

**DEPOSISI LAPISAN TIPIS TITANIUM DIOXIDE (TiO<sub>2</sub>)  
DI ATAS SUBSTRAT GELAS DENGAN METODE *SPRAY-COATING*  
UNTUK APLIKASI PENJERNIHAN AIR POLDER TAWANG**

**Skripsi**

**untuk memenuhi sebagian persyaratan mencapai derajat Sarjana S-1**



**Diajukan oleh :**

**ZAKIYAH RAHMAWATI**

**J2D006049**

**JURUSAN FISIKA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS DIPONEGORO**

**SEMARANG**

**Desember, 2010**

## ABSTRACT

*TiO<sub>2</sub> thin film have been successfully deposited on a glass substrate by spray coating method with a variety of coating up to four times as much. Effect of coating variation studied of the crystal structure, composer atoms composition, and the morphology of TiO<sub>2</sub> thin films.*

*Sol gel TiO<sub>2</sub> has been synthesized with dissolve Titanium Tetraisopropoxide 0,5 M into Diethylene Glycol then stirred. After two hours of stirring, distilled water (H<sub>2</sub>O) and TiO<sub>2</sub> powder added to the stirring slowly and stirred again for 12 hours. Gel TiO<sub>2</sub> is placed on the spray holes and sprayed on a glass substrate that has been heated to a temperature of 60°C-70°C. TiO<sub>2</sub> thin film oven at a temperature of 200°C for 30 minutes and sintering at a temperature of 450°C for 2,5 hours.*

*The test results of crystal structure by XRD shows that the more coating causing the crystal quality and crystallite size of the TiO<sub>2</sub> thin film increased. EDX characterization showed that the thin layer of TiO<sub>2</sub> %At (percent atomic materials) consisting of 35,06% titania and 64,94% oxygen. SEM images showed that the grain size of crystals increases with increasing number of coatings. The results of characterization by using ellipsometry showed that the more value of the coating so the thickness of TiO<sub>2</sub> thin film will increase too. TiO<sub>2</sub> thin film has been tested for watertreatment. Photocatalytic reaction at TiO<sub>2</sub> can clear up and eliminate odors that exist in water.*

*Keywords: TiO<sub>2</sub>, Spray coating, Thin film, Substrate glass, Sol gel*

## INTISARI

Lapisan tipis TiO<sub>2</sub> telah berhasil dideposisi di atas substrat gelas menggunakan metode *spray coating* dengan variasi pelapisan sebanyak 1 sampai 4 kali. Pengaruh variasi pelapisan dikaji terhadap struktur kristal, komposisi penyusun atom, morfologi, serta ketebalan lapisan tipis TiO<sub>2</sub>.

*Sol gel* TiO<sub>2</sub> disintesis dengan melarutkan Titanium Tetraisopropoxide 0,5 M ke dalam Diethylene Glycol lalu diaduk. Setelah 2 jam pengadukan, aquades (H<sub>2</sub>O) dan TiO<sub>2</sub> powder ditambahkan secara perlahan kemudian dilakukan pengadukan lagi selama 12 jam. Gel TiO<sub>2</sub> diletakkan pada *spray hole* dan disemprotkan pada substrat gelas yang telah dipanasi sampai temperatur 60°C-70°C. Lapisan hasil penyemprotan selanjutnya dioven pada temperatur 200°C selama 30 menit dan *sintering* pada temperatur 450°C selama 2,5 jam.

Hasil pengujian struktur kristal dengan XRD menunjukkan bahwa semakin banyak pelapisan menyebabkan kualitas kristal dan ukuran kristalit dari lapisan tipis TiO<sub>2</sub> meningkat. Karakterisasi EDX menunjukkan bahwa lapisan tipis TiO<sub>2</sub> %At (persen atomik bahan) terdiri dari 35,06% titania dan 64, 94% oksigen. Citra SEM menunjukkan bahwa ukuran bulir kristal meningkat dengan semakin banyaknya pelapisan. Hasil karakterisasi ellipsometer menunjukkan bahwa semakin banyak pelapisan maka nilai ketebalan dari lapisan tipis TiO<sub>2</sub> akan semakin meningkat. Lapisan tipis TiO<sub>2</sub> telah diuji untuk penjernihan air. Reaksi fotokatalis pada TiO<sub>2</sub> terbukti dapat menjernihkan serta menghilangkan bau pada air.

Kata Kunci: TiO<sub>2</sub>, *Spray coating*, Lapisan tipis, Substrat gelas, *Sol gel*

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Beberapa dekade belakangan ini, perkembangan sektor industri berdampak pada penurunan kualitas lingkungan hidup khususnya sumberdaya air. Diketuinya dampak-dampak yang ditimbulkan memberikan peringatan kepada kita untuk mencari cara-cara pencegahan dan penanggulangan. Pemahaman akan sifat-sifat sumberdaya air menjadi penting untuk prediksi dan pengelolaan apabila terdapat aktivitas yang dapat menurunkan derajat kualitas serta kuantitas sumberdaya air. Oleh karena itu, diperlukan inovasi dan pengembangan teknologi baru sebagai solusi bagi pemecahan masalah pencemaran sumberdaya air seperti teknologi pengolahan limbah cair. Teknologi pengolahan limbah cair yang berkembang saat ini umumnya tidak efektif karena memerlukan biaya tinggi dan proses pemeliharaan serta pengawasan yang memakan waktu. Oleh karena itu pencarian teknologi yang murah, praktis dan tidak membutuhkan biaya besar merupakan suatu keharusan. Salah satu pendekatan yang menjanjikan adalah memanfaatkan proses fotokatalis dari material semikonduktor.

Beberapa jenis semikonduktor yang dapat dipakai untuk proses fotokatalisis dari kelompok oksida misalnya:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{WO}_3$ , atau  $\text{SnO}_2$ , sedangkan dari kelompok sulfida adalah  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnS}$ ,  $\text{CuS}$ ,  $\text{FeS}$ , dan lain-lain. Diantara sekian banyak jenis semikonduktor, hingga saat ini serbuk  $\text{TiO}_2$  (terutama dalam bentuk kristal *anatase*) memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi, stabil dan tidak beracun. Secara komersial serbuk  $\text{TiO}_2$  juga mudah didapat dan diproduksi dalam jumlah besar (Slamet dkk, 2003).

$\text{TiO}_2$  fotokatalis, secara umum didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat. Proses reaksi tersebut membutuhkan kehadiran pasangan elektron ( $e^-$ ) dan *hole* ( $h^+$ ) dan pasangan tersebut tercipta akibat penyinaran cahaya pada material semikonduktor. Elektron ( $e^-$ ) akan bereaksi dengan oksigen dalam air membentuk anion ( $\text{O}_2^-$ ) yang selanjutnya akan mengoksidasi secara kuat *hydroxyl* radikal ( $^*\text{OH}$ ). Sedangkan *hole* ( $h^+$ ) akan mengoksidasi *hydroxyl* yang terlarut dan mengubahnya menjadi radikal dengan energi yang besar. *Hydroxyl* radikal yang memiliki energi yang besar akan mendekomposisi polutan organik dalam zat cair menjadi gas yang selanjutnya menguap atau menjadi zat lain yang tidak berbahaya.

Penggunaan serbuk  $\text{TiO}_2$  yang disebar secara langsung ke dalam air limbah masih memiliki kekurangan. Hal ini disebabkan karena ketika proses pembersihan polutan organik telah selesai dilakukan, air menjadi tercemar oleh serbuk  $\text{TiO}_2$  (Abdullah dkk, 2009). Kekurangan yang ada diselesaikan dengan melapiskan partikel  $\text{TiO}_2$  pada partikel transparan, dalam penelitian ini akan digunakan gelas sebagai substrat.

Berbagai metode telah banyak digunakan peneliti dalam deposisi lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  antara lain *sol-gel*, deposisi langsung dari endapan larutan, *sputtering*, *ultrasonic spray pyrolysis*, *laser-assisted pyrolysis*, *co-precipitation method*, dan *hydrothermal crystallisation*. Namun metode deposisi lapisan tipis dengan *sol gel* mempunyai keuntungan-keuntungan daripada teknik-teknik lain yaitu sangat baik dalam kontrol komposisi, mempunyai homogenitas tinggi pada tingkat molekuler, menurunkan suhu kristalisasi, serta mampu memproduksi lapisan tipis dengan luas permukaan  $\text{TiO}_2$  yang sangat luas dibandingkan dengan metode lain seperti *sputtering*, CVD (*Chemical Vapor Deposition*), dan MBE (*Molecular beam epitaxy*) yang umumnya menghasilkan deposisi lapisan dengan luas yang terbatas. Selain itu, metode *sol gel* mampu menghasilkan lapisan tipis dalam berbagai bentuk dengan cara deposisi secara *spray-coating*. Keuntungan dari *spray-coating* dibandingkan dengan proses yang lain seperti PVD (*Physical Vapour Deposition*), CVD (*Chemical Vapor Deposition*), *Brazing*, *Cladding*, dan *elektroplating* adalah laju deposisi yang tinggi, dapat dilakukan pada kondisi atmosfer, beragam jenis bahan dapat dideposisikan dengan mudah sesuai dengan aplikasi yang diinginkan, dan lebih ramah lingkungan, yaitu tidak memiliki limbah buangan yang berbahaya pada lingkungan (Prawara, 2006).

Ketebalan pada lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  dapat mempengaruhi pemanfaatan energi foton untuk mengeksitasi pembawa muatan dari pita valensi ke pita konduksi. Semakin tebal lapisan maka energi foton yang diserap akan semakin banyak (Usman dan Winata, 2008).

Dalam penelitian ini, dibahas tentang pengaruh ketebalan pelapisan deposisi terhadap mikrostruktur lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang dideposisi di atas substrat gelas menggunakan metode *spray-coating*. Deposisi lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang dilakukan dari *gel*  $\text{TiO}_2$  dengan variasi pelapisan sebanyak 1x, 2x, 3x, dan 4x. Variasi banyaknya pelapisan dilakukan dengan maksud untuk mendapatkan variasi ketebalan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$ . Film yang dihasilkan diuji untuk aplikasi penjernihan air. Reaksi fotokatalisis dilakukan terhadap air polder Tawang dalam sebuah reaktor yang dilengkapi dengan dua buah lampu UV-C *Sankyo Denki G10T8* 10 Watt. Penggunaan

sampel air polder Tawang disebabkan karena polder Tawang Semarang mempunyai masalah pencemaran akibat limbah yang berasal dari limbah kota, pasar ikan, industri, dan rumah tangga yang masuk ke perairan. Limbah ini banyak mengandung senyawa nitrogen yang menjadi sumber nutrisi bagi pertumbuhan mikroorganisme. Selain permasalahan teknis, permasalahan utama lainnya yang dihadapi adalah kekeruhan dan bau perairan yang tidak sedap. Hal ini dikarenakan belum tertanganinya limbah dan sampah domestik yang masuk dalam perairan secara efektif.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Pada penelitian ini akan dilakukan proses pelapisan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  pada substrat gelas. Proses pelapisan diawali dengan sintesis Titanium Tetraisopropoxide ( $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ ) 0,5 M dari Titanium Tetraklorida dan Isopropanol kemudian dilanjutkan dengan sintesis *sol gel*  $\text{TiO}_2$ . Pelapisan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan melakukan pemanasan pada substrat gelas yang telah dilapisi dengan *gel*  $\text{TiO}_2$ . Deposisi lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  dilakukan menggunakan metode *spray coating* dengan variasi 1x, 2x, 3x, dan 4x *coating* pada temperatur substrat sebesar  $60^\circ\text{C}$ - $70^\circ\text{C}$  dan variasi komposisi bahan yang digunakan yaitu *gel* formula  $\text{TiO}_2$ -1 dan *gel* formula  $\text{TiO}_2$ -2. Proses *sintering* hingga temperatur  $450^\circ\text{C}$  dilakukan untuk menghasilkan lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  yang berkualitas baik sehingga dapat dimanfaatkan untuk aplikasi oksidasi fotokatalis pada sistem penjernih air. Reaksi fotokatalisis dilakukan terhadap air polder Tawang dalam sebuah reaktor yang dilengkapi dengan dua buah lampu UV-C *Sankyo Denki G10T8* 10 Watt.

## **1.3 Batasan Masalah**

Pembatasan masalah dimaksudkan untuk memudahkan pembahasan pokok permasalahan secara jelas dan sistematis. Pada penelitian ini, penulis menekankan pada pelapisan  $\text{TiO}_2$  pada substrat gelas dengan variasi pelapisan sebanyak 1x, 2x, 3x, dan 4x menggunakan metode *spray coating* dengan temperatur substrat sebesar  $60^\circ\text{C}$ - $70^\circ\text{C}$  kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $200^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Untuk memperoleh lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  dengan kualitas kristal, morfologi permukaan dan sifat listrik yang baik dilakukan variasi komposisi bahan yang digunakan untuk membuat *gel*  $\text{TiO}_2$ . Selain itu proses *sintering* untuk membentuk lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan cara pemanasan pada temperatur  $450^\circ\text{C}$  selama 2,5 jam. Karakterisasi struktur kristal dilakukan dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), citra morfologi kristal diambil melalui *Scanning Elektron Microscopy* (SEM), komposisi lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  diketahui

dengan *Energy Dispersive X-ray* (EDX), dan ketebalan lapisan TiO<sub>2</sub> diuji menggunakan Ellipsometer .

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mendapatkan lapisan tipis TiO<sub>2</sub> *anatase* di atas substrat gelas
2. Mengetahui parameter pelapisan optimum pada lapisan tipis TiO<sub>2</sub> agar diperoleh struktur kristal dan morfologi yang baik
3. Pengujian lapisan tipis TiO<sub>2</sub> untuk penjernihan air polder Tawang

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini dapat dimanfaatkan dalam pembuatan lapisan tipis TiO<sub>2</sub> yang berkualitas tinggi sehingga dapat diaplikasikan untuk proses fotokatalis pada sistem penjernihan air sehingga diperoleh air bersih.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Khairurrujal, dan Mahfudz, H., 2009, *Pendekatan Baru Penjernihan Air Limbah: Berbasis Nanomaterial dan Zero Energy*, Bandung: Berita Penelitian ITB
- Akhadi, M., 2004, *Unjuk Kerja Pemantau Radiasi Semikonduktor*, Jakarta: Puslitbang Keselamatan Radiasi dan Biomedika Nuklir – BATAN
- Amrina, Q. H., 2008, *Sintesa Hidroksiapatit Dengan Memanfaatkan Limbah Cangkang Telur: Karakterisasi Difraksi Sinar-X Dan Scanning Electron Microscopy (Sem)*, Bogor: Institut Pertanian Bogor
- Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal, dan Mahfudz, H., 2009, *Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)*, Jurnal nanosains dan Nanoteknologi Edisi khusus, ISSN 1979-088V
- Benedix, R., Dehn, F., Quaas, J., dan Orgass, M., 2000, *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Building Materials*, LANCER no. 5, 2000
- Carp, O., Haisman, C.L., dan Reller, A., 2004, *Photoinduced Reactivity of Titanium Dioxide*, Progress in Solid State Chemistry 32 (2004) 33-177
- Diebold, U., 2002, *The Surface Science of Titanium Dioxide*, New Orleans: Surface Science Report 48 (2003) 53-229
- Fatimah dan Karna, W., 2005, *Sintesis TiO<sub>2</sub>/Zeolit Sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi*, Jogjakarta: TEKNOIN, Vol. 10, No. 4, Desember 2005, 257-267
- Hermann, J.M., 1999, *Heterogenous Photocatalysis Fundamental and Application to the Removal of Various Types of Aqueous Pollutants*, Catal Today, 53, 115-129.
- Hilton, A. R., 2010, *Chalcogenide Glasses for Infrared Optics*, Texas: Amorphous Materials, Inc
- Iliopoulos, Eleftherios., 2002. *Growth Kinetics and Investigations of Spontaneous Formation of Superlattices in AlGaIn Alloys*. Disertasi Doktor. Boston University.
- Kajitvichyanukul, P., Ananpattarachai, J., dan Pongpom, S., 2005, *Sol-gel preparation and properties study of TiO<sub>2</sub> thin film for photocatalytic reduction of chromium(VI) in photocatalysis process*, Science and Technology of Advanced Materials 6 (2005) 352–358
- Liborio, Leandro, 2008, *Thermodynamics of oxygen defective Magnéli phases in rutile: A first-principles study*, PHYSICAL REVIEW B 77, 104104 \_2008
- Prawara, B., 2006, *Rancang Bangun Thermal Spray Coating Dengan Menggunakan Sistem High Velocity Oxygen Fuel*. Kegiatan: 4977.0127: Rekayasa Peralatan
- Priowirjanto, G., 2003, *Ilmu Bahan Listrik*. Jakarta: Dikmenjur
- Ramamurthy, V. dan Schanze, K. S., 2003, *Semiconductor Photochemistry and Photophysics*. USA: Marcel Dekker, Inc
- Setiawan, J., 2006, *Kajian Pemutakhiran Penyimpan Citra Sem*, Jeol Jsm 840a, Dengan Memanfaatkan Modul Tvd, Hasil-hasil Penelitian EBN, ISSN 0854 – 5561
- Slamet, Ellyana, M., dan Bismo, S., 2008, *Modifikasi Zeolit Alam Lampung Dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Melalui Metode Sol Gel dan Aplikasinya Untuk Penyisihan Fenol*, Depok: Jurnal Teknologi, Edisi No. 1 Tahun XXII, Maret 2008, 59-68 ISSN 0215-1685
- Slamet, Riyadi. S., dan Wahyu. D., *Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (Vi) Dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>*. MAKARA, TEKNOLOGI, VOL. 7, NO. 1, APRIL 2003
- Smallman dan Bishop, 2000, *Metalurgi Fisik Modern Dan Rekayasa Material*, Jakarta: Erlangga
- Stamate, M. dan Gabriel, L., 2007, *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Materials*, Romania: Bacau University, Bacau, Calea Marasesti nr. 157
- Usman, I. dan Winata, T., 2008, *Pengaruh Ketebalan Lapisan Aktiv Terhadap Karakteristik sel Surya Berbasis a-Si: H yang Ditumbuhkan dengan Teknik HWC-VHF-PECVD*. Bandung: Jurnal Matematika dan Sains, Desember 2008, Vol. 13 no 4
- Weldon, D. G., 2009, *Failure Analysis of Paints and Coatings*. USA: Weldon Laboratories, inc, Imperial
- Weber, J., Grove, M., Kocur, G. J., dan Lakes, L., 2004, *Method For Spray-Coating a Medical Device Having a Tubular Wall Such as a Stent*. Weber et al, US 6,743,463 B2, Jun. 1, 2004