

Perbandingan Aktifitas Fotokatalis Nanotitania Tanpa Dan Dengan Penambahan Etanolamina Di Bawah Sinar Matahari

Dita Rahmayanti ^{(1,a)*}, Posman Manurung^(1,b), dan Roniyus Marjunus^(1,c)

¹⁾Jurusan Fisika, Universitas Lampung, Bandar Lampung, Indonesia, 35141

Email: ^(a)dita.rahmayanti21@gmail.com, ^(b)reip65@yahoo.com., ^(c)roniyus.1977@fmipa.ac.id

Diterima (19 Maret 2021), Direvisi (02 Juni 2021)

Abstract. The degradation of the dye remazole golden yellow was carried out with nanotitania. The synthesis of nanotitania was prepared using the sol gel method with the addition of ethanolamine as surfactant. This study was conducted to determine the effect of ethanolamine addition on the photocatalyst activity and bandgap energy of nanotitania. In this study, the use of titanium butoxide, ethanol and HCl. The additions of ethanolamine, which were varied, were 0 and 1 ml. The sample was calcined at 500°C for 4 hours. Nanotitania was characterized using UV-Vis Spectrophotometry and UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS) using the Kubelka-Munk method in determining bandgap energy. The photocatalyst activity test was done by degrading the golden yellow remazole solution using sunlight as an aid to the reaction. The results of the UV-Vis DRS characterization of the bandgap energy were 3.18 and 3.03 eV in each sample without addition and with the addition of ethanolamine, respectively.

Keywords: bandgap energy, ethanolamine, photocatalyst, nanotitania, remazole golden yellow.

Abstrak. Degradasi zat warna remazol kuning keemasan dilakukan dengan nanotitania. Sintesis nanotitania dipreparasi menggunakan metode sol gel dengan penambahan etanolamina sebagai surfaktan. Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan etanolamina terhadap aktivitas fotokatalis dan energi celah pita nanotitania. Dalam penelitian ini penggunaan titanium butoksida, etanol dan HCl. Penambahan etanolamina yang divariasikan adalah 0 dan 1 ml. Sampel dikalsinasi pada suhu 500°C selama 4 jam. Nanotitania dikarakterisasi menggunakan Spektrofotometri UV-Vis dan UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis DRS) menggunakan metode Kubelka-Munk dalam menentukan energi celah pita. Uji aktivitas fotokatalis dengan mendegradasi larutan remazol kuning keemasan menggunakan sinar matahari sebagai pembantu terjadinya reaksi. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS energi celah pita yaitu 3,18 dan 3,03 eV pada masing-masing sampel tanpa penambahan dan dengan penambahan etanolamina berturut-turut.

Kata kunci: energi celah pita, etanolamina, fotokatalis, nanotitania, remazol kuning keemasan.

PENDAHULUAN

Remazol kuning keemasan merupakan salah satu pewarna tekstil yang digunakan dalam pewarnaan batik. Pewarna batik bila dibuang secara sembarang dapat mencemarkan lingkungan. Penguraian zat warna dapat dilakukan dengan bahan nano. Bahan berukuran nano memiliki sifat unggul secara fisik, kimia dan mekanik [1]. Bahan nano yang berasal dari TiO₂ memiliki sifat

kimia stabil, tidak larut dalam air, tidak beracun, ramah lingkungan, dan tidak korosif [2]. TiO₂ merupakan logam oksida semikonduktor yang sering diaplikasikan sebagai sensor gas, sel fotovoltaiik, pigmentasi, dan fotokatalis [3]. Dalam proses penguraian zat warna dapat dilakukan melalui fotokatalis.

Fotokatalis merupakan suatu proses dari kombinasi antara proses fotokimia dan katalis, yaitu proses sintesis secara kimiawi

yang melibatkan cahaya sebagai pemicu dan katalis sebagai pemercepat proses transformasi tersebut [4].

Faktor yang mempengaruhi terjadinya fotokatalis yaitu luas permukaan partikel [5] [6], struktur kristal, fasa komposisi, ukuran partikel [7], dan energi celah pita [8][9]. Energi *band gap* atau disebut juga energi celah pita adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Suatu semikonduktor jika dikenai energi yang sesuai dengan energi celah pita, maka elektron pada pita valensi akan berpindah ke pita konduksi membentuk lubang pada pita valensi. Sebagian lubang dan elektron akan tertahan di permukaan semikonduktor, lubang akan mengalami reaksi oksidasi dan elektron akan mengalami reaksi reduksi dengan senyawa kimia yang berada disekitar permukaan TiO_2 .

Prinsip tersebut yang digunakan sebagai senyawa aktif dalam mendegradasi polutan dan senyawa mikroorganisme. Energi celah pita yang terdapat pada fasa anatase, brookite, rutil adalah masing-masing 3,21, 3,13, 3,00 eV[10]. Pembentukan fasa nanotitania dapat dipengaruhi oleh proses sintesis pembuatannya.

Sintesis dalam pembentukan nanotitania dapat menggunakan beberapa bahan seperti titanium tetra isopropoksida (TTIP), TiCl_4 dan titanium butoksida [11]. Penggunaan titanium butoksida memiliki keunggulan bersifat ramah lingkungan, memiliki kandungan metal yang tinggi lingkungan, memiliki kandungan metal yang tinggi dan mudah dilarutkan[12].

Metode sintesis nanotitania dapat dilakukan dengan metode sol-gel, metode hidrotermal, reaksi padatan dan metode solvothermal [11][13]. Metode yang akan digunakan dalam penelitian ini yaitu metode sol-gel. Metode sol-gel memiliki keunggulan proses sintesis nanotitania dapat dilakukan pada suhu rendah dan memiliki homogenitas yang tinggi.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Galkina *et al.* [7] penambahan surfaktan dalam sintesis nanotitania menggunakan metode sol-gel pada kalsinasi suhu 500°C dapat mendegradasi metilen biru. Surfaktan yang digunakan dalam penelitian ini adalah etanolamina (Monoetanolaminae/MEA) merupakan larutan surfaktan yang bersifat basa lemah.

Tujuan dari dilakukannya penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh penambahan etanolamina pada energi celah pita, dan aktivitas fotokatalis jika disinari di bawah sinar matahari dalam mengurai zat warna remazol kuning keemasan. Hasil sintesis nanotitania dengan penambahan etanolamina akan dilakukan uji aktivitas fotokatalis alat Cary 100 UV-Vis untuk mengetahui hasil serapan panjang gelombang, analisis dilakukan pada panjang gelombang 200-550 nm dan untuk mengetahui energi celah pita dilakukan pengujian menggunakan Spektrofotometri UV-Vis DRS.

METODE PENELITIAN

Pembuatan bubuk titanium dioksida dilakukan dengan mensintesis hasil pencampuran antara titanium butoksida ($\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$) merk Sigma aldrich ($\geq 97\%$), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) merk Emsure (99.9%), etanolamina merk Merck (99%), dan HCl merk Merck (37%) dengan komposisi pada **Tabel 1**. Dalam hal ini titanium butoksida ($\text{C}_{16}\text{H}_{36}\text{O}_4\text{Ti}$) berfungsi sebagai prekursor, etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) berfungsi sebagai pelarut, etanolamina berfungsi sebagai surfaktan dan HCl berfungsi sebagai pengubah pH pada larutan sol menjadi gel.

Tabel 1. Komposisi tanpa penambahan dan penambahan etanolamina nanotitania

No	Sampe l	Ti- buto ksida (ml)	Etan ol (ml)	HCl 37% (ml)	E tanola mina (ml)
1	TM-0	5,25	60	2,45	0
2	TM-1	5,25	60	2,45	1,0

dengan dibuatnya larutan titania. Proses pembuatan larutan titania dengan dicampurkan 60 ml etanol dan ditambahkan 5,25 ml titanium butoksida yang diteteskan dengan alat mikro pipet, diaduk selama 20 menit dengan magnetik stirer. Selanjutnya ditambahkan etanolamina setetes per tetes menggunakan mikro pipet dengan variasi (0 dan 1 ml) diaduk selama 30 menit dan tahap selanjutnya yaitu ditambahkan HCl 2,45 ml setetes per tetes menggunakan mikro pipet dan tetap diaduk selama 24 jam hingga terbentuk larutan gel nanotitania.

Larutan gel nanotitania dipanaskan dengan suhu 100-150°C selama 24 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 4 Jam. Bubuk nanotitania digerus dengan mortar agate selama 30 menit hingga partikel menjadi halus. Hasil sintesis dilakukan uji karakterisasi UV-Vis DRS dan spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis UV-Vis DRS ditampilkan pada dengan sumbu y merupakan data % reflektansi (%R) sampel terhadap sinar dengan panjang gelombang 180-600 nm sebagai sumbu x. Hasil UV-Vis DRS pada **Gambar 1** dapat dilihat tidak terlalu terjadi perbedaan diantara sampel.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Muthee *et al.* [14] dan Sanjaya *et al.* [15] penentuan energi celah pita dapat dilakukan dengan mengubah besaran %R (Reflektansi)

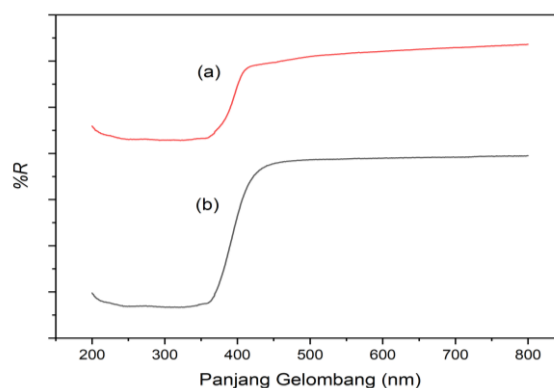
dengan metode *Kubelka-Munk* ($F(R)$), seperti pada **persamaan 1**.

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \quad (1)$$

dengan $F(R)$ adalah faktor *Kubelka-Munk*, K adalah koefisien absorpsi, S merupakan koefisien *scattering*, dan R merupakan nilai reflektansi. Energi celah pita diperoleh dari grafik hubungan antara $(F(R)hv)^2$ dengan hv (eV), kemudian melakukan ekstrapolasi linier $(F(R)hv)^2$ terhadap hv (eV) memotong absis, nilai potongan ini yang merupakan nilai energi celah pita ditunjukkan pada **Gambar 2**. Nilai hv (eV) dapat ditentukan dengan persamaan 2 dengan E_g adalah energi celah pita (eV), h tetapan Planck ($6,624 \times 10^{-34}$ Js), c kecepatan cahaya di udara (3×10^8 m/s) dan λ panjang gelombang (m).

Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan metode *Kubelka-Munk* diketahui energi celah pita pada **Gambar 2** nanotitania dengan penambahan etanolamina dapat menurunkan energi celah pita pada sampel TM-1 yaitu 3,03 eV. Sedangkan energi celah pita sampel tanpa penambahan etanolamina TM-0 adalah 3,18 eV.

Spektrofotometri UV-Vis Aktivitas fotokatalis dengan melakukan eksplorasi

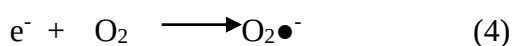
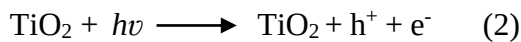


Gambar 1. Hasil Spektrofotometer UV-Vis DRS dari sampel (a) TM-0 tanpa penambahan etanolamina dan (b) TM-1 dengan penambahan etanolamina 1 ml.

menggunakan remazol kuning keemasan dengan pemicu reaksi dilakukan di bawah sinar matahari. Penyinaran dibawah sinar matahari dilakukan selama 50 menit dengan per 10 menit sampel diambil sebanyak 10 ml.

Reaksi yang terjadi saat proses penyinaran remazol kuning keemasan saat nanotitania yang dibantu energi sebesar $h\nu$ akan mengakibatkan elektron (e^-) pada permukaan pita valensi terlepas ke arah pita konduksi dan membentuk lubang (h^+) pada pita valensi (Hou *et al.*, 2012) seperti **persamaan 2**.

Lubang (h^+) yang terbentuk dapat mengoksidasi OH^- atau air pada permukaan untuk menghasilkan radikal $\bullet OH$ (**persamaan 3**) yang berperan sebagai oksidan kuat. Sedangkan terlepasnya elektron (e^-) akan bereaksi dengan O_2 dan mengalami penyerapan membentuk $O_2\bullet^-$ (**persamaan 4**).



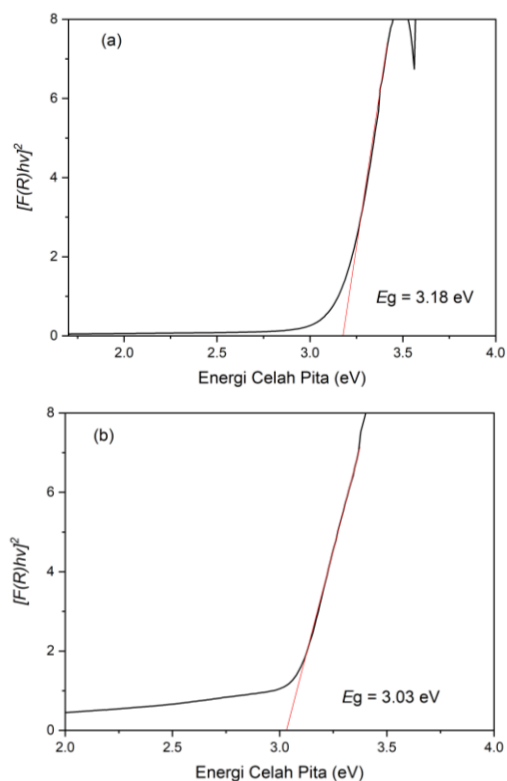
Zat warna remazol kuning keemasan memiliki struktur ikatan yang reaktif dan mudah terlepas dan membentuk senyawa turunan vinilsulfon. Ikatan senyawa vinilsulfon dapat bereaksi dengan gugus hidroksil dari air dan alkohol [17]. Interaksi antara gugus hidroksil ($\bullet OH$) dapat dituliskan dalam reaksi **persamaan 5**.



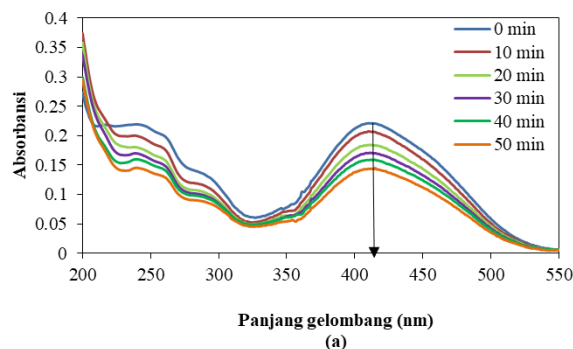
Berdasarkan hasil Spektrofotometri UV-Vis diketahui posisi puncak maksimum panjang gelombang berada pada 411 nm seperti pada **Gambar 3** dan semakin lama waktu penyinaran akan membuat absorbansi semakin menurun seperti pada **Gambar 4**.

Aktivitas fotokatalis yang mengalami fotodegradasi remazol kuning keemasan ditandai dengan besarnya absorbansi pada masing-masing sampel TM-0 dan TM-1 setelah 50 menit penyinaran yaitu 0,143 dan 0,135 secara berturut-turut.

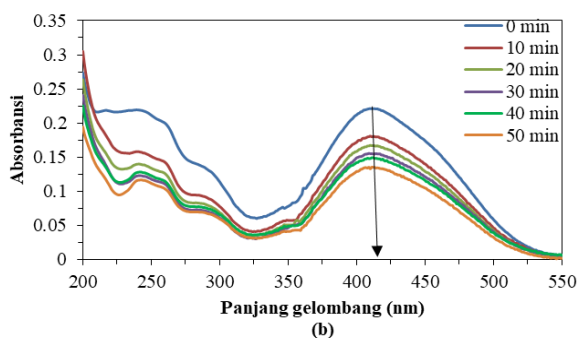
Sampel TM-1 dengan penambahan etanolamina 1 ml mengalami aktivitas fotokatalis yang tinggi ditandai dengan



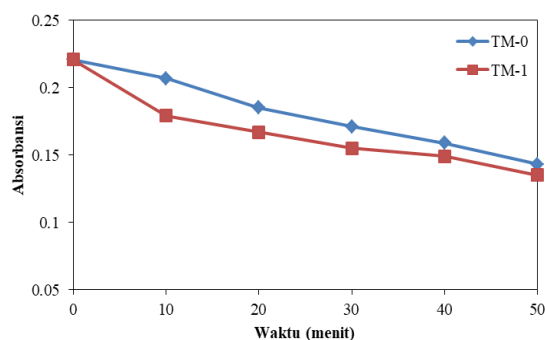
Gambar 2. Hasil energi celah pita sampel dengan tauc plot (a) TM-0; dan (b) TM-1.



Gambar 3. Hasil Spektrofotometri UV-Vis (a) TM-0 di bawah sinar matahari.



Gambar 3. Hasil Spektrofotometri UV-Vis (b) TM-1 di bawah sinar matahari.



Gambar 4. Fotodegradasi nanotitania dengan penambahan etanolamina dibawah sinar matahari pada sampel TM-0; dan TM-1 pada posisi puncak $\lambda = 411$ nm.

rendahnya nilai absorbansi. Semakin kecil nilai absorbansi maka cahaya semakin mudah melewati larutan atau dapat diartikan larutan tersebut semakin jernih sehingga cahaya mudah melewatinya. Hal yang mempengaruhi sampel TM-1 memiliki aktivitas yang baik karena memiliki energi celah pita terendah, dan dimungkinkan luas permukaan yang tinggi

KESIMPULAN

Hasil Karakterisasi nanotitania dengan penambahan etanolamina 1 ml menggunakan metode sol gel dan dikalsinasi pada suhu 500°C mempengaruhi pembentukan energi celah pita. Dari hasil spektrofotometer UV-Vis diketahui sampel tanpa penambahan etanolamina (TM-0) dan sampel dengan penambahan 1 ml etanolamina (TM-1) mampu mendegradasi

larutan remazol kuning keemasan. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS diketahui energi celah pita yaitu 3,18 dan 3,03 eV pada masing-masing sampel TM-0 dan TM-1 berturut-turut.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Dikti yang telah mendanai penelitian ini melalui skema penelitian hibah Pascasarjana dengan nomor kontrak: 3869/UN26.21/PN/2020.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] I. Khan, K. Saeed, and I. Khan, "Nanoparticles: Properties, Applications and Toxicities," *Arab. J. Chem.*, vol. 12, no. 7, pp. 908–931, 2019, doi: 10.1016/j.arabjc.2017.05.011.
- [2] C. N. Mulligan, "Rhamnolipid biosurfactants: Solubility and environmental issues," *Thermodyn. Solubility Environ. Issues*, pp. 279–298, 2007, doi: 10.1016/B978-044452707-3/50017-3.
- [3] K. Hashimoto, H. Irie, and A. Fujishima, "TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 44, no. 12, pp. 8269–8285, 2005, doi: 10.1143/JJAP.44.8269.
- [4] N. Nolan, M. Seery, and S. Pillai, "Spectroscopic Investigation of the Anatase-to- Rutile Transformation of Sol-Gel Synthesised TiO₂ Photocatalysts," *J. Phys. Chem. C*, vol. 113, pp. 16151–16157, 2009, doi: 10.1021/jp904358g.
- [5] D. B. Hamal and K. J. Klabunde, "Synthesis, Characterization, and Visible Light Activity of New Nanoparticle Photocatalysts Based on

- Silver, Carbon, and Sulfur-Doped TiO₂,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 311, pp. 514–522, 2007, doi: 10.1016/j.jcis.2007.03.001.
- [6] P. Manurung, R. Situmeang, P. Sinuhaji, and S. Sembiring, “Effect of Sulfur Doped Nanotitania for Degradation of Remazol Yellow and Phenol,” *Asian J. Chem.*, vol. 32, no. 12, pp. 3019–3023, 2020.
- [7] O. L. Galkina, V. V Vinogradov, A. V Agafonov, and A. V Vinogradov, “Surfactant-Assisted Sol-Gel Synthesis of TiO₂ with Uniform Particle Size Distribution,” *Int. J. Inorg. Chem.*, vol. 2011, pp. 1–9, 2011, doi: 10.1155/2011/108087.
- [8] O. R. Fonseca-cervantes, P. Alejandro, H. Romero, and B. Sulbaran-rangel, “Effects in Band Gap for Photocatalysis in TiO₂ Support by Adding Gold and Ruthenium,” *Processes*, vol. 8, pp. 1–15, 2020.
- [9] E. M. Samsudin, S. Bee, and A. Hamid, “Applied Surface Science Effect of band gap engineering in anionic-doped TiO₂ photocatalyst,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 391, pp. 326–336, 2017, doi: 10.1016/j.apsusc.2016.07.007.
- [10] R. Verma, J. Gangwar, and A. K. Srivastava, “Multiphase TiO₂ Nanostructure: a Review of Efficient Synthesis, Growth Mechanism, Probing Capabilities, and Applications in Bio-safety and Health,” *RSC Adv.*, vol. 7, no. i, pp. 44199–44224, 2017, doi: 10.1039/C7RA06925A.
- [11] X. Chen and S. S. Mao, “Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications,” *Chem. Rev.*, vol. 107, no. 7, pp. 2891–2959, 2007, doi: 10.1021/cr0500535.
- [12] R. Perdana, D. Dahlan, and Harmadi, “Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂ yang Disintesis Menggunakan Metode Sol Gel Spin Coating,” *J. Ilmu Fis.*, vol. 4, no. 1, pp. 18–24, 1979.
- [13] S. Mahshid, M. Askari, and M. S. Ghamsari, “Synthesis of TiO₂ Nanoparticles by Hydrolysis and Peptization of Titanium Isopropoxide Solution,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 189, pp. 296–300, 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.01.040.
- [14] D. K. Muthee and B. F. Dejene, “Materials Science in Semiconductor Processing The Effect of Tetra Isopropyl Orthotitanate (TIP) Concentration on Structural, and Luminescence Properties of Titanium Dioxide Nanoparticles Prepared by Sol-Gel method,” *Mater. Sci. Semicond. Process.*, vol. 106, no. July 2019, pp. 1–8, 2020, doi: 10.1016/j.mssp.2019.104783.
- [15] H. Sanjaya, Hardeli, and R. Syafitri, “Degradasi Metil Violet Menggunakan Katalis ZnO-TiO₂ Secara Fotosonolisis,” *Esata*, vol. 19, no. 1, pp. 91–99, 2018.
- [16] D. Hou, R. Goei, X. Wang, P. Wang, and T. Lim, “Applied Catalysis B: Environmental Preparation of carbon-sensitized and Fe – Er codoped TiO₂ with response surface methodology for bisphenol A photocatalytic degradation under visible-light irradiation,” *Applied Catal. B, Environ.*, vol. 126, pp. 121–133, 2012, doi: 10.1016/j.apcatb.2012.07.012.
- [17] I. Gitopadmojo, *Pengantar Kimia Zat Warna*. Bandung: Institut Teknologi Tekstil, 1978.