255.0	4436.0	4184.0	5256.0
4 jam	3255.0	4056.0	4284.0	3464.0
6 jam	3961.0	3898.0	4226.0	5151.0
8 jam	3462.0	2458.0	2441.0	2330.0
24 jam	3255.0	4436.0	4148.0	5256.0

Gambar 3 . data fluk cahaya lampu neon 8 watt

Dari hasil diatas menunjukan tingkat presentasi penurunan asam humat paling tinggi dengan TiO₂ 0,5 M yaitu

57,73 % selama 24 jam. Pada waktu 8 jam terjadi penurunan degradasi asam humat yaitu 48,90%, dikarenakan salah satunya yaitu waktu penyinaran yang lama pada penelitian ini tidak terjadi kenaikan %degradasi karena titania telah mencapai kejenuhan sehingga partikel dari titania tidak dapat lagi berpartisipasi dalam proses degradasi. Penurunan juga diakibatkan oleh radikal OH yang telah mencapai batas maksimal sehingga menyebabkan pengurangan efisiensi dalam proses degradasi [24].

Fotokatalisis didefinisikan sebagai fotoreaksi (reaksi yang memanfaatkan absorpsi energi cahaya) yang dipercepat oleh adanya katalis untuk menurunkan energi aktivasi sehingga mempercepat proses reaksi [25]. Mekanisme fotokatalisis pada permukaan semikonduktor diperlihatkan pada. Jika suatu semikonduktor dikenai cahaya (foton) sebesar $h\nu$, maka (e^-) pada pita valensi akan mengabsorpsi energi foton tersebut dan pindah ke tingkat energi yang lebih tinggi yaitu pita konduksi, akibatnya akan meninggalkan lubang positif (*hole* atau h^+) pada pita valensi. Sebagian besar elektron dan *hole* berkombinasi kembali di dalam ruang semikonduktor dengan mengemisikan kalor, sedangkan sebagian lagi bertahan pada permukaan semikonduktor.

Sebagai pembanding (blanko) penyinaran air rawa gambut dengan plat kaca yang tidak dilapisi dengan titania didapatkan hasil presentase penjernihan 3,76 %. Dari hasil ini, didapatkan bahwa sifat fotokatalis titania yang dibuat dalam bentuk lapisan tipis mampu mempercepat proses degradasi senyawa organik dalam air rawa gambut.

V. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa presentasi degradasi asam humat dalam waktu 24 jam yaitu 57,73 % dengan menggunakan TiO_2 0,5 M. Faktor yang mempengaruhi degradasi asam humat yaitu lampu UV, sifat katalis dan waktu penyinaran, semakin lama waktu degradasi maka semakin banyak energi foton yang diserap oleh fotokatalis, sehingga akan meningkatkan efektivitas fotodegradasi asam humat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulisan proposal ini tidak terlepas dari bantuan, petunjuk, arahan, dan masukan yang berharga dari berbagai pihak. Untuk itu penulis mengucapkan terima kasih kepada: Bapak Dr. Rahadian Zainul, S.Pd, M.Si selaku dosen pembimbing I, dan Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang. Semoga bimbingan dan bantuan yang Bapak dan Ibu dan teman-teman berikan dapat menjadi amal kebaikan dan memperoleh balasan yang lebih baik dari Allah SWT.

REFERENSI

1. Agus, F. and I.M. Subiksa, *Lahan Gambut: Potensi untuk pertanian dan aspek lingkungan*. Balai Penelitian Tanah dan World Agroforestry Centre (ICRAF), Bogor, 2008.
2. Usman, R., L. Darmayanti, and M. Fauzi, *Pengolahan Air Gambut dengan Teknologi Biosand Filter Dual Media*. Jurnal Online Mahasiswa (JOM) Bidang Teknik dan Sains, 2014. **1**(2): p. 1-17.
3. Andayani, W. and A.N. Bagyo, *TiO₂ BEADS FOR PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF HUMIC ACID IN PEAT WATER*. Indonesian Journal of Chemistry, 2011. **11**(3): p. 253-257.
4. Zainul, R., *Determination of the half-life and the quantum yield of ZnO semiconductor photocatalyst in humic acid*. 2016.
5. Siregar, A.M., M.H. Harahap, and W. Ritonga, *PREPARASI DAN KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS TiO₂ PADA PERMUKAAN LOGAM DAN KACA MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL*. Jurnal Penelitian Saintika, 2011. **11**(02): p. 67- 75.
6. Tamarani, A., R. Zainul, and I. Dewata, *Preparation and Characterization of XRD Nano Cu-TiO₂ using Sol-Gel Method*.
7. Stiadi, Y., *Fotokatalis Komposit Magnetik TiO₂-MnFe₂O₄*. Prosiding SEMIRATA 2013, 2013. **1**(1).
8. Arutanti, O., et al., *Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂)*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi, 2009: p. 53-55.
9. Zainul, R., *Design and Modification of Copper Oxide Electrodes for Improving Conversion Coefficient Indoors Lights (PV-Cell) Photocells*. 2016. Amalia, I., G.
10. Sulistioso, and A. Wisnu, *SINTESIS LAPISAN TIPIS TiO₂ DAN ANALISIS SIFAT FOTOKATALISNYA*. Jusami| Indonesian Journal of Materials Science, 2019: p. 141-146
11. Almu'minin, A.S., *Sintesis Dan Karakterisasi Film Lapis Tipis TiO₂ Sebagai Pendegradasi Pewarna Tekstil Procion Red Mx-8b*. 2016.
12. Ningsih, S.K.W., *Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Zn Doped Cu²⁺ Melalui Metoda Sol-Gel*. EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2017. **18**(02): p. 39-51.
13. Mano, T., et al., *Water treatment efficacy of various metal oxide semiconductors for photocatalytic ozonation under UV and visible light irradiation*. Chemical Engineering Journal, 2015. **264**: p. 221-229.
14. Ramli, R., R. Jonuarti, and A. Hartono, *Analisis Struktur Nano dari Lapisan Tipis cobalt Ferrite Yang Dipreparasi dengan Metode Sputtering*. EKSAKTA: Berkala Ilmiah Bidang MIPA, 2017. **18**(01): p. 46-53.
15. Sanjaya, H., S. Arief, and A. Alif, *PEMBUATAN LAPISAN TIPIS TiO₂ PADA PLAT KACA DENGAN METODE DIP-COATING DAN Uji AKTIVITAS FOTOKATALISNYA PADA AIR GAMBUT*. Sainstek, 2013. **7**(01).
16. Kim, D.J., et al., *Influence of calcination temperature on structural and optical properties of TiO₂ thin films prepared by sol-gel dip coating*. Materials Letters, 2002. **57**(2): p. 355-360.
17. Zainul, R., et al., *Design of photovoltaic cell with copper oxide electrode by using indoor lights*. Research Journal Of Pharmaceutical Biological And Chemical Sciences, 2015. **6**(4): p. 353-361.
18. Andayani, W. and A.N. Bagyo, *TiO₂ BEADS FOR PHOTOCATALYTIC DEGRADATION OF HUMIC ACID IN PEAT WATER*. Indonesian Journal of Chemistry, 2010. **11**(3): p. 253-257.
19. Zainul, R., *Prototype Reaktor Deksagonal*. 2018
20. Zainul, R., et al., *Modifikasi dan Karakteristik IV Sel Fotovoltaik Cu₂O/Cu-Gel Na₂SO₄ Melalui Iluminasi Lampu Neon*. Eksakta, 2015. **2**: p. 50.
21. Ndani, L., *Penentuan Kadar Senyawa Fosfat di Sungai Way Kuripan dan Way Kuala dengan Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi, Jurusan kimia FMIPA, Universitas Lampung, 2016.
22. Zainul, R., et al., *Disain Geometri Reaktor Fotosel Cahaya Ruang*. Jurnal Riset Kimia, 2015. **8**(2): p. 131.
23. Zainul, R., et al., *Disain Geometri Reaktor Fotosel Cahaya Ruang*. Jurnal Riset Kimia, 2015. **8**(2): p. 131.

24. Zainul, R., *Effect of Temperature and Particle Motion against the ability of ZnO Semiconductor Photocatalyst in Humic Acid*. Der Pharmacia Lettre, 2016. **8**: p. 120-124.
25. Zainul, R., *Effect of Temperature and Particle Motion against the ability of ZnO Semiconductor Photocatalyst in Humic Acid*. Der Pharmacia Lettre, 2016. **8**: p. 120-124