

Sintesis Lapis Tipis Fotokatalis ZnO-TiO₂ Menggunakan Metode Sol Gel dengan PEG (*Polyethylene Glycol*) sebagai Pelarut

Synthesis Thin Layer ZnO-TiO₂ Photocatalysts Sol Gel Method by Using The PEG (Polyethylene Glycol) as Solvent

Tanti Haryati^{*)}, Novita Andarini, Mellisa Ika Febrianti
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

^{*)} Email: tanti@unej.ac.id

ABSTRACT

The incorporation of TiO and ZnO material as a composite, to increase the activity of the catalyst. Synthesis of ZnO-TiO₂ thin layer made using a sol-gel method with a variation of PEG as a solvent. The purpose of this research was to investigate the structure and morphology of ZnO-TiO₂ thin layer on the variation of PEG as a solvent by sol-gel method . Preparation of ZnO sol of the precursor , while the TiO₂ sol synthesized by dissolving the anatase TiO₂ structure into polyethilen glycol . Sol of ZnO and TiO₂ sol do sol mixing to form ZnO-TiO₂ after it coated on a glass substrate and then calcined . Products were then characterized by X-ray diffraction to determine the crystal structure and SEM to determine its morphology . The test results show the crystal structure by XRD based difaktogram intensity , the greater the molecular weight of the PEG peak intensity of ZnO-TiO₂ showed the lower. While based on morphological examination , it can be seen that the larger molecular weight PEG , ZnO - TiO₂ granular greater

Key words: photocatalyst, TiO₂, ZnO, sol-gel, PEG (*Polyethylene Glycol*), XRD, SEM

PENDAHULUAN

Fotokatalis adalah suatu proses terjadinya reaksi yang diperantai oleh energi dari penyinaran ultra violet. Semikonduktor oksida logam seperti TiO₂ sering digunakan sebagai fotokatalis dalam penanganan limbah organik (Wijaya, 2005). Metode fotokatalisis TiO₂ yang banyak digunakan oleh penelitian sebelumnya pada dasarnya memiliki beberapa kelemahan yaitu penggunaan TiO₂ serbuk yang kurang efisien yang disebabkan oleh beberapa hal diantaranya, TiO₂ serbuk yang telah terdispersi dalam zat warna sulit untuk diregenerasi, turunnya aktivitas TiO₂ konsentrasi TiO₂ akibat adanya turbulensi (Tian, J, *et. al*, 2009). Sementara itu ZnO juga merupakan bahan semikonduktor yang aktif selain TiO₂. Semikonduktor ZnO memiliki beberapa sifat yang menguntungkan yaitu memiliki celah pita yang lebar, spektrum emisi kuat pada suhu kamar dan bersifat tranparan (semikonduktif) jika dikenai sinar, sehingga banyak diaplikasikan sebagai bahan tambahan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis dari TiO₂.

Sebagian besar peneliti semikonduktor fotokatalis membuat lapisan tipis semikonduktor pada plat kaca dengan menggunakan metode seperti teknik sol gel (Nasr, *et al*, 1998).

Penggabungan antara TiO₂ dan ZnO sebagai suatu komposit, untuk meningkatkan aktivitas katalis. Tulisan ini melaporkan hasil penelitian sintesis lapis tipis ZnO-TiO₂ dengan digunakan variasi polietilen glikol. polietilen glycol yang digunakan pada penelitian ini diantaranya PEG 1500, PEG 6000 dan PEG 10000 dengan menggunakan metode sol-gel. Pada penelitian ini menggunakan teknik film tipis dan karakterisasinya menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM) dan Difraksi sinar-X (XRD atau X-ray diffraction). Hasil dari sintesis ZnO-TiO₂ dengan variasi polietilen glikol akan dilakukan uji karakterisasi untuk mengetahui struktur dan morfologinya.

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui struktur dan morfologi dari lapis tipis ZnO-TiO₂ pada variasi PEG sebagai pelarut dengan metode sol-gel.

METODE

Sintesis TiO₂-ZnO

Sintesis Zn(CH₃COO)₂·2H₂O-TiO₂ diawali dengan pembuatan sol ZnO, Zn(CH₃COO)₂·2H₂O yang dilarutkan kedalam etanol kemudian dilakukan pengadukan pada temperatur 70^oC dan dilakukan penambahan tetes demi tetes aquades, NH₂CH₂CH₂OH dan etanol sambil dilakukan pengadukan selama 2 jam hingga terjadi sol ZnO. Sedangkan untuk sol TiO₂ yang pertama dilakukan adalah bubuk TiO₂ (stuktur anatase) ditambahkan PEG 1500 kemudian ditambahkan etanol, dilarutkan dan diaduk selama 1 jam. Setelah terbentuk sol ZnO dan sol TiO₂ dilakukan pencampuran secara langsung dan dilakukan pengadukan sampai homogen hingga terbentuk sol ZnO-TiO₂.

Kalsinasi TiO₂-ZnO

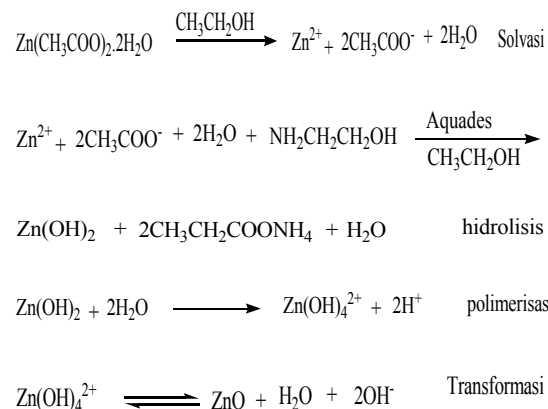
Pada TiO₂-ZnO sol yang terbentuk akan dilakukan pelapisan dan pelapisan hanya dilakukan sekali serta dilakukan pengeringan. Sebelum digunakan proses pelapisan kaca tersebut dibersihkan dan dilakukan pemanasan 100^oC selama 15 menit. Setelah itu dilakukan proses pengeringan pada suhu ruang selama 10 menit.

Langkah berikutnya, film tipis ZnO-TiO₂ dilakukan kalsinasi pada suhu 400^oC selama 1 jam. Setelah itu, film tipis itu akan di kerinningkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sampel film TiO₂-ZnO dilakukan untuk karakterisasi XRD dan SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pertumbuhan ZnO dari prekursor Zn(CH₃COO)₂·2H₂O menggunakan proses sol-gel umumnya mengalami empat tahap, yaitu solvasi, hidrolisis, polimerisasi, dan transformasi menjadi ZnO. Prekursor Zn(CH₃COO)₂·2H₂O terlarut dalam etanol absolut 99,99 %, dan kemudian dihidrolisis, dianggap sebagai penghapusan ion asetat sehingga hasil dalam zink hidroksida berupa koloid-gel. Etanol absolut 99,99 % dapat lebih mudah bereaksi untuk membentuk prekursor polimer dengan tingkat polimerisasi yang lebih tinggi, sehingga diperlukan untuk mengkonversi sol menjadi gel, ini terbagi menjadi hidroksida seng kation Zn²⁺ dan anion

OH⁻ menurut reaksi dan diikuti dengan polimerisasi yang kompleks hidroksil untuk membentuk "Zn-O-Zn" dan akhirnya berubah menjadi ZnO (Rani, *et al.*2008). Mekanisme reaksinya sebagai berikut:



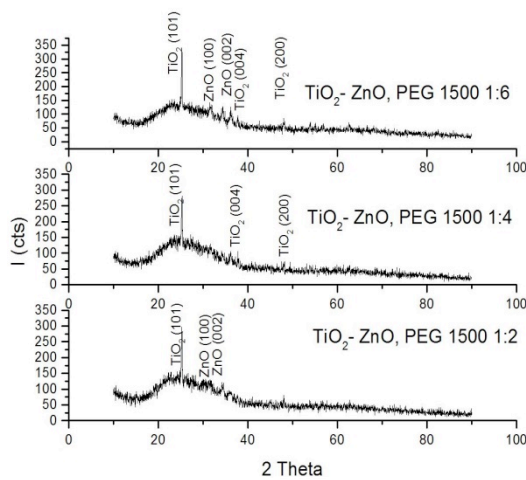
Gambar 1. Reaksi pembentukan ZnO

Pembuatan sol TiO₂ ini menggunakan TiO₂ anatase bukan dari prekursor. Proses sintesis lapis tipis pada pembuatan sol TiO₂ menggunakan TiO₂ anatase hal ini dilakukan karena tidak membutuhkan waktu yang lama untuk menghasilkan sol TiO₂. Setelah dilakukan pencampuran antara PEG, TiO₂ dan etanol dilakukan pengadukan selama 1 jam sampai terbentuk sol TiO₂. Kemudian dilakukan pencampuran antara sol ZnO dan sol TiO₂ tetap dilakukan pemanasan hingga terbentuk sol ZnO-TiO₂. Proses pelapisan ZnO-TiO₂ dengan variasi PEG dapat diketahui bahwa pada proses pemanasan setelah dilakukan pencampuran antara sol ZnO dan sol TiO₂ dengan menggunakan pelarut PEG 1500 membutuhkan waktu yang cukup lama sekitar 2 jam untuk membentuk sol ZnO-TiO₂ dan bercak yang dihasilkan setelah proses sol-gel juga kecil dibandingkan sol (ZnO-TiO₂):PEG 6000 dan pada sol (ZnO-TiO₂):PEG 10000. Hal ini di sebabkan karena PEG pada proses kalsinasi hilang dan meninggalkan bercak yang sesuai dengan berat molekulnya, semakin berat molekul PEG besar maka bercak yang ditinggalkan semakin besar.

Struktur dan Morfologi dari ZnO-TiO₂ Struktur Kristal ZnO-TiO₂

Salah satu metode yang digunakan dalam penentuan struktur kristal ZnO-TiO₂ adalah metode difraksi sinar-X. Metode difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui struktur dari

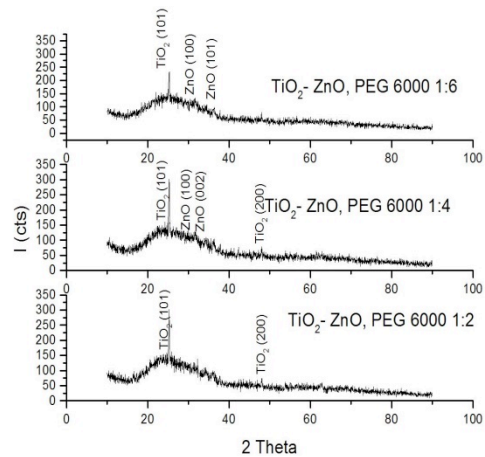
ZnO-TiO₂ yang terbentuk dengan meletakkan lapis tipis ZnO-TiO₂ pada holder difraktometer sinar-X. Hasil difraksi sinar-X pada ZnO-TiO₂ menunjukkan bahwa titanium yang digunakan adalah polikristal dengan struktur anatase sintetis. Pola difraksi sinar-X polikristal TiO₂-ZnO diperoleh dari difraktometer sinar-X dengan radiasi CuK_α ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$). Pengukuran dilakukan pada daerah $2\theta = 10^\circ - 90^\circ$. Beda potensial dan arus listrik yang digunakan pada difraktometer sinar-X sebesar 40kV dan 30 mA.



Gambar 2. Difraktogram fotokatalis TiO₂-ZnO (PEG 1500)

Data difraktogram pada Gambar 2 yang diperoleh dapat disimpulkan pembentukan produk dalam hal ini yaitu ZnO-TiO₂ yang paling bagus pada sintesis adalah pada (TiO₂-ZnO):PEG 1500 dengan perbandingan 1:6, yang dibuktikan dengan pola difraksi yang paling tinggi intensitasnya dan paling tajam puncaknya. Hal ini dikarenakan pembentukan sintesis lapis tipis mendekati sempurna sedangkan pada (TiO₂-ZnO):PEG 1500 dengan perbandingan 1:2 dan 1:4. Karena menghasilkan ukuran kristal yang paling kecil, sehingga ZnO-TiO₂: PEG 1500 perbandingan 1:6 selanjutnya dilakukan uji SEM untuk menganalisa morfologinya.

Hasil difraktogram pada difraksi sinar-X dari fotokatalis (ZnO-TiO₂): PEG 6000 dapat dilihat pada Gambar 3.

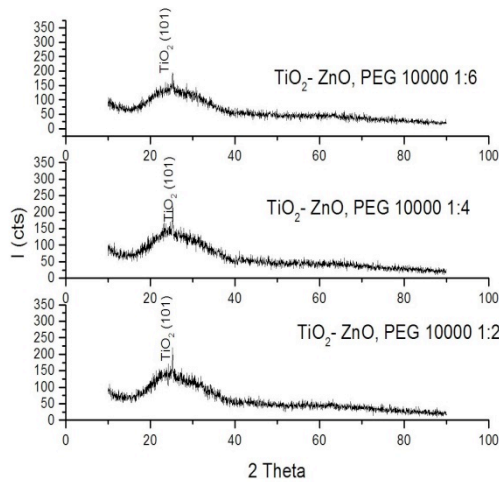


Gambar 3 Difraktogram fotokatalis TiO₂-ZnO (PEG 6000)

Hasil karakterisasi XRD dari fotokatalis ZnO-TiO₂ dengan PEG 6000 yang disintesis dan di kalsinasi suhu 200-C-400-C membuktikan adanya kristal ZnO-TiO₂. Hal ini dapat ditunjukkan dengan puncak yang muncul pada difraktogram XRD seperti yang terlihat pada gambar 3. Pola difraksi (TiO₂-ZnO):PEG 6000 pada perbandingan 1:2 ini tidak ditemukan puncak dari ZnO hanya ditemukan puncak dari TiO₂. Sedangkan pada difraktogram (TiO₂-ZnO):PEG 6000 perbandingan 1:4 dan (TiO₂-ZnO):PEG 6000 perbandingan 1:6 diketahui puncak dari ZnO-TiO₂.

Gambar 3 difraktogram fotokatalis dapat disimpulkan bahwa pembentukan produk dalam hal ini yaitu ZnO-TiO₂ yang paling kristalin adalah pada difraktogram (TiO₂-ZnO):PEG 6000 dengan perbandingan 1:4 yang dibuktikan dengan pola difraksi yang paling tinggi intensitasnya dan paling tajam puncaknya. selanjutnya pada difraktogram (TiO₂-ZnO):PEG 6000 dengan perbandingan 1:4 akan dilakukan analisa morfologinya dengan menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM).

Difraktogram dari fotokatalis (ZnO-TiO₂): PEG 10000 dapat diketahui pada difraktogram dari hasil difraksi sinar-X sebagaimana pada Gambar 4.

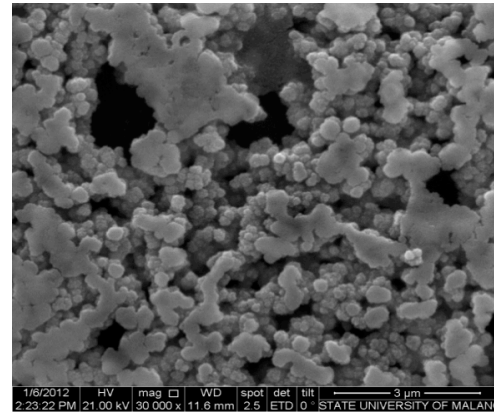


Gambar 4 Difraktogram fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-ZnO}$ (PEG 10000)

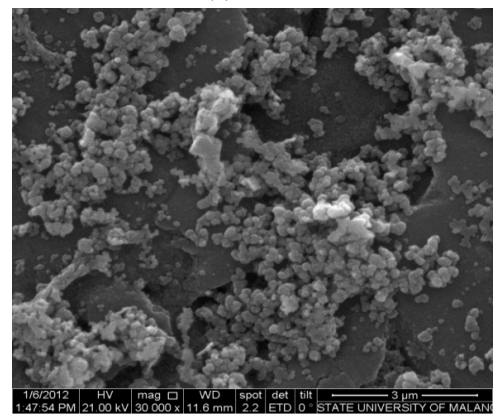
Difraktogram $(\text{TiO}_2\text{-ZnO})\text{:PEG}$ 10000 dengan perbandingan 1:2, 1:4 dan 1:6 seperti yang terlihat pada gambar 4 hanya diperoleh TiO_2 anatase pada 2θ : $25,2336^\circ$; $25,2487^\circ$ dan $25,2349^\circ$. ZnO tidak ditemukan pola difraksi yang paling tinggi intensitasnya dan paling tajam puncaknya, hal ini disebabkan adanya butiran kristal ZnO yang terbentuk sedikit. Oleh karena itu semakin besar berat molekul PEG 10000, semakin panjang rantai pada PEG 10000 menyebabkan semakin banyak partikel ZnO yang terjebak di dalam rantai PEG sehingga pertumbuhan kristal terbatas atau terhalangi dan butiran kristal ZnO sulit berinteraksi pada PEG karena pori PEG 10000 lebih besar dari pada diameter ZnO , sehingga butiran kristal ZnO yang terdapat di PEG 10000 tidak terdeteksi oleh difraktogram fotokatalis menggunakan sinar-X tetapi pada TiO_2 terdapat puncak yang terlihat pada difraktogram sinar-X, hal ini dikarenakan TiO_2 sudah berupa anatase.

Morfologi ZnO-TiO_2

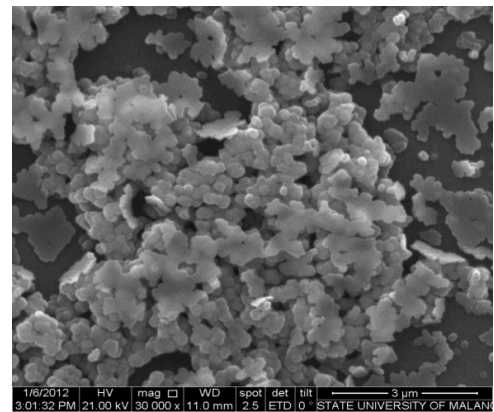
Hasil XRD yang diperlihatkan pada gambar 2 sampai dengan 4 tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan pada struktur kristalnya, akan tetapi pada gambar SEM sampel ZnO-TiO_2 yang divariasikan berdasarkan PEG yang digunakan menunjukkan perbedaan morfologi seperti yang ditunjukkan pada gambar 5.



(a)



(b)



(c)

Gambar 5. Morfologi butiran $\text{TiO}_2\text{-ZnO}$ dengan pembesaran 30000 kali [a]. $(\text{TiO}_2\text{-ZnO})\text{:PEG}$ 1500 dengan perbandingan 1:6; [b]. $(\text{TiO}_2\text{-ZnO})\text{:PEG}$ 6000 dengan perbandingan 1:4; [c]. $(\text{TiO}_2\text{-ZnO})\text{:PEG}$ 10000 dengan perbandingan 1:4

Gambar 5 dapat dilihat morfologi antara (TiO₂-ZnO):PEG 1500 perbandingan 1:6, (TiO₂-ZnO):PEG 6000 perbandingan 1:4, dan (TiO₂-ZnO):PEG 10000 dengan perbandingan 1:4 memiliki bentuk morfologi yang berbeda-beda. Hal ini dikarenakan semakin besar berat molekul PEG, semakin banyak jumlah partikel zat terlarut dalam volume tertentu, sehingga mengakibatkan semakin besar butiran kristal dan susunan yang semakin teratur, sedangkan pori yang dihasilkan semakin besar. Sedangkan PEG 10000 mempunyai rantai yang lebih panjang dibanding PEG 1500 dan 6000. Panjang rantai ini menyebabkan semakin banyak partikel (TiO₂-ZnO) yang terjebak di dalam rantai PEG sehingga pertumbuhan kristal terbatas atau terhalangi, karena pertumbuhannya terhambat, ukuran kristal (TiO₂-ZnO) semakin kecil.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa berdasarkan intensitas difaktogram, semakin besar berat molekul PEG maka intensitas puncak ZnO-TiO₂ semakin rendah dan pola difraksi yang didapatkan juga semakin rendah. Berdasarkan morfologi lapis tipis ZnO-TiO₂, dapat diketahui bahwa semakin besar berat molekul PEG maka dihasilkan semakin besar butiran kristalin ZnO-TiO₂, dan pori-pori yang semakin besar.

DAFTAR PUSTAKA

- Nasr, C., Vinodgopal., K., Fisher, L., Hotchandani, S., Chattopadhyay, A. K., and Kamat, P.V. 1999. Environmental Photochemistry on Semiconductor Surface. Visible Light Induced Degradation of a Textile Diazo Dye, Naphthol Blue Black on TiO₂ Nanoparticles, *J. Phys. Chem.* 100, 8436-8442.
- Rani, S., Suri, P., Shishodia, P.K., Mehra, R.M., 2008. Synthesis Of Nanocrystalline Powder Via Sol-Gel Route For Dye-Sensitized Solar Cells. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 92(12), 1639-1645.
- Tian, J., Chen, L., Yin, Y., Wang, X., Dai, J., Zhu, Z., Liu, X., Pingwei, W. 2009. Photocatalyst Of TiO₂/ZnO Nano Composite Film: Preparation, Characterization, and Photodegradation Activity Of Methyl Orange. *Surface and Coatings Technology*, 204(1-2), 205-214.
- Wijaya K. 2005. Sintesis TiO₂-Zeolit sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-fotodegradasi. *TEKNOIN*, 10(4), 257-267.