SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS DENGAN METODE SONIKASI VARIASI SUHU DAN WAKTU KALSINASI

SKRIPSI



JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2017

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS DENGAN METODE SONIKASI VARIASI SUHU DAN WAKTU KALSINASI

SKRIPSI

Oleh: BAGUS KHAFIFUDIN NIM. 13630052

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2017

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS DENGAN METODE SONIKASI VARIASI SUHU DAN WAKTU KALSINASI

SKRIPSI

Oleh: BAGUS KHAFIFUDIN NIM. 13630052

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 29 Desember 2017

Pembimbing I

<u>Dr. Anton Prasetyo, M.Si</u> NIP. 19770925 200604 1 003 Pembimbing II

A. Ghanaim Fasya, M.Si

NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui, Letua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM DIOKSIDA (TiO2) ANATAS DENGAN METODE SONIKASI VARIASI SUHU DAN WAKTU KALSINASI

SKRIPSI

Oleh: **BAGUS KHAFIFUDIN** NIM. 13630052

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 29 Desember 2017

Penguji Utama

: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001

Ketua Penguji

: Nur Aini, M.Si

NIDT. 19840608 20160801 2 070

Sekretaris Penguji: Dr. Anton Prasetyo, M.Si

NIP. 19770925 200604 1 003

Anggota Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si

NIP. 19820616 200604 1 002

Mengesahkan, Jurusan Kimia

clok Kamilah Nayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Bagus Khafifudin

Nim

: 13630052

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Sains dan Teknologi

Judul Penelitian: "Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida

(TiO2) Anatas dengan Metode Sonikasi Variasi Suhu dan

Waktu Kalsinasi"

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 22 Desember 2017

Yang membuat pernyataan,

Bagus Khafifudin NIM. 13630052

PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbila'lamiin, beribu-ribu rasa syukur saya ucapkan kepada Allah SWT tuhan semesta alam lagi maha pemurah, yang telah memberi kesempatan saya untuk bisa menyelesaikan amanah kedua orang tua saya.

Saya persembahkan karya kecil ini untuk kedua orang tua saya tercinta Alm. Bapak Fatkur dan Almh. Ibu Um Khamidah, sedari kecil yang selalu berpesan agar anaknya terus berjuang dan belajar menjadi orang yang mengerti. Adekku tercinta Thufatul Mardiyah, yang mampu membuat kakaknya tersenyum dikalah rindu melanda dengan ibunya.

Kakek nenek yang selalu menyelimuti dengan ribuan untaian do'a yang terucap dalam tiap sujudnya, agar cucunya selalu bisa terus melangkah meraih cita-citanya tanpa kenal rasa putus asa dan menyerah. Paman dan bibi yang selalu memberi motivasi dan dorongan semangat saat melewati masa-masa sulit selama 4 tahun belajar di bangku kuliah.

Terımakasıh atas do'a dan kasıh sayang yang kalıan berikan.....

MOTO

خَبْرُ النَّاسِ أَنْفَعُهُمْ لِلنَّاسِ

"Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi orang lain." (HR. Ahmad ath-Thabrani ad-Daruqutni)

Hiduplah diatas prinsip Jangan salahkan situasi dan keadaan Karna ALLAH tau yang terbaik untuk hambah-Nya Jadilah insan yang selalu bermanfaat untuk umat

> Senja telah berlalu, Dalam kalbu Rinduku mulai bergeru, Rindu akan ilmu baru.

> > Waktu terus berputar, Tak mampu ku tawar. Bahtera kehidupan masih berlayar Mengarungi samudera kehidupan.

Terus melangkah Mengembara mencari makna, Dari siapa dan di mana Selama kaki masih berpijak di atas tanah

Sang pembelajar.....

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil 'Alamin, segala puji bagi Allah SWT, yang telah memberikan nikmat tiada terukur berupa kesehatan jasmani dan rohani serta kekuatan dan kemudahan dalam menyelesaikan tugas akhir skripsi dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) dengan Metode Sonikasi Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi" sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si).

Shalawat serta salam penulis haturkan kepada baginda nabi akhir zaman Muhammad SAW, yang telah menunjukkan jalan yang lurus, jalan yang diridhoi oleh Allah SWT. Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan dengan adanya keterbatasan pengetahuan dan pengalaman penulis. Oleh karena itu kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan. Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan konstribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi terselesaikannya skripsi ini, khususnya kepada:

- Keluarga yang selalu memberikan nasihat, perhatian, do'a dan dukungan baik spiritual maupun materil, sehingga penulisan tugas akhir skripsi ini dapat terselesaikan.
- Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Ibu
 Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan.
- 3. Dosen penguji Ibu Diana Candra Dewi, M.Si karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
- 4. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang atas bantuan dana penelitian melalui Kompetisi Penelitian Mahasiswa.

- Dinas pendidikan kabupaten Lamongan atas bantuan dana penelitian melalui Beasiswa Pemerintah Kabupaten Lamongan.
- 6. Seluruh dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 7. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
- 8. Semua teman-teman seperjuangan angkatan 2013 jurusan kimia UIN Malang, khususnya tim fotokatalis yang telah banyak membantu penulis pada saat kesulitan dengan penuh kesabaran dan keikhlasan dalam menyelesaikan skripsi.
- 9. Ibu Isnaeni Hartiningsih S.Si selaku laboran kimia anorganik dan Ibu Susilowati S.Si selaku laboran kimia fisik yang telah banyak membantu selama proses penelitian.
- 10. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku rektor dan Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu. Semoga Allah SWT membalas kebaikan semua pihak yang penulis sebutkan diatas ataupun yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat serta dapat memberikan khasana ilmu pengetahuan khususnya bagi penulis. Amin.

Malang, 22 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMA	AN PENGAJUAN	i
HALAMA	AN PERSETUJUAN	ii
HALAMA	AN PENGESAHAN	iii
HALAMA	AN PERNYATAAN	iv
HALAMA	AN PERSEMBAHAN	V
MOTO		vi
KATA PE	ENGANTAR	vii
DAFTAR	ISI	ix
DAFTAR	GAMBAR	xi
DAFTAR	TABEL	xiii
DAFTAR	PERSAMAAN	xiv
DAFTAR	LAMPIRAN	XV
ABSTRA	K	xvi
ABSTRA	CT	xvii
الملخص		xviii
BAB I	PENDAHULUAN	
1.1		1
1.2	Rumusan Masalah	5
1.3	Tujuan Penelitian	5
1.4		
1.5	Manfaat Penelitian	5 6
1.5	Trainfact Foliotetan	· ·
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	
2.1	Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Material Fotokatalis	7
2.1	2.1.1 Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor TiO ₂	10
2.2	Struktur Kristal TiO ₂	13
2.3	Metode Sonikasi.	16
2.3	Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa	18
2.4	Struktur dan <i>Crystallite Size</i> TiO ₂	10
2.5	Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa	22
2.3	Struktur dan <i>Crystallite Size</i> TiO ₂	22
26	Sintesis dan Manfaat TiO ₂ dalam Perspektif Islam	23
2.6	Sintesis dan Maniaat 1102 dalam Perspektii Islam	23
BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	
		25
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2	Alat dan Bahan	25
	3.2.1 Alat	25
2.2	3.2.2 Bahan	25
3.3	Prosedur Kerja	26
	3.3.1 Sintesis TiO ₂ Menggunakan Metode Sonikasi dengan	26
	Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi	25
	3.3.2 Karakterisasi TiO ₂ dengan Difraksi Sinar-X Serbuk	27
	3.3.3 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah	27
	Pita TiO ₂ dengan <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>	
	3.3.4 Karakterisasi TiO ₂ dengan Spektroskopi Raman	27

3.4	Analisis Data		
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Sintesis TiO ₂ Menggunakan Metode Sonikasi		
4.2	Karakterisasi Struktur Material TiO ₂ dengan Difraksi Sinar-X Serbuk		
	4.2.1 Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan <i>Crystallite Size</i> TiO ₂		
	4.2.2 Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan <i>Crystallite Size</i> TiO ₂		
4.3	Karakterisasi Struktur Material TiO2 dengan Spektroskopi		
	Raman		
	4.3.2 Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Modus Vibrasi TiO ₂		
4.4			
4.5	Sintesis dan Manfaat TiO ₂ dalam Perspektif Islam		
BAB V	PENUTUP		
	5.1 Kesimpulan		
	5.2 Saran		
DAFTAR	PUSTAKA		
LAMPIR	AN		

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Diagram tingkat energi berbagai semikonduktor	9
Gambar 2.2	Skema ilustrasi pembentukan pembawa muatan pada	11
	proses fotokatalis	
Gambar 2.3	Skema mekanisme proses fotokatalis TiO ₂	11
Gambar 2.4	Struktur kristal TiO ₂	14
Gambar 2.5	Ilustrasi pecahnya ukuran partikel akibat efek kavitasi	17
	akustik	
Gambar 2.6	Skema ilustrasi laju pertumbuhan fasa kristal TiO2	19
	akibat efek pemanasan	
Gambar 2.7	Intensitas puncak XRD hasil sintesis TiO2 dengan	20
	variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi	
Gambar 2.8	Intensitas XRD terhadap perubahan fasa struktur TiO ₂	22
	dengan variasi waktu kalsinasi	-
Gambar 4.1	Reaksi hidrolisis dan kondensasi	31
Gambar 4.2	Hasil difraktogram TiO ₂ dengan variasi suhu kalsinasi.	33
Gambar 4.3	Hasil refinement difraktogram XRD TiO ₂ pada suhu	35
G 1 14	kalsinasi 400 °C	27
Gambar 4.4	Hasil difraktogram TiO ₂ dengan variasi waktu	37
Camban 15	kalsinasi	20
Gambar 4.5	Hasil refinement difraktogram XRD TiO ₂ pada suhu	38
Gambar 4.6	kalsinasi 400 °C	40
Gambar 4.7	Spektra Raman dengan variasi waktu kalsinasi	40
Gambar 4.8	Hubungan spektra UV-DRS antara reflektansi vs	43
Gainbar 4.0	panjang	43
Gambar 4.9	Hubungan $(F(R) \times hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)	44
Gambar L.4.1.1	Grafik penentuan energi celah pita TiO ₂ 400 °C	59
Gambar L.4.1.2	Grafik penentuan energi celah pita TiO ₂ 500 °C	59
Gambar L.4.1.3	Grafik penentuan energi celah pita TiO ₂ 500 °C	60
Gambar L.4.1.4	Grafik penentuan energi celah pita TiO ₂ 000 °C	60
Gambar L.5.1	Pola difraksi standar anatas ICSD Nomor 159910	62
Gambar L.5.2	Pola difraksi standar rutil ICSD Nomor 159915	63
Gambar L.6.1.1	Pola difraksi sampel TiO ₂ 400 °C	65
Gambar L.6.1.2	Pola difraksi sampel TiO ₂ 500 °C	66
Gambar L.6.1.3	Pola difraksi sampel TiO ₂ 600 °C	66
Gambar L.6.1.4	Pola difraksi sampel TiO ₂ 700 °C	67
Gambar L.6.2.1	Pola difraksi sampel TiO ₂ 3 jam	68
Gambar L.6.2.2	Pola difraksi sampel TiO ₂ 4 jam	69
Gambar L.6.2.3	Pola difraksi sampel TiO ₂ 5 jam	70
Gambar L.6.2.4	Pola difraksi sampel TiO ₂ 6 jam	70
Gambar L.7.1.1	Hasil refinement sampel TiO ₂ 400 °C	72
Gambar L.7.1.2	Hasil refinement sampel TiO ₂ 500 °C	73
Gambar L.7.1.3	Hasil refinement sampel TiO ₂ 600 °C	74
Gambar L.7.1.4	Hasil refinement sampel TiO ₂ 700 °C	75
Gambar L.7.2.1	Hasil refinement sampel TiO ₂ 3 jam	76
Gambar L.7.2.2	Hasil refinement sampel TiO ₂ 4 jam	77

Gambar L.7.2.3	Hasil refinement sampel TiO ₂ 5 jam	78
Gambar L.7.2.4	Hasil refinement sampel TiO ₂ 6 jam	79



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbedaan sifat dan karakteristik struktur kristal anatas dan rutil	15
Tabel 2.2	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur fasa, ukuran partikel dan <i>crystallite size</i> TiO ₂	18
Tabel 2.3	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur fasa dan energi celah pita TiO ₂	21
Tabel 2.4	Pengaruh waktu kalsinasi terhadap struktur fasa dan crystallite size TiO2	23
Tabel 4.1	Parameter sel satuan TiO ₂ pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode Le-Bail	35
Tabel 4.2	Pengaruh suhu kalsinasi terhadap crystallite size TiO2	36
Tabel 4.3	Parameter sel satuan TiO ₂ pada variasi waktu kalsinasi menggunakan metode Le-Bail	39
Tabel 4.4	Pengaruh waktu kalsinasi terhadap crystallite size TiO2	40
Tabel 4.5	Modus vibrasi TiO ₂ denga variasi suhu kalsinasi	41
Tabel 4.6	Modus vibrasi TiO ₂ denga variasi suhu kalsinasi	43
Tabel 4.7	Energi celah pita dan daerah serapan sinar material TiO ₂	45
Tabel L.2.4	Menghitung rasio mol TTIP, etanol dan air	56
Tabel L.3.1	Hasil <i>crystallite</i> size TiO ₂ variasi suhu	
Tabel L.3.2	Hasil <i>crystallite size</i> TiO ₂ variasi waktu	
Tabel L.4.2	Energi celah pita dan daerah serapan sinar material TiO2	

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Reaksi fotokatalisis pembentukan pembawa muatan oleh foton	11
Persamaan 2.2	Reaksi rekombinasi pasangan elektron- <i>hole</i> di permukaan fotokatalis	12
Persamaan 2.3	Reaksi rekombinasi pasangan elektron-hole di dalam bulk fotokatalis	12
Persamaan 2.4	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis mengoksidasi substrat	12
Persamaan 2.5	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis mereduksi substrat	12
Persamaan 2.6	Reaksi fotokatalisi pada permukaan metastabil menghasilkan Ti(III)	12
Persamaan 2.7	Reaksi fotokatalisi pada permukaan metastabil menghasilkan Ti(III)	12
Persamaan 2.8	Reaksi penjebakan pembawa muatan	13
Persamaan 3.1	Rumus Debye-Scherrer	28
Persamaan 3.2	Rumus penentuan persentase reflektansi (% R) Kubelka-Munk	28
Persamaan L.3.2	Persentase fasa	58

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir penelitian	54	
Lampiran 2	Perhitungan dalam sintesis material5		
Lampiran 3	Contoh perhitungan crystallite size TiO2 dan	57	
	persentase fasa		
Lampiran 4	Penentuan energi celah pita dan serapan panjang	59	
	gelombang (λ) variasi suhu kalsinasi		
Lampiran 5	Standar Inorganics Crystal Structure Database (ICSD)	62	
	anatas dan rutil		
Lampiran 6	Hasil karakterisasi menggunakan XRD	65	
Lampiran 7	Hasil refinement		



ABSTRAK

Khafifudin, Bagus. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas dengan Metode Sonikasi Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi.** Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M. Si.
Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si. Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: Titanium dioksida, sonikasi, difraksi sinar-X (XRD), diffuse reflectance spectroscopy (DRS), spektroskopi Raman

Titanium dioksida (TiO₂) adalah salah satu bahan yang biasa diterapkan sebagai fotokatalis sehingga berpeluang diterapkan secara luas untuk penanganan limbah organik atau menghasilkan gas hidrogen. Oleh karenanya kajian sintesis dengan menggunakan berbagai metode penting dilakukan untuk mendapatkan senyawa TiO₂ yang terbaik. Dalam penelitian ini.telah disintesis TiO₂ dengan menggunakan metode sonikasi pada variasi: (a) suhu 400, 500, 600 700 °C dan (b) waktu kalsinasi 3, 4, 5 dan 6 jam pada suhu 500 °C.

Data XRD sampel menunjukkan bahwa fasa anatas terbentuk pada suhu 400-500 °C dan ketika suhu sintesis dinaikkan pada suhu 600 °C, maka mulai terbentuk fasa rutil. Pada variasi waktu kalsinasi pada suhu 500 °C ditemukan bahwa hasil seluruh sampel mempunyai fasa anatas. Data spektra Raman sampel menunjukkan modus vibrasi anatas pada suhu sintesis sampai 500 °C dan mulai terbentuk modus vibrasi rutil pada suhu sintesis 600 °C. Sedangkan spektra Raman sampel yang disintesis pada suhu 500 °C dengan berbagai variasi waktu kalsinasi menunjukkan bahwa semua sampel mempunyai modus vibrasi yang identik dengan anatas. Hasil pengukuran diffuse reflectance spectroscopy (DRS) menunjukkan bahwa energi celah pita sampel semakin menurun dengan naiknya suhu kalsinasi.

ABSTRACT

Khafifudin, Bagus. 2017. Synthesis and Characterization of Photocatalyst Titanium Dioxide (TiO2) Anatase Using Sonication Method Variation of temperature and time Calcination. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si. Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si. Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords: Titanium Dioxide, Sonication, X-Ray Difraction (XRD), Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) and Raman Spectroscopy.

Titanium dioxide (TiO₂) is one of the materials commonly applied as photocatalyst so it is widely applicable for handling organic waste or producing hydrogen gas. Therefore a synthesis study using various methods is performed to obtain the best TiO₂ compound. In this research, TiO₂ has been synthesized using sonication method on variations temperature : (a) 400, 500, 600, 700 °C and (b) calcination time 3, 4, 5 and 6 hours at 500 °C.

The XRD data showed that the anatase phase was formed at temperature 400-500 °C and the rutile phase begins to form at 600 °C. In the calcination time variation at 500 °C, it was found that all samples crystallized in anatase phase. The Raman spectra showed that the sample which was synthesized using temperature up to 500 °C had vibration mode of anastase and the rutile vibration mode begins to form at 600 °C. In various calcination time, The Raman spectra indicated to identical vibration mode of anatase. The diffuse reflectance spectroscopy showed that the band gap energy decreased as a results of increasing calcination temperature.

الملخص

خفيف الدين، بكوس. ٢٠١٧. التركيب والتوصيف من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO₂) أناتاس بالمنهج طريقة الصوتنة قامت الاختلافات درجة حرارة و وقت التكليس. المشرف I: الدكتور أنطون براسيتيو، الماجستير المشرف II: أحمد- غنائم فاسي، الماجستير مستشار: نور عيني

كلمات البحث: ثاني أكسيد التيتانيوم ، الصوتنة ، الضوئية، حيود الأشعة السينية (XRD)، الصوتنة، منتشر الانعكاس الطيفي (DRS)، ورامان الطبغي.

ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO₂) هي احدى ممّا يستعمل به أن يكون لأشباه الدوصلات حتى يستطيع اقامة أوسع ليحلّ نفاية أو ليحصل على الهيدروجين. لذلك كان هذا البحث يبحث عن التركيب باستعمال المناهج مهمّا عليه لنيل إتّحاد كلّيّ ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO₂) أحسن ماكان. وفي هذا البحث قد وقد أجري تركيب ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO₂) بالمنهج الصوتنة على النّوع: (أ) حرارة ٤٠٠، ٥٠، ٥٠، ماعة على حرارة ٥٠٠، ٥٠.

إنّ بيانات حيود الأشعة السينية (XRD) المثاليّ يهدى إلى أنّ أناتاس يشكّل بحرارة ٤٠٠ - ٥٠٠ جوعندما حرارة التركيب يرفع على حرارة ٢٠٠ جفيداً أن يشكّل روتيل . بل كان في النّوع وقت تكليس على حرارة ٥٠٠ جوارة ١٠٥ جيلة المثال فيه أناتاس. ومن بيانات لاهتزاز الوضع رامان المثاليّ يشرح أنّ لاهتزاز الوضع على حرارة التركيب حتّى ٥٠٠ جويبداً أن يشكّل لاهتزاز الوضع روتيل على حرارة ٢٠٠ ج. بل ورامان الطبغى المثاليّ على حرارة ٥٠٠ جبكثرة الأنواع وقت تكليس يهدي إلى أنّ كلّ من المثال يملك لاهتزاز الوضع الذي يتجنّس ب أناتاس وكان حصول الحسب منتشر الانعكاس الطيفي يهدي إلى أنّ قوّة الأحرف المادية يكون نزولا أكثر برفع حرارة تكليس.

BABI

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pertumbuhan industri dari tahun ke tahun terus meningkat. Salah satu sektor industri yang berkembang di Indonesia adalah industri Tekstil dan Produk Tekstil (TPT). Kementerian Perindustrian RI melaporkan bahwa industri tekstil pada tahun 2016 tumbuh sebesar 4 %. Industri tekstil menghasilkan limbah seperti metilen biru, rhodamin B, metilen oranye, dan eritrosin B.S. Limbah ini bersifat toksik dan susah terurai secara alami (non biodegradable) sehingga berbahaya bagi kesehatan masyarakat (Hasan dan Miah, 2014).

Al-Quran sebagai sumber utama telah berbicara banyak mengenai pelestarian lingkungan. Selain diperintahkan untuk ibadah kepada Allah SWT, manusia diciptakan di muka bumi juga sebagai "khalifatullah fi al 'ardh'" (pengganti Allah di bumi). Oleh karena itu, manusia dituntut untuk memelihara, menjaga dan meningkatkan kelestarian lingkungan hidup sesuai dengan tujuan yang dikehendaki-Nya, serta memikirkan solusi untuk mengatasi permasalahan-permasalahan yang ada di muka bumi, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Hud ayat 61:

"Dia (Allah) yang menciptakan kamu dari tanah dan memerintahkan kamu memakmurkannya karena itu mohonlah ampunan-Nya, kemudian bertaubatlah kepada-Nya. Sesungguhnya Tuhanku amat dekat (rahmat-Nya) lagi memperkenankan (do'a hamba-Nya)." (Q.S Hud: 61).

Shihab (2003) dalam tafsir al-Misbah menafsirkan ayat ini, bahwa Allah SWT telah menciptakan manusia pertama kali (nabi Adam a.s) dari bumi, yakni tanah dan menjadikan manusia berpotensi untuk memakmurkannya atau memerintahkan manusia agar memakmurkannya. Kata المنتَعْمَر terambil dari kata yang berarti memakmurkan. Huruf sin dan ta' yang menyertai kata ista'mara ada yang memahaminya dalam arti perintah sehingga kata tersebut berarti Allah SWT memerintahkan manusia memakmurkan bumi dan menjadikan manusia benar-benar mampu memakmurkan dan membangun bumi.

Berbagai upaya dan metode untuk pengolahan limbah pencermaran zat warna telah dilakukan seperti metode koagulasi, oksida dan elektrokimia, namun metode ini dirasa kurang efektif dan efisien untuk mengatasi masalah percemaran limbah zat warna, karena pada dasarnya peran metode ini hanya akan menghasilkan fasa yang mengandung polutan yang lebih terkonsentrasi. Oleh karena itu, diperlukan inovasi dan pengembangan teknologi baru sebagai solusi masalah pencemaran sumber daya air yang murah, praktis dan tidak membutuhkan biaya yang terlalu tinggi.

Dewasa ini metode pengolahan limbah cair zat warna maupun polutan organik yang sedang dikembangkan adalah metode fotodegradasi yang memanfaatkan proses fotokatalis. Metode ini merupakan metode yang relatif murah serta mudah diterapkan (Fatimah, dkk., 2006). Fotokatalis merupakan kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu suatu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, dan katalis mempercepat reaksi tersebut (Castellote dan Bengtsson, 2011). Semikonduktor yang biasa digunakan untuk proses fotokatalisis dari kelompok oksida misalnya: TiO₂, Fe₂O₃, ZnO, WO₃, dan SnO₂,

sedangkan dari kelompok sulfida adalah CdS, ZnS, CuS, FeS, dan lain-lain (Rahmawati, 2010). Di antara sekian banyak semikonduktor, TiO₂ adalah yang sering dikembangkan dan digunakan karena stabilitas tinggi, pengoksida yang kuat, tidak beracun, stabil dalam waktu jangka panjang terhadap cahaya dan korosi kimia, murah, memiliki energi celah pita yang lebar dengan luas permukaan yang besar dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Yu, dkk., 2006, Smith, dkk., 2010, Chen, dkk., 2012 dan Fatimah, 2009).

TiO₂ mempunyai tiga jenis bentuk kristal yaitu: (a) anatas dengan bentuk (tetragonal), (b) rutil dengan bentuk (tetragonal), dan (c) brookit dengan bentuk (ortorombik). Fasa rutil dan anatas adalah fasa yang paling banyak ditemukan. Secara umum fasa anatas memiliki efek fotokalitik yang lebih baik dibandingan dengan fasa rutil. Hal ini bisa dilihat dari energi celah pita anatas (3,2 eV) yang lebih besar dibandingkan rutil (3,0 eV) (Linsebigler, dkk., 1995). Aktifitas fotokatalis TiO₂ ditentukan oleh beberapa faktor yaitu luas permukaan, ukuran partikel dan struktur anatas. Untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis dapat dilakukan dengan cara memperkecil ukuran partikel dan derajat kristalinitas (Chen, dkk., 2003, Rahman, dkk., 2010 dan Wang, dkk., 2010).

Metode sintesis fotokatalis TiO₂ telah banyak dikembangkan dengan tujuan untuk mendapatkan metode sintesis yang efisien dan efektif, seperti metode sol-gel, kopresipitasi, *spray drying*, reaksi padatan, hidrotermal, elektrokimia dan sonikasi. Metode yang sederhana, efektif dan efisien yang telah dikembangkan adalah metode sonikasi yang memanfaatkan proses kavitasi dalam proses sintesis (Suslick dan Price 1999). Beberapa keunggulan metode sonikasi adalah lebih

mudah, reaksinya lebih cepat, distribusi atau dispersi nanopartikel lebih seragam, stabilitas termal yang lebih baik, luas permukaan dan kemurnian fasa lebih tinggi, dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil hingga berskala nano dan dapat digunakan untuk sintesis berbagai oksida (Lestari, 2012, Prasad, dkk., 2010 dan Santos, dkk., 2009).

Prasad, dkk. (2010) melaporkan telah mensintesis TiO₂ dengan metode sol-gel dengan bantuan gelombang ultrasonik dan tanpa bantuan gelombang ultrasonik menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) sebagai prekursor dengan variasi suhu kalsinasi 450-850 °C selama 3 jam. Hasil yang didapat menunjukkan dengan bertambahnya suhu kalsinasi, maka ukuran partikel dan derajat kristalinitas semakin naik akan tetapi pada suhu 850 °C baik ukuran partikel maupun derajat kristalinitasnya menurun. Fasa rutil mulai muncul pada suhu 650 °C, dan pada suhu 850 °C keseluruhan TiO₂ telah berfasa rutil. Di lain pihak Pinjari, dkk. (2015) melaporkan telah mensintesis TiO₂ dengan variasi waktu kalsinasi 0,5-3 jam dengan suhu kalsinasi 750 °C. Hasil yang didapat menunjukkan bahwa dengan bertambahnya waktu kalsinasi, ukuran partikel anatas dan derajat kristalinitasnya naik. Lama waktu kalsinasi juga berpengaruh terhadap fasa rutil, dengan bertambahnya waktu kalsinasi fasa rutil mengalami kenaikan. Ukuran partikel dan derajat kristalinitas TiO₂ lebih kecil menggunakan bantuan gelombang ultrasonik dibandingkan tanpa bantuan gelombang ultrasonik

Hal ini menunjukan bahwa kondisi sintesis seperti suhu dan waktu kalsinasi berpengaruh terhadap sifat maupun aktifitas dari produk yang dihasilkan. Dengan demikian, untuk memperoleh kemurnian fasa dan selektifitas dalam sintesis, pemilihan suhu dan waktu kalsinasi optimum sangat penting dilakukan.

Berdasarkan hal tersebut maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO₂ menggunakan metode sonikasi dengan variasi suhu dan waktu kalsinasi untuk mengetahui pengaruhnya terhadap struktur, daerah serapan sinar dan energi celah pitanya.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana pengaruh variasi suhu dan waktu kalsinasi sintesis TiO₂ menggunakan metode sonikasi terhadap struktur kristal TiO₂, daerah serapan sinar dan energi celah pita TiO₂?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi suhu dan waktu kalsinasi sintesis TiO₂ dengan metode sonikasi terhadap struktur kristal TiO₂, daerah serapan sinar dan energi celah pita.

1.4 Batasan Masalah

Batasan permasalahan dalam penelitian ini adalah:

- Variasi suhu kalsinasi yang digunakan adalah 400, 500, 600 dan 700 °C selama 2 jam.
- 2. Variasi lama waktu kalsinasi yang digunakan adalah 3, 4, 5, dan 6 jam dengan hasil sintesis suhu terbaik.

1.5 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi ilmiah tentang sifat material (struktur, daerah serapan sinar dan energi celah pita) kepada masyarakat dan peneliti dalam pengembangan dan pemanfaatan material fotokatalis TiO₂ yang disintesis menggunakan metode sonikasi.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor TiO₂ sebagai Material Fotokatalis

Fotokatalis merupakan proses kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu suatu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, dan katalis mempercepat reaksi tersebut (Castellote dan Bengtsson, 2011). Katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih efektif dan lebih cepat dalam laju reaksinya (Desela, 2012). Adapun katalis adalah suatu substansi yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia tetapi tidak dikonsumsi sebagaimana reaktan, dengan kata lain, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis adalah sama. Reaksi fotokatalitik (reaksi yang berdasar pada fotokatalisis) dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton (cahaya), sedangkan reaksi katalitik jenis konvensional, aktivasi katalis dilakukan secara termal (Afrozi, 2010). Dalam fotokatalis, katalis disebut sebagai fotokatalis karena memiliki kemampuan menyerap energi foton.

Secara umum berdasarkan katalis yang digunakan dalam proses fotokatalis terbagi menjadi 2 jenis, yaitu:

1. Fotokatalis Homogen

Fotokatalis yang melibatkan katalis, medium dan reaktan yang berada pada suatu sistem dalam satu fasa. Umumnya katalisnya berupa oksidator seperti ozon dan hidrogen peroksida.

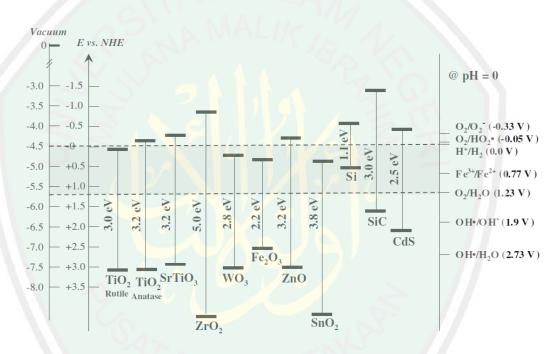
2. Fotokatalis Heterogen

Fotokatalis yang melibatkan katalis yang tidak satu fasa dalam medium dan reaktan. Umumnya katalis berupa bahan semikonduktor dalam bentuk serbuk/ padatan (Sasti, 2011). Pada proses fotokatalis heterogen, semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalgonide* (oksida: TiO₂, ZnO, ZrO, CeO₂ atau sulfida: ZnS, CdS) (Desela, 2012). Di akhir reaksi, pemisahan produk dengan katalis lebih mudah dan efektif menggunaan katalis heterogen.

Semikonduktor merupakan bahan yang memiliki energi celah (*Eg*) antara 0,5-5,0 eV (Sasti, 2011). Semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis dikarenakan terdapat daerah energi yang kosong (daerah celah pita) yang disebut energi celah pita yang terletak di antara batas pita konduksi dan pita valensi. Energi celah merupakan energi minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron pada pita valensi ke pita konduksi, akibat eksitasi tersebut dihasilkan *hole* pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi. Tidak seperti bahan logam yang memiliki tingkat energi kontinyu, adanya daerah celah pada semikonduktor menyebabkan elektron dan *hole* yang dihasilkan tidak cepat kembali (rekombinasi). Hal ini menyebabkan waktu hidup pasangan elektron-*hole* menjadi lebih lama sehingga dapat mengalami transfer muatan pada permukaan semikonduktor jika diberikan energi yang sesuai (Linsebigler, dkk., 1995).

Karakteristik fotokatalis ditentukan oleh besarnya ukuran energi celah pita pada semikonduktor dalam hal kebutuhan energi foton yang dibutuhkan untuk aktivitasnya dan berapa besar kekuatan oksidasi atau reduksinya setelah diaktifkan. Secara termodinamika, tingkat energi pada pita konduksi (E_{CB})

merupakan ukuran kekuatan reduksi dari elektron, sedangkan energi pada pita valensi (E_{VB}) merupakan ukuran kekuatan oksidasi *hole*, semakin negatif nilai potensial tepi pita valensi maka daya oksidasi *hole* semakin besar dan semakin positif nilai potensial tepi pita konduksi maka daya reduksi elektron semakin besar (Hoffman, dkk., 1995). Gambar 2.1 memperlihatkan besarnya energi celah, posisi pita valensi, pita konduksi berbagai semikondukor dan hubungannya dengan potensial redoks relatif terhadap standar elektroda hidrogen (Choi, 2006).



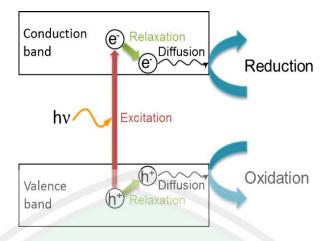
Gambar 2.1 Diagram tingkat energi yang menunjukkan posisi pita valensi, pita konduksi berbagai semikondukor dan hubungannya dengan potensial redoks relatif terhadap standar elektroda hidrogen pada pH = 0 (Choi, 2006)

Di antara sekian banyak semikonduktor, TiO₂ adalah yang sering dikembangkan dan digunakan karena stabilitas tinggi, pengoksida yang kuat, tidak beracun, stabil dalam waktu jangka panjang terhadap radiasi foton dan korosi kimia, harga relatif murah, memiliki luas permukaan yang besar dan

kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Yu, dkk., 2006; Smith, dkk., 2010; Chen, dkk., 2012; dan Fatimah, 2009). Potensial redoks dari spesies akseptor secara termodinamika harus berada di bawah pita konduksi dari semikonduktor. Di satu sisi, potensial redoks dari donor harus berada di atas pita valensi agar terjadi donasi elektron ke lubang kosong (hole) yang ditinggalkan (Wiguna, 2011). Lubang positif (hole) pada pita valensi mempunyai sifat pengoksidasi yang sangat kuat (+1,0 sampai +3,5 V relatif terhadap elektroda hidrogen Nernst), sedangkan elektron pada pita konduksi mempunyai sifat pereduksi yang juga sangat kuat (+0,5 sampai -1,5 V relatif terhadap elektroda hidrogen Nernst) (Choi, 2006). Gambar 2.1 menunjukkan bahwa TiO₂ anatas memiliki energi reduksi yang lebih tinggi, sehingga aktivitas fotokatalis anatas lebih efektif dibandingkan rutil.

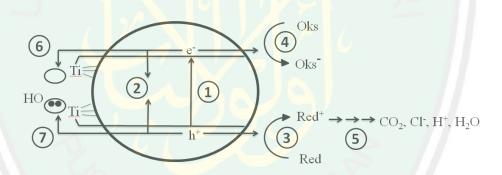
2.1.1 Mekanisme Fotokatalis Semikonduktor TiO₂

TiO₂ akan berfungsi sebagai katalis jika disinari dengan foton yang memiliki energi yang setara atau lebih besar dari energi celah pita TiO₂ ($hv \ge Eg$). Jika suatu semikonduktor tipe n seperti TiO₂ dikenai cahaya (hv) dengan energi yang sesuai (3,2 eV), maka elektron (e) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (hole atau h^+). Dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Gunlazuardi, 2001).



Gambar 2.2 Skema ilustrasi pembentukan pembawa muatan (h^+ dan e^-) pada proses fotokatalis (Nakata dan Fujishima, 2012)

Ada beberapa kemungkinan tahapan reaksi yang terjadi selama proses fotokatalisis TiO₂, seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema mekanisme proses fotokatalis TiO₂ (Hoffmann, 1995)

Secara umum tahapan proses fotokatalis pada Gambar 2.3 dapat dijelaskan sebagai berikut (Maulina, 2014, Hoffmann, dkk., 1995).

1. Pembentukan pembawa muatan $(e_{CB}^- + h_{VB}^+)$ oleh foton, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.1.

$$TiO_2 + hv \rightarrow TiO_2 (e_{CB} + h_{VB}^+)$$
(2.1)

2. Sebagian pasangan e^- dan h^+ akan berekombinasi (kembali ke keadaan awal) baik di permukaan (*surface recombination*) atau di dalam partikel *bulk* (*volume recombination*) hanya dalam waktu beberapa nanodetik (melepaskan energi foton terabsorbsi sebagai panas). Reaksi rekombinasi pasangan elektron-*hole* seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.2 dan 2.3.

$$e_{CB}^{-}$$
 + (Ti (IV) OH*)⁺ \rightarrow Ti (IV) OH + heat(2.2)

$$h_{VB}^+ + (\text{Ti (III) OH}^\bullet)^+ \rightarrow \text{Ti (IV) OH} + heat$$
(2.3)

3. *Hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal hidroksil, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.4.

$$(>Ti (IV) OH^{\bullet})^{+} + Red \rightarrow (>Ti (IV) OH) + Red^{\bullet+} \dots (2.4)$$

4. Elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat atau pelarut pada permukaan partikel TiO₂, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.5.

$$e^- + Oks \rightarrow >Ti (IV) OH + Oks^{\bullet-}$$
 (2.5)

- 5. Reaksi fotokatalisis atau reaksi termal lebih lanjut menghasilkan produk akhir mineral (H₂O, CO₂ dan ion-ion halida jika molekul organik mengandung atom-atom halogen).
- 6. Elektron pada pita konduksi terjebak pada permukaan metastabil menghasilkan Ti (III), seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.6 dan 2.7.

$$e^{-}CB + (>Ti(IV) OH) \longrightarrow (>Ti(III) OH)$$
(2.6)

$$e^{-}_{CB} + > \text{Ti} (IV) \longrightarrow > \text{Ti} (III)$$
(2.7)

7. Reaksi penjebakan pembawa muatan (*charge carrier trapping*) *hole* pada pita valensi terjebak dalam gugus titanol, seperti yang ditunjukkan pada persamaan 2.8.

$$h^+_{VB} + (>Ti(IV) OH) \rightarrow >Ti(IV) OH^{\bullet})^+$$
(2.8)

Keterangan

> TiOH : permukaan TiO₂ dalam keadaan terhidrat

e - *CB* : elektron pada pita konduksi

 h^+_{VB} : hole pada pita valensi

 e_{tr} : elektron pada pita konduksi yang terjebak

(>Ti (IV) OH•)⁺ : *hole* pada pita valensi yang terjebak di permukaan

(>Ti (III) OH) : elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan

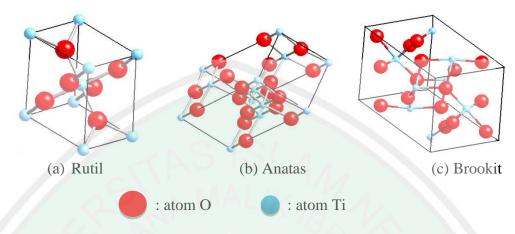
Red : donor elektron

Oks : akseptor elektron

2.2 Struktur Kristal TiO₂

Aktifitas fotokatalis TiO₂ ditentukan oleh beberapa faktor yang berpengaruh terhadap kinerja fotokatalisnya (Chen, dkk., 2003, Tjahjanto, 2001). Salah satu faktor yang mempengaruhi adalah struktur kristalinitas. TiO₂ dilaporkan mempunyai tiga jenis bentuk kristal, yaitu: (a) anatas dengan bentuk (tetragonal), (b) rutil dengan bentuk (tetragonal), dan (c) brookit dengan bentuk (ortorombik) seperti yang diperlihatkan dalam Gambar 2.4 dan kebanyakan berada dalam bentuk rutil dan anatas (Rahman, dkk., 2014). Struktur kristal brokit paling tidak stabil dan sulit untuk dipreparasi sehingga sulit diamati (Lestari, 2009). Berdasarkan ukurannya, anatas secara termodinamika stabil pada

crystallite size kurang dari 11 nm, brookit antara 11 dan 35 nm, dan rutil lebih dari 35 nm (Wang, dkk., 2010).



Gambar 2.4 Struktur kristal TiO₂ (Stride dan Tuong, 2010)

Secara umum fasa anatas memiliki efek fotokalitis yang lebih baik dibandingan dengan fasa rutil. Hal ini dikarenakan luas permukaan tipe anatas lebih besar dari pada tipe rutil sehingga sisi aktif (*defect sites*) per unit anatas lebih besar dibandingkan rutil (Sasti, 2011). Hal ini juga bisa dilihat dari energi celah pita anatas (3,2 eV) yang lebih besar dibandingkan rutil (3,0 eV) dengan nilai potensial reduksi lebih besar, sehingga kemampuan anatas lebih reaktif dalam menyerap energi foton (Choi, 2006). Sedangkan struktur rutil banyak digunakan sebagai pigmen karena sifat penghamburan sinar yang efektif (Rohman, 2014).

 TiO_2 merupakan senyawa ionik yang tersusun dari ion-ion Ti^{4+} dan ion-ion O^{2-} yang mempunyai keelektronegatifan dalam skala Pauling adalah 1,54 pada atom Ti dan 3,44 pada atom O. Perbedaan keelektronegatifan antara atom Ti dan O adalah 1,90 (Effendy, 2016). Struktur kristal anatas dan rutil digambarkan

dalam bentuk rantai oktahedral TiO₆. Perbedaan struktur kristal antara anatas dan rutil terletak pada distorsi dan pola penyusunan rantai oktahedralnya seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.4. Setiap ion Ti⁴⁺ dikelilingi oleh enam atom O²⁻. Oktahedral pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi ortorhombik membentuk suatu heksagonal terjejal (*hexagonal close packed*) dengan ketiga sudut Ti-O-Ti membentuk sudut 120°, sedangkan oktahedral pada anatas memperlihatkan distorsi yang cukup besar membentuk suatu kubus terjejal (*cubic close packed*) dengan sebuah sudut membentuk sudut 180° dan dua sudut 90°, sehingga relatif tidak simetri (Linsebigler, dkk., 1995; Palupi, 2006; dan Ismunandar, 2006).

Tabel 2.1 Perbedaan sifat dan karakteristik struktur kristal anatas dan rutil

Sifat perbedaan	Anatas	Rutil
Struktur kristal	Tetragonal	Tetragonal
Grup ruang	$I4_1/amd$	$P4_2/mnm$
Molekul/ unit sel	4	\bigcup 2
Secara termodinamika	Suhu rendah	Suhu tinggi
stabil pada ukuran		
	≤ 11 nm	≥ 35 nm
Energi celah pita (eV)	3,2	3,0
Densitas (ρ), (gr/cm ³)	3,894	4,250
Jarak Ti-Ti (Å)	3,79 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O (Å)	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1980
Parameter kisi (Å)	a = 3,784	a = 4,593
Parameter Kisi (A)	c = 9,515	c = 2,959
Indeks bias (550 nm)	2,54	2,75
Titik leleh	1830–1858 °C	Berubah menjadi rutil pada
		suhu tinggi (≥500 °C)

(Sumber: Ahonen, 2001; Pratama, 2010; Linsebigler, dkk., 1995)

Perbedaan distorsi dan pola penyusunya mengakibatkan jarak Ti-Ti pada anatas lebih besar (untuk anatas 3,79 dan 3,04 Å serta untuk rutil 3,57 dan 2,96 Å), sedangkan jarak ion Ti-O terlihat lebih pendek dibandingkan rutil (1,937 dan

1,966 Å pada anatas sedangkan pada rutil 1,946 dan 1,983 Å). Pada rutil setiap oktahedral mengalami kontak dengan 10 oktahedral tetangganya, sedangkan pada anatas setiap oktahedral mengalami kontak dengan delapan oktahedral tetangganya. Perbedaan struktur kisi kristal ini menyebabkan perbedaan sifat dan karakteristik TiO₂ yang dirangkum dalam Tabel 2.1. (Linsebigler, dkk., 1995, Palupi, 2006).

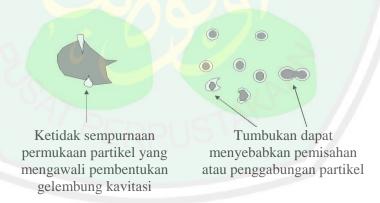
2.3 Metode Sonikasi

Sonikasi merupakan suatu metode sintesis material dengan menggunakan energi suara (gelombang ultrasonik) sebagai sumber energi untuk mendorong perubahan sifat fisika dan kimia dalam medium cairan. Metode sonikasi telah banyak digunakan untuk sintesis berbagai oksida logam dengan memanfaatkan efek kavitasi yang dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat kristal berukuran kecil hingga dapat berskala nano. Selain itu metodenya lebih mudah, laju reaksi lebih cepat, dan (Hielscher, 2005; Lestari, 2012; Santos, dkk., 2012). Awati, dkk. (2003) menyatakan kelebihan metode sonikasi dalam sintesis TiO₂ adalah distribusi atau dispersi nanopartikel lebih seragam, stabilitas termal yang lebih baik, luas permukaan dan kemurnian fasa lebih tinggi.

Ultrasonik memiliki rentang frekuensi antara 20 kHz-10 MHz. Berdasarkan frekuensinya ultrasonik dibagi menjadi 3 bagian, yaitu: (1) frekuensi rendah, dengan rentang frekuensi 20–100 kHz, (2) frekuensi sedang, dengan rentang frekuensi 100 kHz –2 MHz, dan (3) frekuensi tinggi, dengan rentang frekuensi 2–10 MHz. Umumnya frekuensi ultrasonik yang sering digunakan

dalam proses sintesis adalah yang mempunyai rentangan frekuensi 20 kHz-2 MHz (Ningsih, 2016).

Prinsip metode sonikasi adalah memanfaatkan efek kavitasi akustik. Ketika suatu medium cair (larutan) diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka dalam medium tersebut akan terjadi tumbukan antar partikel penyusun larutan (medium) yang bertekanan tinggi, ketika antar partikel penyusun kecil ini saling bertumbukan akan menghasilkan *bubble* (gelembung). Selama proses kavitasi akan terjadi *bubble collapse* (ketidak stabilan gelembung), yaitu pecahnya gelembung kecil akibat suara yang ditimbulkan oleh gelombang ultrasonik. Akibatnya akan terjadi peristiwa *hotspot* (pemanasan lokal) yang melibatkan energi yang sangat tinggi yaitu sekitar 5000 K dengan tekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginannya bisa sangat cepat yaitu 1010 K/s (Suslick dan Price, 1999).



Gambar 2.5 Ilustrasi pecahnya ukuran partikel akibat efek kavitasi akustik

2.4 Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan Crystallite Size TiO2

Struktur fasa, ukuran partikel dan *crystallite size* merupakan faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokalatitik TiO₂. Untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ dapat dilakukan dengan cara memperkecil ukuran partikel sehingga luas permukaan sisi aktif partikel menjadi lebih besar. Perubahan struktur dan ukuran partikel dapat dipengaruhi oleh kondisi sintesis seperti suhu kalsinasi.

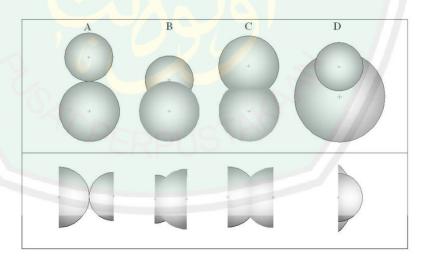
Prasad, dkk. (2009) melaporkan telah mensintesis TiO₂ dengan metode sol-gel dengan bantuan gelombang ultrasonik dan tanpa bantuan gelombang ultrasonik dengan variasi suhu kalsinasi 450-850 °C selama 3 jam. Hasil yang didapat menunjukkan dengan bertambahnya suhu kalsinasi, maka ukuran partikel dan derajat kristalinitas semakin naik akan tetapi pada suhu 850 °C baik ukuran partikel, derajat kristalinitas maupun kemurniannya menurun seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur fasa, ukuran partikel dan crystallite size TiO₂

Metode	Suhu kalsinasi (°C)	Ukuran partikel (nm)	Fasa utama	% Rutil	% Kristalinitas	% Kemurnian
Sol-gel	450	10	Anatas	0	22,56	84,9
	550	14	Anatas	0	26,94	85,5
	650	26	Anatas	29,53	38,29	86,7
	750	37	Rutil	71,04	43,26	86,38
	850	26	Rutil	100	40,11	86,27
Sol-gel	450	8	Anatas	0	21,19	95,3
Sonikasi	550	10	Anatas	0	22,94	95,43
	650	28	Anatas	16,49	40,05	95,2
	750	30	Rutil	100	43,21	95,12
	850	28	Rutil	100	42,67	94,34

(Sumber: Prasad, dkk., 2009)

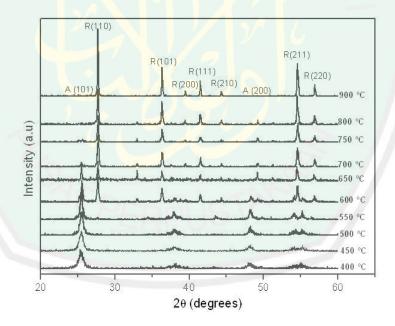
Seiring dengan bertambahnya suhu kalsinasi, kristal TiO₂ mengalami transformasi dari fasa anatas menjadi rutil. Fasa anatas 100 % terbentuk pada suhu 450-550 °C, sedangkan fasa rutil mulai muncul pada suhu 650 °C, dan pada suhu 850 °C keseluruhan TiO₂ telah berfasa rutil 100 % seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2. Ukuran partikel TiO₂ lebih kecil menggunakan bantuan gelombang ultrasonik dibandingkan tanpa bantuan gelombang ultrasonik. Kalsinasi bertujuan untuk pertumbuhan kristal dengan memberikan energi (panas). Akan tetapi, dengan bertambahnya suhu kalsinasi energi permukaan partikel akan mengalami kenaikan, sehingga partikel-partikel kecil TiO₂ tidak stabil karena energi permukaan semakin tinggi. Untuk menurunkan energi permukaan, partikel-partikel kecil TiO₂ akan bergabung dengan partikel-partikel kecil lain sehingga ukuran partikel semakin besar, proses ini disebut proses *sintering* seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Skema ilustrasi laju pertumbuhan fasa kristal TiO₂ akibat efek pemanasan (Perez, I.H., dkk., 2012)

Partikel-partikel kecil yang berbentuk bulat akan bergabung dengan partikel lain (A), sehingga ukuran partikel menjadi lebih besar (B). Transformasi dari fasa anatas ke rutil dimungkinkan telah terbentuk (C), dan kenaikan suhu kalsinasi lebih lanjut akan meningkatkan pertumbuhan fasa rutil di dalam fasa utama anatas, hingga mencapai kesetimbangan termodinamika pada suhu tertentu, struktur fasa anatas berubah menjadi 100 % rutil (D) (Perez, I.H., dkk., 2012).

Di lain pihak Perez, dkk. (2012) melaporkan telah mensintesis TiO₂ menggunakan metode sonikasi (*low intensity* 38 kHz) dengan variasi suhu kalsinasi 400-900 °C selama 2 jam. Hasil yang diketahui bahwa puncak intensitas difraksi sinar-X (XRD) semakin tajam dengan bertambahnya suhu kalsinasi seperti yang ditampilkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X hasil sintesis TiO₂ dengan variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi (Perez, I.H., dkk., 2012)

Fasa anatas 100 % terbentuk pada suhu kalsinasi 400-500 °C dan fasa rutil mulai terbentuk pada suhu kalsinasi 550 °C (91,75 % fasa anatas dan 8,25 % fasa rutil) yang ditandai dengan adanya puncak baru pada 2θ(°)=27, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.7. Persentase fasa rutil meningkat tajam diatas suhu 550 °C dan pada suhu 800-900 °C keseluruhan struktur kristal TiO₂ telah berubah menjadi rutil 100 % seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.3. Selain berpengaruh terhadap ukuran dan fasa struktur, suhu kalsinasi juga berpengaruh terhadap energi celah pita, dengan bertambahnya suhu kalsinasi energi celah pita mengalami penurunan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur fasa dan energi celah pita TiO₂
Suhu kalsinasi °C % Anatas Energi celah (eV) (direct type)

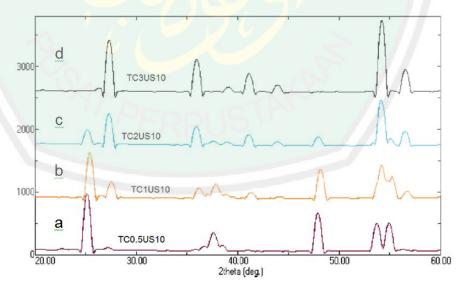
		(**, (****************************
400	100	3,24
450	100	3,22
500	100	3,20
550	91,75	3,13
600	42,51	3,02
650	36,70	3,00
700	8,50	3,00
750	8,05	2,99
800	0	2,99
900	0	2,98

(Sumber: Perez, I.H., dkk., 2012)

Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini pemilihan suhu optimum kalsinasi sangat penting dilakukan dan dikaji lebih lanjut, untuk mengetahui struktur fasa, energi celah pita, dan kemurnian fasa dalam sintesis TiO₂ menggunakan metode sonikasi.

2.5 Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan Crystallite Size TiO₂

Selain suhu kalsinasi, perubahan fasa struktur, *crystallite size* dan karakteristik produk TiO₂ hasil sintesis dapat dipengaruhi oleh kondisi waktu kalsinasi. Pinjari, dkk. (2015) melaporkan telah mensintesis TiO₂ menggunakan metode sol-gel dengan bantuan gelombang ultrasonik dan tanpa bantuan gelombang ultrasonik dengan variasi waktu kalsinasi 0,5-3 jam pada suhu kalsinasi 750 °C. Hasil yang didapat menunjukkan dengan bertambahnya waktu kalsinasi, struktur TiO₂ mengalami transformasi fasa dari anatas ke rutil, pada waktu kalsinasi 0,5 dan 1 jam terlihat intensitas puncak XRD fasa anatas lebih tinggi dari pada fasa rutil, pada waktu kalsinasi 2 jam puncak intensitas XRD rutil lebih besar dibandingkan fasa anatas, dan pada waktu kalsinasi 3 jam fasa rutil 100 % telah terbentuk dengan puncak intensitas yang tinggi, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Pola difraksi sinar-X TiO₂ yang disintesis dengan waktu kalsinasi (a) 0,5, (b) 1, (c) 2, dan (d) 3 jam (Pinjari, dkk., 2015)

Tabel 2.4 Pengaruh waktu kalsinasi terhadap struktur fasa dan *crystallite size* TiO₂

	2		,
Metode	Waktu kalsinasi (jam)	Crystallite size (nm)	Fasa utama
Sol-gel	0,5	24 ± 1	Anatas
	1	30 ± 1	Anatas
	2	31 ± 1	Anatas
	3	35 ± 1	Rutil
Sol-gel	0,5	25 ± 1	Anatas
	1	29 ± 1	Anatas
Sonikasi	2	33 ± 1	Rutil
	3	39 ± 1	Rutil

(Sumber: Pinjari, dkk., 2015)

Selain berpengaruh terhadap transformasi fasa, waktu kalsinasi juga berpengaruh terhadap *cystallite size* TiO₂, dengan bertambahnya waktu kalsinasi *cystallite size* TiO₂ semakin besar, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.4. Berdasarkan uraian diatas, maka pada penelitian ini pemilihan waktu optimum kalsinasi sangat penting dilakukan dan dikaji lebih lanjut, untuk mengetahui struktur fasa dalam sintesis TiO₂ menggunakan metode sonikasi.

2.6 Sintesis dan Manfaat TiO2 dalam Perspektif Islam

Penelitian tentang sintesis material TiO₂ merupakan salah satu upaya dalam melestarikan dan menjaga lingkungan. Material TiO₂ memiliki potensi sebagai fotokatalis yang dilaporkan efektif dan efesien untuk reaksi fotodegradasi polutan organik. Segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan baik yang ada di langit, bumi maupun yang ada di antara keduanya tidaklah sia-sia, melainkan mengandung hikmah bagi umat manusia, salah satunya adalah material TiO₂. Hal ini dapat ditunjukkan dalam firman Allah SWT surat Shaad ayat 27:

"Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah" (Q.S. Shaad: 27).

Tafsir al-Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat yang besar (Sitanggal, 1993), hal ini ditegaskan kembali oleh Allah SWT, bahwa segalah sesuatu yang diciptakan Allah SWT memiliki tujuan yang benar, sebagaimana yang dijelaskan dalam surat al-Hijr ayat 85:

"Dan tidaklah Kami ciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya, melainkan (untuk tujuan) yang haqq (benar)" (Q.S al-Hijr: 85).

Shihab (2003) dalam tafsir al-Misbah menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah SWT menciptakan langit dengan ketinggian dan luasnya serta aneka bintang dan planet, yang menghiasinya, serta menciptakan bumi dengan segala makhluk yang ada di permukaan atau dalam perut bumi, dan juga apa yang ada di antara keduanya, yakni langit dan bumi, baik yang telah diketahui manusia maupun belum atau tidak akan dapat diketahui, itu semua melainkan dengan haq, yakni selalu disertai kebenaran dan bertujuan benar, bukan permainan atau kesia-siaan, Allah SWT menciptakan semua itu untuk menguji manusia siapa di antara mereka yang menjadikannya bukti keesaan Allah SWT, serta menggunakannya dengan baik dan mengantarnya beramal shaleh.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April—Agustus 2017 di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data XRD dilakukan di Laboratorium Divisi Karakterisasi Material Jurusan Teknik dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya dan Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro Semarang, pengambilan data UV-DRS dilakukan di Laboratorium Jasa Kimia Jurusan Kimia Universitas Indonesia Jakarta, dan pengambilan data spektroskopi Raman dilakukan di Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: furnace, oven, pipet volume 10 mL, corong glass, erlenmeyer 100 mL, ultrasonic cleaner (Branson Ultrasonics model B3510E-DTH), seperangkat alat difraksi sinar-X serbuk (XRD), spektrofotometer UV-Vis dengan konfigurasi diffuse reflectance spectroscopy (DRS) dan spektroskopi Raman.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium (IV) tetraisopropoksida (TTIP) (Sigma Aldrich), etanol *p.a* (Merck) akuademin dan akuades.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Suhu dan Waktu Kalsinasi

Fotokatalis TiO₂ disintesis menggunakan TTIP 10 mL dengan cara dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi pelarut etanol : akuademin dengan perbadingan volume (30 : 10 mL) dari total volume pelarut 40 mL, kemudian diaduk selama 30 menit dengan stirer pada suhu ruang untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran TTIP dengan pelarut disonikasi dengan ultrasonic cleaning bath selama 60 menit untuk membantu mempercepat reaksi hidrolisis yang dimungkinkan belum sempurna dan memperkecil ukuran partikel. Hasil sonikasi didiamkan selama 2 hari hingga terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh kemudian disaring dan dicuci dengan etanol, kemudian diuapkan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 2 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar agate selama 30 menit (untuk mendapatkan partikel yang lebih kecil dan seragam), kemudian ditekan membentuk pelet. Pelet kemudian dikalsinasi pada suhu kalsinasi 400 °C selama 2 jam. Tahapan sintesis di atas diulangi kembali dengan variasi suhu 500, 600 dan 700 °C selama 2 jam. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD serbuk, UV-Vis DRS dan spektroskopi Raman untuk mengetahui fasa struktur, energi celah pita dan modus vibrasi TiO₂ yang terbaik. Hasil sintesis pada suhu yang terbaik akan dilakukan sintesis kembali dengan variasi waktu kalsinasi 3, 4, 5, dan 6 jam untuk mengetahui karakterisasi partikel TiO₂ yang terbaik.

3.3.2 Karakterisasi TiO₂ dengan Difraksi Sinar-X Serbuk

Produk sintesis TiO₂ dikarakterisasi dengan menggunakan XRD serbuk pada rentang $2\theta(^{\circ})=10$ -90 dengan sumber radiasi monokromator Cu- K_{α} (λ =1,54060Å) pada 40 kV dan 30 mA, dan dengan kecepatan pemindahan 0.020° /detik. Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk yang sangat halus, kemudian ditempatkan pada preparat. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X. Difraktogram yang diperoleh berupa grafik hubungan antara sudut difraksi 2θ dan intensitas.

3.3.3 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita TiO₂ dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy*

Penentuan energi celah pita produk sintesis TiO₂, dihitung berdasarkan data yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan DRS. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada sampel *holder* kemudian diukur persentase reflektansinya. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

3.3.4 Karakterisasi TiO2 dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas TiO₂ anatas dan modus vibrasi TiO₂ rutil. Karakterisasi menggunakan sumber sinar laser hijau dengan panjang gelombang 532 nm. Pengukuran dilakukan pada rentang bilangan gelombang 50-1560 cm⁻¹.

3.4 Analisis Data

- 1. Untuk menentukan fasa dan struktur senyawa hasil sintesis maka dilakukan proses *refinement* terhadap pola difraksi yang diperoleh. Pola *refinement* dilakukan menggunakan metode Le-Bail dengan bantuan perangkat lunak *Rietica*. Analisis *refinement* dilakukan dengan cara memasukkan dua jenis data yakni data standar struktur TiO₂ dan intensitas difraksi sinar-X. Data standar struktur TiO₂ adalah data masukan model perhitungan yang diambil dari *Inorganics Crystal Structure Database* (ICSD) untuk TiO₂ anatas (No. 159910) dan TiO₂ rutil (No. 159915) sedangkan data intensitas berasal dari intensitas difraksi sinar-X produk hasil sintesis TiO₂.
- 2. Berdasarkan pola difraksi yang diperoleh dari XRD, ukuran rata-rata crystallite size TiO₂ dihitung bedasarkan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

$$D = \left(\frac{K \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}\right) \tag{3.1}$$

dengan D adalah crystallite size (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), dan β adalah integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian).

 Energi celah pita dihitung berdasarkan pendekatan persamaan Kubelka-Munk, yang ditunjukan pada persamaan 3.2.

$$F(R'\infty) = \frac{(1-R'\infty)^2}{2R\infty} = \frac{K}{s}$$
 (3.2)

dengan $F(R'\infty)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, s adalah konstanta hamburan, dan R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Perhitungan $F(R'\infty)$ dilakukan pada setiap sampel

dengan terlebih dulu mengubah persentase reflektansi (% R) yang diperoleh diubah menjadi reflektansi (R). Nilai energi celah pita didapat dari kemiringan grafik antara hv (sumbu x) dengan (F(R).hv) $^{1/2}$ (sumbu y) ketika sumbu y=0.

4. Analisa spektrum Raman dilakukan dengan membandingkan data yang diperoleh dengan data spektrum Raman TiO₂ anatas dan rutil yang telah dilaporkan oleh peneliti terdahulu. Kemudian dibandingkan tiap data yang diperoleh dan diamati pergeseran puncak-puncak modus vibrasi TiO₂ hasil sintesis. Jika terjadi pergeseran bilangan gelombang, maka mengindikasikan terjadi perubahan lokal struktur pada sampel TiO₂.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam Bab IV ini dibahas terkait (a) sintesis TiO₂ dengan menggunakan metode sonikasi, dan (b) karakterisasi hasil sintesis dengan menggunakan difraksi sinar-X serbuk (XRD), spektrofotometer UV-Vis dengan konfigurasi *diffuse* reflectance spectroscopy (DRS) dan spektroskopi Raman untuk mengetahu fasa, struktur, crystallite size, modus vibrasi dan energi celah pita material TiO₂ hasil sintesis.

4.1 Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Sonikasi

Fotokatalis TiO₂ disintesis dengan metode sonikasi (*ultrasonic cleaning bathv* =40 kHz) menggunakan prekursor titanium tetraisoproksida (TTIP). Proses sintesis TiO₂ dilakukan dengan melarutkan TTIP ke dalam pelarut (etanol : aquademin) yang berfungsi sebagai agen penghidrolis TTIP dan media perambatan gelombang ultrasonik dalam sonikator. Titanium dalam prekursor TTIP merupakan asam lewis yang kuat, sehingga adanya penambahan air yang merupakan nukleofil lemah akan menghidrolisis logam alkoksida titanium. Laju hidrolisis TTIP oleh air sangat cepat dan sulit dikontrol, sehingga mengakibatkan pembentukan inti kristal lebih cepat dari pada pertumbuhan kristal, yang akan menyebabkan bentuk kristal tidak beraturan dan amorf (Ghows, dkk., 2010). Untuk mengurangi laju hidrolisis TTIP oleh air, etanol terlebih dahulu dicampurkan dengan air, sehingga kristal yang didapat lebih teratur. Tahapan reaksi hidrolis yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.1 (a) (Nawaratna, dkk. 2012; Chasanah, 2017).

Campuran TTIP dan pelarut (etanol : aquademin) menghasilkan warna putih, yang kemudian disonikasi selama 60 menit dengan memanfaatkan efek kavitasi akustik. Selama proses kavitasi akustik akan terjadi bubble collapse (ketidak stabilan gelembung yang dihasilkan) mengakibatkan terjadinya peristiwa hotspot (pemanasan lokal) yang melibatkan energi (panas) sekitar 5000 K dengan tekanan sekitar 1000 atm (Suslick dan Prince, 1999), sehingga dapat membantu mendorong perubahan sifat fisika dan kimia dalam proses hidrolisis yang dimungkinkan belum sempurna. Hasil sonikasi TTIP yang telah terhidrolisis kemudian didiamkan selama 2 hari yang kemudian akan terkondensasi membentuk rantai Ti-O-Ti dan menghasilkan endapan berwarna putih. Tahapan reaksi kondensasi ditampilkan pada Gambar 4.1 (b) (Nawaratna, dkk. 2012; Chasanah, 2017).

$$H_3C$$
 H_3C
 H_3C

Gambar 4.1 (a) Reaksi hidrolisis oleh air dalam etanol, dan (b) reaksi kondensasi (Nawaratna, dkk. 2012; Chasanah, 2017).

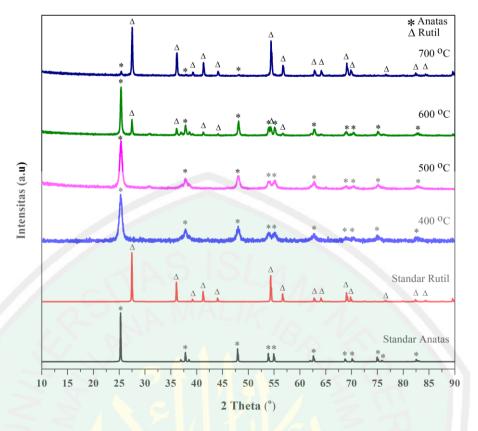
Reaksi lebih lanjut setelah dikalsinasi baik Ti(OH)₄ atau (OH)₃Ti-O-Ti(OH)₃ akan berubah menjadi TiO₂.

4.2 Karakterisasi Struktur Material TiO2 dengan Difraksi Sinar-X Serbuk

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui fasa, struktur dan *crystallite size* material TiO_2 hasil sintesis. Pengukuran XRD dilakukan pada rentang $2\theta(^\circ)$ =10-90 dengan sumber radiasi monokromator Cu- K_α (λ =1,54060Å) pada 30 kV dan 40 mA. Hasil pola difraktogram XRD yang didapat selanjutnya dibandingkan dengan standar *Inorganics Crystal Structure Database* (ICSD) Nomor 159910 untuk TiO_2 anatas dan Nomor 159915 untuk fasa rutil. Dalam sub bab ini dibahas pengaruh suhu kalsinasi dan lama kalsinasi terhadap fasa, struktur dan *crystallite size* TiO_2 .

4.2.1 Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan Crystallite Size TiO₂

Hasil karakterisasi pola difraktogram material TiO₂ dengan variasi suhu kalsinasi (400, 500, 600 dan 700 °C) ditampilkan pada Gambar 4.2. Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa pola difraksi TiO₂ yang dikalsinasi pada suhu 400-500 °C identik dengan pola difraksi standar ICSD anatas No. 159910. Hal ini menunjukkan bahwa kristal TiO₂ fasa anatas 100 % sudah terbentuk pada suhu kalsinasi 400-500 °C, dan tidak ada pengotor yang ditandai dengan tidak adanya puncak-puncak difraksi dari pengotor. Pada suhu 600 °C TiO₂ memiliki fasa campuran anatas dan rutil yang ditandai dengan kecocokan difraksi standar ICSD anatas No. 159910 dan standar ICSD rutil No. 159915.

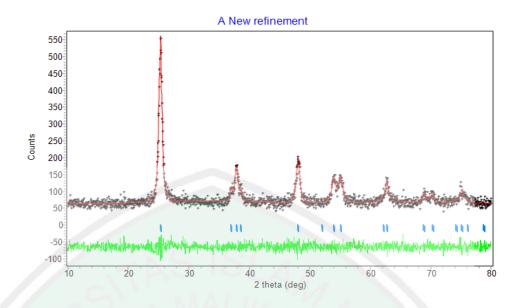


Gambar 4.2 Hasil difraktogram TiO2 dengan variasi suhu kalsinasi

Berdasakan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa, dengan adanya kenaikan suhu kalsinasi (400-600 °C) mengakibatkan fasa anatas yang diwakili dengan intensitas tertinggi pada sudut $2\theta(^{\circ})=25^{\circ}$ (dengan orientasi kristal bidang 101) mengalami kenaikan intensitas. Hal ini mengindikasikan bahwa derajat kristalinitas fasa anatas meningkat. Sedangkan pada suhu 700 °C intensitas fasa rutil mengalami kenaikan pada sudut $2\theta(^{\circ})=27^{\circ}$ (dengan orientasi bidang 110) yang mewakili intensitas tertinggi fasa rutil, dan intensitas fasa anatas telah mengalami penurunan. Pada suhu 700 °C persentase jumlah rutil yang terbentuk adalah sebesar 95,40 % dan persentase anatas sebesar 4,60 %, perhitungan persentase fasa ditampilkan dalam Lampiran 3.

Untuk mengetahui data kristalografi maka dilakukan proses *refinement* dengan perangkat lunak *rietica* menggunakan metode Le-Bail. Analisis *refinement* menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan perhitungan. Data standar struktur TiO₂ adalah data masukan model perhitungan yang diambil dari ICSD untuk TiO₂ anatas (No. 159910) yang memiliki grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel a = b = 3,7927(0) (Å), c = 9,5091(1) (Å), dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ dengan nilai unit asimetrik (Z)=4. Sedangkan data standar struktur TiO₂ rutil ICSD (No. 159915) yang memiliki grup ruang $P4_2/mnm$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel a = b = 4.5918 (1) (Å), c = 2.9588(0) (Å), dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ dengan nilai unit asimetrik (Z)=2.

Hasil yang diperoleh dari proses *refinement* memberikan informasi nilai Rp (faktor profil), Rwp (faktor profil terbobot), dan indeks *goodness-of-fit* (GoF) dilambangkan dengan χ^2 , yang menunjukkan kecocokan antara pola difraksi hasil kalkulasi (garis merah) dengan pola difraksi hasil pengukuran (garis '+' warna hitam) dimana titik-titik difraksi terjangkau oleh garis kalkulasi. Nilai parameter Rp (%) dan Rwp (%) yang diterima dalam proses *refinement* adalah kurang dari 20 % (Raharjo, 2011). Hasil proses *refinement* pada suhu kalsinasi 400 °C disajikan pada Gambar 4.3 dan variasi suhu lainnya pada Lampiran 7. Hasil analisa *refinement* ditampilkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.3 Hasil refinement difraktogram XRD TiO2 pada suhu kalsinasi 400 °C

Tabel 4.1 Parameter sel satuan TiO₂ dengan variasi suhu kalsinasi menggunakan metode Le-Bail

Parameter	TiO ₂ 400 °C	TiO ₂ 500 °C	TiO ₂	600 °C	TiO ₂	700 °C
	I4 ₁ /amd	I4 ₁ /amd	I4 ₁ /amd	$P4_2/mnm$	I4 ₁ /amd	$P4_2/mnm$
Grup ruang	(anatas)	(anatas)	(anatas)	(rutil)	(anatas)	(rutil)
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4	4	4	4	4	4
a b (Å)	3,7843(4)	3,7854(6)	3,7839(0)	4,5924(0)	3,7759(2)	4,5851(2)
c (Å)	9,4999(0)	9,5077(0)	9,5091(0)	2,9588(0)	9,375(2)	2,9546(1)
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
$V(\mathring{A}^3)$	136,05(2)	136,24(3)	136,1575(0)	62,4015(0)	133,66(3)	62,118(4)
<i>Rp</i> (%)	9,24	11,11	11	,54	12	,77
<i>Rwp</i> (%)	10,13	9,26	9,05		9,	42
$GoF(\chi^2)$	0,100	0,115	0,1136		0,8	305

Berdasarkan Tabel 4.1 hasil refinement terhadap semua pola difraksi sinar-X dapat diketahui bahwa kristal TiO_2 yang disintesis dengan variasi suhu kalsinasi pada penelitian ini memiliki grup ruang $I4_1/amd$ (fasa anatas) dan $P4_2/mnm$ (fasa rutil) dengan kisi kristal tetragonal dan satuan asimetrik (Z)=4. Hal ini mengindikasikan bahwa TiO₂ yang disintesis dengan variasi suhu kalsinasi (400, 500, 600 dan 700 °C) tidak berpengaruh terhadap struktur kristal dan grup ruang TiO₂. Nilai parameter kisi *a* dan *c* tidak mengalami perubahan yang signifikan dengan standar ICSD. Parameter kisi *a* mengalami kenaikan pada suhu kalsinasi 400-500 °C, dimana pada suhu ini telah terbentuk fasa anatas murni, namun pada suhu 600-700 °C parameter kisi *a* mengalami penurunan. Hal ini disebabkan pada suhu 600 °C mulai terjadi transformasi fasa anatas menjadi rutil. Sedangkan parameter kisi *c* mengalami kenaikan dengan meningkatnya suhu kalsinasi pada suhu 400-600°C, namun pada suhu 700 °C parameter kisi *c* mengalami penurunan, hal ini disebabkan pada suhu 700 °C fasa rutil telah mendominasi, dimana telah dilaporkan Linsebigler, dkk, (1995) bahwa para meter kisi *a* anatas lebih pendek dibandingkan fasa rutil dan parameter kisi *c* anatas lebih panjang dibandingka fasa rutil. Nilai parameter *Rp* dan *Rwp* yang diperoleh memiliki nilai kurang dari 20 %. Hal ini mengindikasikan derajat kecocokan TiO₂ hasil sintesis dengan standar TiO₂ cukup tinggi.

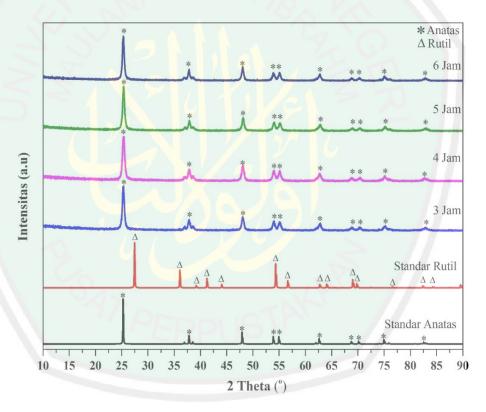
Pengaruh suhu sintesis terhadap *crystallite size* TiO₂ dikaji dengan menghitung *crystallite size* menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Perhitungan ditampilkan pada Lampiran 3 dan hasilnya ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Pengaruh suhu kalsinasi terhadap crystallite size TiO₂

Suhu	Dominan	<u>-</u>	Crystallite size(nm)		
kalsinasi (°C)	fasa	% Anatas	Anatas	Rutil	
400	Anatas	100	12,11	-	
500	Anatas	100	24,34	-	
600	Anatas	72,93	97,45	97,87	
700	Rutil	4,60	48,70	61,16	

Berdasarkan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa *crystallite size* TiO₂ fasa anatas mengalami kenaikan pada suhu 400-600 °C. Hal ini disebabkan partikel TiO₂ mengalami proses *sintering*. Semakin tinggi suhu kalsinasi, maka energi permukaan partikel akan mengalami kenaikan, sehingga partikel-partikel kecil TiO₂ tidak stabil karena energi permukaan semakin tinggi. Untuk menurunkan energi permukaan, partikel-partikel kecil TiO₂ akan bergabung dengan partikel-partikel kecil lain sehingga *crystallite size* semakin besar (Prasad, dkk., 2010).

4.2.2 Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Transformasi Fasa Struktur dan Crystallite Size TiO₂

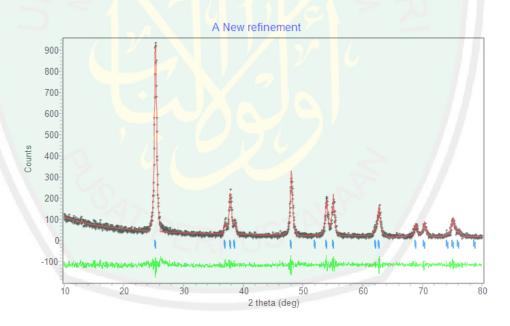


Gambar 4.4 Hasil difraktogram TiO₂ dengan variasi waktu kalsinasi

Hasil karakterisasi pola difraktogram material TiO₂ yang disintesis pada suhu kalsinasi 500 °C dengan variasi waktu kalsinasi 3, 4, 5, dan 6 jam ditampilkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan Gambar 4.4 memperlihatkan bahwa

pola difraksi TiO₂ yang dikalsinasi pada suhu 500 °C dengan variasi waktu kalsinasi identik dengan pola difraksi standar ICSD anatas (No. 159910) dan tidak ditemukannya fasa rutil. Hal ini menunjukkan bahwa pengaruh waktu kalsinasi (3, 4, 5 dan 6 jam) tidak mempengaruhi fasa struktur TiO₂. Seiring dengan naiknya waktu kalsinasi puncak difraksi semakin tajam, yang mengindikasikan bahwa derajat kristalinitas TiO₂ semakin tinggi.

Analisa lebih lanjut dari pola difraksi yang diperoleh, dilakukan proses *refinement* untuk menentukan fasa dan struktur senyawa atau data kristalografi hasil sintesis. Hasil proses *refinement* pada waktu kalsinasi 3 jam disajikan pada Gambar 4.5 dan variasi waktu lainya pada Lampiran 7. Parameter sel satuan yang dihasilkan dari proses *refinement* dirangkum pada Tabel 4.3.



Gambar 4.5 Hasil refinement difraktogram XRD TiO₂ pada suhu kalsinasi 400 °C

Tabel 4.3 Parameter sel satuan	TiO2 dengan	variasi	waktu	kalsinasi	menggunakan
metode Le-Bail					

Parameter	TiO ₂ 3 jam	TiO ₂ 4 jam	TiO ₂ 5 jam	TiO ₂ 6 jam
	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	<i>I</i> 4 ₁ / <i>amd</i>	$I4_1/amd$
Group ruang	(anatas)	(anatas)	(anatas)	(anatas)
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4	4	4	4
a b (Å)	3,7926(0)	3,7845(0)	3,7927(0)	3,7927(0)
c (Å)	9,5101(0)	9,4992(0)	9,526(1)	9,5064(9)
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
$V(A^3)$	136,79(0)	136,05(0)	137,03(2)	136,74(1)
Rp (%)	11,75	10,53	10,47	11,61
Rwp (%)	8,58	8,24	7,94	8,81
$GoF(\chi^2)$	0,1013	0,9302	0,9692	0,1320

Berdasarkan Tabel 4.3 hasil refinement terhadap pola difraksi sinar-X dapat diketahui bahwa semua kristal TiO₂ yang disintesis dengan variasi waktu kalsinasi pada penelitian ini memiliki grup ruang *I4*₁/amd (fasa anatas), dengan kisi kristal tetragonal dan satuan asimetrik (*Z*)=4. Hal ini mengindikasikan bahwa variasi waktu kalsianasi (3,4,5, dan 6 jam) tidak mempengaruhi fasa struktur kristal dan grup ruang TiO₂. Nilai parameter kisi *a* dan *c* tidak mengalami perubahan yang signifikan. Nilai parameter *Rp* dan *Rwp* yang diperoleh memiliki nilai kurang dari 20 %. Hal ini mengindikasikan derajat kecocokan TiO₂ hasil sintesis dengan standar TiO₂ sudah cukup tinggi.

Crystallite size TiO₂ hasil sintesis diperoleh dari perhitungan menggunakan persamaan Debye-Schererr (Lampiran 3). Crystallite size TiO₂ hasil sintesis diperlihatkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan bahwa crystallite size TiO₂ fasa anatas yang memiliki ukuran paling kecil terjadi pada waktu kalsinasi 4 jam sebesar 17, 39 nm.

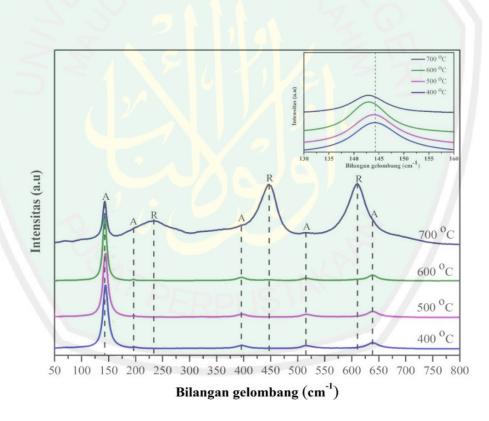
Waktu kalsinasi	Crystallite size (nm)
3 Jam	97,45
4 Jam	17,39
5 Jam	97,45
6 Jam	81,13

Tabel 4.4 Pengaruh waktu kalsinasi terhadap crystallite size TiO₂

4.3 Karakterisasi Struktur Material TiO2 dengan Spektroskopi Raman

4.3.1 Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Modus Vibrasi TiO2

Karakterisasi dengan spektroskopi Raman dilakukan untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap modus vibrasi TiO₂. Hasil karakterisasi dengan spektroskopi Raman ditampilkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Spektra Raman dengan variasi suhu kalsinasi (Gambar *inset* perbesaran puncak spektra pada bilangan gelombang 144 cm⁻¹)

Berdasarkan data spektra Raman yang ditampilkan pada Gambar 4.6, bahwa sampel produk hasil kalsinasi 400, 500, dan 600 °C menunjukkan spektra Raman khas dari anatas. Hal ini ditunjukkan dengan modus vibrasi khas anatas pada bilangan gelombang 144, 196, 396, 515, dan 637 cm⁻¹. Sampel pada suhu kalsinasi 700 °C menunjukkan spektra Raman khas dari TiO₂ fasa rutil yang ditunjukkan dengan modus vibrasi pada bilangan gelombang 233, 447, dan 611 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahwa pada suhu 700 °C sampel mengalami transformasi struktur dari anatas menjadi rutil. Modus vibrasi Raman dari sampel TiO₂ dirangkum pada Tabel 4.5. Pada Gambar *inset* perbesaran, seiring dengan naiknya suhu kalsinasi puncak spektra sedikit bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih rendah. Pergeseran ini menunjukkan bahwa pengaruh suhu kalsinasi dapat menyebabkan perubahan ikatan Ti-O yang mengalami perpanjangan sehingga energi ikatan yang dimiliki juga semakin kecil.

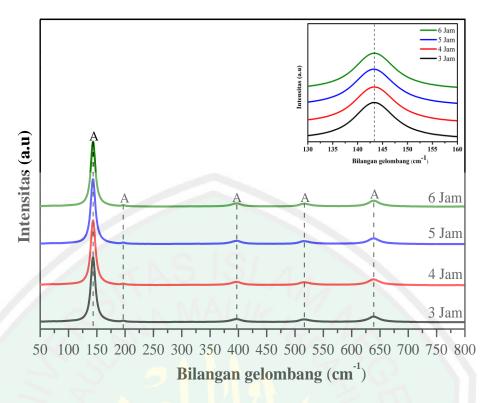
Tabel 4.5 Modus vibrasi TiO₂ dengan variasi suhu kalsinasi

No	Fasa	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Mode vibrasi	*Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	*Mode vibrasi
1	Anatas	144	E_{g}	144	E_{g}
		196	E_{g}	197	E_{g}
		396	B_{1g}	399	$\mathrm{B}_{1\mathrm{g}}$
		515	A_{1g}	515	A_{1g}
		637	E_{g}	639	E_{g}
2	Rutil	233		235	-
		447	E_{g}	447	E_{g}
		611	A_{1g}	611	A_{1g}

*Sumber: Beattie, dkk., (1968), Porto, dkk., (1967), dan Ohsaka, dkk., (1978)

4.3.2 Pengaruh Waktu Kalsinasi Terhadap Modus Vibrasi TiO2

Karakterisasi dengan spektroskopi Raman dilakukan untuk mengetahui pengaruh waktu kalsinasi terhadap modus vibrasi TiO₂. Hasil karakterisasi dengan spektroskopi Raman ditampilkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Spektra Raman dengan variasi waktu kalsinasi (Gambar *inset* perbesaran puncak spektra pada bilangan gelombang 144 cm⁻¹)

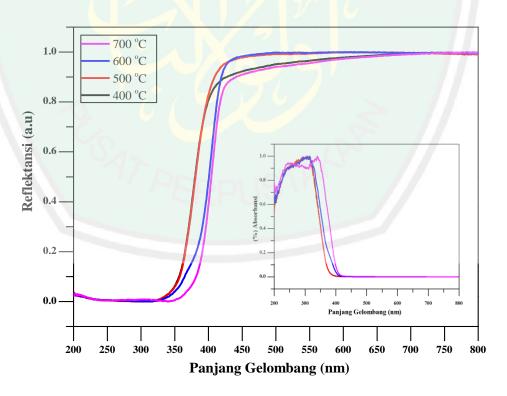
Berdasarkan data spektra Raman yang ditampilkan pada Gambar 4.7, bahwa semua sampel produk hasil kalsinasi dengan variasi waktu menunjukkan spektra Raman khas dari fasa anatas. Hal ini ditunjukkan dengan modus vibrasi khas anatas pada bilangan gelombang 144, 196, 397, 515, dan 638 cm⁻¹. Pada Gambar *inset* perbesaran, puncak spektra tidak mengalami pergeseran, hal ini mengindikasikan bahwa pengaruh waktu kalsinasi (3-6 jam) tidak menyebabkan perubahan panjang ikatan Ti-O secara signifikan. Modus vibrasi TiO₂ dengan variasi waktu kalsinasi dirangkum pada Tabel 4.6.

Fasa	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)	Mode vibrasi
Anatas	144	E_{g}
	196	E_{g}
	397	$\mathrm{B}_{1\mathrm{g}}$
	515	${\rm A_{1g}}$
	638	E_{α}

Tabel 4.6 Modus vibrasi TiO₂ dengan variasi suhu kalsinasi

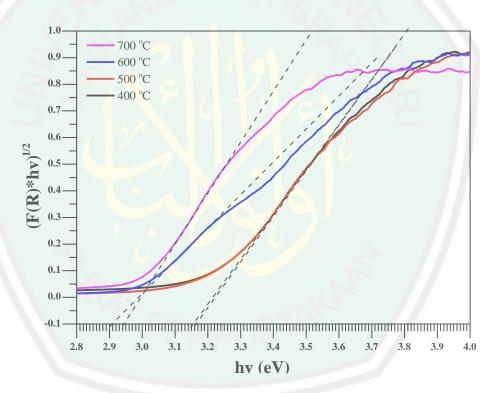
4.4 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita TiO₂ dengan Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)

Penentuan energi celah pita produk sintesis TiO₂, dihitung berdasarkan data persentase reflektansi (% R) yang diperoleh dari pengukuran dengan menggunakan DRS. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Persentase reflektansi yang diperoleh diubah terlebih dahulu menjadi reflektansi (R). Data pengukuran reflektansi ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Hubungan spektra UV-DRS antara reflektansi vs panjang gelombang (*inset*: nilai absorbansi (%) vs panjang gelombang)

Berdasarkan Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap nilai reflektansi baik pada daerah UV maupun sinar tampak. Nilai koefisien absorpsi (Gambar *inset*) menunjukkan bahwa material TiO₂ hasil sintesis mengalami sedikit pergeseran pada daerah UV, akan tetapi tidak terjadi perubahan yang signifikan. Pada daerah sinar tampak menunjukkan garis landai konstanta yang *overlap* pada semua variasi suhu di daerah sinar tampak (420-800 nm). Hal ini menjelaskan bahwa pengaruh suhu kalsinasi tidak memberikan perubahan nilai absorpsi yang signifikan pada material TiO₂.



Gambar 4.9 Hubungan $(F(R) \times hv)^{1/2} vs$ energi foton (hv)

Energi celah pita dihitung berdasarkan pendekatan persamaan Kubelka-Munk (persamaan 3.2). Nilai energi celah pita didapat dari kemiringan grafik antara hv (sumbu x) dengan $(F(R).hv)^{1/2}$ (sumbu y) ketika sumbu y=0, seperti yang

ditunjukkan pada Gambar 4.9. Penentuan energi celah pita dan serapan panjang gelombang secara rinci terdapat pada Lampiran 4 yang dirangkum dalam Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Energi celah pita dan daerah serapan sinar material TiO₂

Material	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO ₂ 400 °C	3,16	392
TiO ₂ 500 °C	3,15	393
TiO ₂ 600 °C	2,91	426
TiO ₂ 700 °C	2,94	421

Berdasarkan Gambar 4.9 dan Tabel 4.7 diketahui bahwa energi celah pita material TiO₂ semakin turun seiring dengan naiknya suhu kalsinasi. Perbedaan energi celah pita material TiO₂ tidak terlalu signifikan pada suhu kalsinasi 400-500 °C. Hal ini dikarenakan pada suhu kalsinasi 400-500 °C material TiO₂ merupakan fasa anatas murni. Sedangkan pada suhu 600-700 °C energi celah pita material TiO₂ memiliki perbedaan selisih 0,03 eV (2,91 dan 2,94 eV) dimana pada suhu 600-700 °C sudah adanya campuran fasa rutil. Choi (2006) melaporkan bahwa fasa rutil memiliki energi celah pita lebih rendah dibandingkan fasa anatas. Energi celah pita yang semakin kecil dapat meningkatkan aktifitas fotokatalis, hal ini dikarenakan energi yang dibutuhkan lebih kecil untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, akan tetapi secara umum fasa anatas dilaporkan memiliki efek fotokalitis yang lebih baik dibandingkan dengan fasa rutil. Hal ini dikarenakan luas permukaan tipe anatas lebih besar dari pada tipe rutil.

4.5 Sintesis dan Manfaat TiO2 dalam Perspektif Islam

Sebagai umat manusia, kita dianjurkan untuk selalu belajar dan mencari ilmu Allah SWT, baik ilmu agama maupun ilmu pengetahuan dengan tujuan utama untuk lebih mendekatkan diri kepada Allah SWT, dan menyadari akan keagungan-Nya dalam menciptakan alam semesta ini. Sebagai mana wahyu pertama adalah "Iqra" bismi Rabbik". Shihab (2007) menjelaskan kata "Iqra" bukan sekedar perintah membaca dalam pengertian yang sempit, melainkan juga mengandung makna "telitilah, dalamilah", karena dengan penelitian dan pendalaman itu manusia dapat meraih informasi, pengetahuan baru dan meraih sebanyak mungkin kebahagiaan. Usaha dalam mencari ilmu Allah SWT antara lain dengan melihat, memahami, meneliti dan berfikir akan semua ciptaan Allah SWT yang berada di langit, bumi maupun di antara keduannya, salah satunya dengan sintesis material TiO₂. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Shad ayat 29:

"Kitab (AL-Qur'an) yang kami turunkan kepadamu penuh berkah agar mereka menghayati ayat-ayatnya dan agar orang-orang yang berakal sehat mendapat pelajaran" (Q.S Shad: 29).

Hasil sintesis TiO₂ menunjukkan bahwa variasi suhu dan waktu kalsinasi berpengaruh terhadap karakter material TiO₂. TiO₂ memiliki *crysstalite size*, modus vibrasi, energi celah pita dan daerah serapan sinar yang beragam. Hal ini menandakan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran yang telah ditentukan, sebagaimana firman Allah SWT dalam surat al-Furqan ayat 2:

ٱلَّذِى لَهُ مُلْكُ ٱلسَّمَوَٰ تِ وَٱلْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي ٱلْذِي لَهُ وَلَمْ يَكُن لَهُ اللَّهُ اللَّهُ اللَّهُ اللَّهُ اللَّهُ اللَّهُ اللَّهُ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَّرَهُ لَ تَقْدِيرًا ﴿٢﴾

"Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya". (Q.S al-Furqan: 2).

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT telah menetapkan segala sesuatu sesuai dengan ukuran yang telah ditentukan. Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang telah ditetapkan terhadap segala sesuatu. Sedangkan kata *taqdiiron* adalah bentuk masdar dari kata *qaddara*. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah SWT serta keseimbangan yang dilakukanNya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaanNya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi yang sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2003). Selain menciptakan, Allah SWT juga menyempurnakan ciptaan-Nya sebagaimana firman Allah SWT dalam surat al-A'la:

"Sucikanlah nama Tuhanmu yang maha tinggi. Yang menciptakan, lalu menyempurnakan (penciptaan-Nya). Yang menentukan kadar (masing-masing) dan memberi petunjuk". (Q.S al-A'la: 1-3).

Ayat diatas merupakan salah satu penjelasan sekaligus argumentasi tentang kemahatinggian Allah SWT yang disinggung pada Ayat pertama. Allah SWT berfirman bahwa: Dia Yang Mahatinggi itu adalah Dia (Allah SWT) yang

menciptakan semua makhluk dan menyempurnakan ciptaan-Nya itu dan Dia (Allah SWT) tidak sekedar menciptakan dan menyempurnakan, tetapi juga yang menentukan kadar masing-masing serta memberi masing-masing petunjuk sehingga dapat melaksanakan fungsi dan peranan yang dituntut dari-Nya dalam rangka tujuan penciptaan-Nya (Shihab, 2003).

Manusia tidak mampu menentukan ukuran dan karakteristik suatu material sesuai dengan yang diinginkan. Namun manusia mampu mempelajari dan menghitung ukuran suatu material dengan berbagai metode yang sudah ditemukan sesuai dengan yang telah dipelajari. Karakteristik dari suatu material yang telah diketahui dapat dijadikan sebagai pembanding untuk menentukan dan menghitung suatu ukuran material yang baru. TiO₂ merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang mempunyai manfaat dan dapat diaplikasikan dalam berbagai hal, diantaranya untuk degradasi senyawa polutan, pemurnian air, produksi energi hidrogen, sel-surya, kaca helm untuk kabut, pewarna, sensor, alat optik, kosmetik dan komposit logam (Rahman, dkk. 2014).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari data XRD menunjukkan bahwa transformasi anatas menjadi rutil terjadi pada suhu 600 °C, dan pada suhu 700 °C fasa rutil telah mendominasi. Hal ini juga didukung oleh data spektra Raman di mana pada suhu 600 dan 700 °C ditemukan modus vibrasi khas rutil. Dari pengukuran DRS diketahui bahwa energi celah pita semakin menurun dengan naiknya suhu kalsinasi. Fasa sampel TiO₂ yang disintesis pada suhu 500 °C dengan berbagai variasi waktu adalah anatas.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai uji aktifitas fotokatalis TiO₂ pada variasi suhu (400, 500, 600 dan 700 °C) dan waktu kalsinasi (3, 4, 5, dan 6 jam) untuk mengetahui aktivitas TiO₂ yang optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2010. Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah. Jakarta: Dian Rakyat.
- Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta: Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Ahonen, Petri. 2001. Aerosol Production and Crystallization of Titanium Dioxide from Metal Alkoxide Droplets. *Dissertation*. Finland: Helsinki University of Technology.
- Awati, P.S., Awate, S.V., Shah, P.P., dan Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Bnanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications*, 4 (8): 393–400.
- Castellote, M., dan Bengtsson, N., Ohama, N.Y. dan Gemert, D.V. 2011. Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Materials. Boca Roton: CRC Press. ISBN 9789400712966.
- Chasanah, Siti N. 2017. Sintesis Dan Karakterisasi TiO₂-Vanadium (0,3%) Diembankan Pada Zeolit Alam Teraktivasi Menggunakan Metode Sonikasi Dengan Variasi Komposisi Tio₂-V : Zeolit. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chen, Y.F., Lee, C.Y., Yeng, M.Y., dan Chiu, H. 2003. The effect of calcination temperature on the crystallinity of TiO₂ nanopowders. *Journal of Crystal Growth*, 247 (3-4): 363–370.
- Choi, W. 2006. Pure and modified TiO₂ photocatalysts and their environmental Applications. *Catalysis Surveys from Asia*, 10 (1): 16-28.
- Desela, Tania. 2010. Pengembangan C-TiO₂ Nanotube Arrays Untuk Produk Hidrogen dan Listrik dari Larutan Gliserol. *Skripsi*. Depok: Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Effendy. 2016. *Perspektif Baru Ikatan Ionik*. Edisi 3. Malang: Bayumedia Publishing dan Indonesian Academic Publishing.
- Fatimah, I., Sugihartob, E., Wijaya, K., Tahir, I., dan Kamalia. 2006. Titanium Oxide Dispersed on Natural Zeolite (Tio2/Zeolite) and Its Application for Congo Red Photodegradation. *Indonesia Journal Chemical*, 6 (1): 38–42.

- Gunlazuardi, J. 2001. Fotokatalis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya. *Seminar Nasional Kimia Fisika I Universitas Indonesia Jakarta*.
- Hasan, M.D., dan Miah, M. 2014. Impacts of Textile Dyeing Industries Effluents on Surface Water Quality: A Study on Araihazar Thana in Narayanganj District of Bangladesh. *Journal of Environment and Human*, 1 (3): 8-22.
- Hielscher, T. 2005. Ultrasonic Production of Nano-Size Dispersions and Emulsions. *Dans European Nano Systems Worshop*, http://www.hielscher.com/ultrasonics/nano_00.htm.
- Hoffmann, M.R., Martin, S.T., Choi, W., dan Bahnemannt, D.W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 95 (1): 69-96.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Kementrian Perindustrian Republik Indonesia. 2016. (http://www. Kemenperin.go.id/artikel/) diakses pada tanggal 25 Agustus 2016.
- Lestari, D., Sunarto, W., dan Susatyo, E.B. 2012. Preparasi Nanokomposit ZnO/TiO₂ Dengan Sonokimia Serta Uji Aktivitasnya Untuk Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 1 (1): 7-12.
- Lestari, D.N. 2009. Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). *Skripsi*. Depok: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysts on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*, 95 (3): 735-758.
- Maulina, Desi. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Nakata, K., dan Fujishima, A. 2012. TiO₂ photocatalysis: Design and applications. Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews 13 (3): 169–189.
- Nawaratna, G., Lacey, R., and Fernando, S. D. (2012). Effect of hydrocarbon tail-groups of transition metal alkoxide based amphiphilic catalysts on transesterification. *Catalysis Science and Technology*, 2: 364–372.

- Ningsih, Sherly K. W. 2016. Sintesis Anorganik. Karya Ilmiah, Teori dan Terapan. Padang: UNP Press. ISBN: 978-602-1178-14-0.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Mhetylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Pertanian Bogor.
- Perez, I.H., dkk. 2012. Ultrasonic Synthesis: Structural, Optical and Electrical Correlation of TiO₂ Nanoparticles. *International Journal of Electrochemical Science*, 7: 8832–8847.
- Pinjari, D.V., Prasad, K., Gogate, P.R., Mhaske, S.T., dan Pandit, A.B. 2015. Synthesis of Titanium Dioxide By Ultrasound Assisted Sol-Gel Technique: Effect of Calcination and Sonication Time. *Ultrasonics Sonochemistry*, 23: 185–191.
- Pratama, Hendra, H. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Suspensi Nanopartikel TiO₂ Berbasis Medium Air. *Tesis*. Depok: Program Studi Magister Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Prasad, K., Pinjari, D.V., Pandit, A.B dan Mhaske, S.T. 2010. Phase Transformation of Nanostructured Titanium Dioxide From Anatase to Rutile Via Combined Ultrasound Assisted Sol-Gel Technique. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17 (2): 409–415.
- Rahman, T., Fadhlulloh, M.A., Nandiyanto, A.B., dan Mudzakir, A. 2014. Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*, 5 (1): 15-29.
- Rahmawati, Zakiyah. 2010. Deposisi Lapisan Tipis Titanium Dioxide (TiO₂) Di Atas Substrat Gelas Dengan Metode Spray-Coating Untuk Aplikasi Penjernihan Air Polder Tawang. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Semarang Universitas Diponegoro.
- Rohman, Aunur. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Santos, J.G., Ogasawara, T., dan Correa, R.A. 2009. Synthesis of Mesoporous Titania In Rutile Phase With Pore- Stable. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 26 (3): 555 561.

- Sasti, H.T. 2011. Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori. *Skripsi*. Depok: Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur"an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M.Q. 2007. Secercah Cahaya Ilahi: Hidup Bersama Al-Qur"an. Bandung: Penerbit Mizan.
- Sonochemistry centre. 2017. Introduction to Sonochemistry (www.sonochemistry.info/introdution.htm) diakses pada tanggal 20 Januari 2017.
- Stride, J.A., dan Tuong, N.T. 2010. Controlled Synthesis of Titanium dioxide nanostructures. *Solid State Phenomena*, 162: 261-294.
- Suslick, K.S. dan Price, G.J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science*, 29: 295–326.
- Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ Sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, 5 (2): 81-91.
- Wang, J., Li, S., Yan, W., dan Tse, S., dan Yao, Q. 2010. Synthesis of TiO₂ nanoparticles by premixed stagnation swirl flames. *Proceedings of the Combustion Institute*, 3 (2):1925-1932.
- Wiguna, E.N. 2011. Rekayasa Film TiO₂ Super Hidrofilik Untuk Kaca Helm Anti Kabut. *Skripsi*. Depok: Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

Etanol 30 mL: Aquademin 10 mL (Pelarut)

Dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL

Ditambahkan TTIP 10 mL secara drop wise

Distirer selama 30 menit pada suhu ruang

Disonikasi selama 1 jam

Didiamkan selama 2 hari

Disaring padatan TiO₂

Dioven pada suhu 105 °C selama 2 jam

Digerus dengan mortar agate selama 1 jam

Ditekan membentuk pelet

Dikalsinasi selama 2 jam dengan variasi suhu 400, 500, 600, dan 700 °C

Digerus dengan mortar agate selama 30

menit

Dikarakterisasi dengan XRD, UV-DRS dan

spektroskopi Raman

Hasil

❖ Hasil karakterisasi sintesis TiO₂ anatas pada suhu terbaik, akan dilakukan sintesis kembali dengan variaisi waktu kalsinansi 3, 4, 5, dan 6 jam.

Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material

L.2.1 Menghitung Mol TTIP

Diketahui:

Volume TTIP = 10 cm^3

Mr TTIP = 284,229 g/mol ρ = $0,967 \text{ g/cm}^3$

Massa TTIP =
$$v \times \rho$$

= 10 cm³ × 0,967 g/cm³
= 9,67 g × $\frac{97 \%}{100 \%}$
= 9,3799 gram

$$n = \frac{M}{Mr}$$

$$n TTIP = \frac{9,3799 \text{ g}}{284,229 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,0330 \text{ mol}$$

L.2.2 Menghitung Mol Etanol

Diketahui:

Volume etanol= 30 cm^3 Mr etanol = 46 g/mol ρ = 0.7893 g/cm^3

Massa etanol =
$$\mathbf{v} \times \mathbf{\rho}$$

= 30 cm³ × 0,7893g/cm³
= 23,679 gram

$$n = \frac{m}{Mr}$$

$$n \text{ etanol} = \frac{23,679 \text{ gr}}{46 \text{ gr/mol}}$$

$$= 0,5147 \text{ mol}$$

L.2.3 Menghitung Mol Air

Diketahui:

Volume air $= 10 \text{ cm}^3$ Mr air = 18 g/mol ρ $= 1 \text{ g/cm}^3$

Massa air
$$= \mathbf{v} \times \mathbf{\rho}$$

= $10 \text{ cm}^3 \times 1 \text{ g/cm}^3$
= 10 gram

$$n = \frac{m}{Mr}$$

$$n \text{ air} = \frac{10 \text{ gr}}{18 \text{ gr/mol}}$$

$$= 0,5555 \text{ mol}$$

L.2.4 Menghitung Rasio Mol TTIP, Etanol dan Air

Tabel L.2.4 Rasio mol TTIP: etanol: air

Mol TTIP	Mol Etanol	Mol Air
0,0330	0,5147	0,5147
0,0330	0,0330	0,0330
= 1	= 15,5969	= 16,8333



Lampiran 3. Contoh Perhitungan *Crystallite Size* TiO₂ dan Persentase Fasa L.3.1 *Crystallite Size*

Perhitungan *crystallite size* menggunakan persamaan Debye-Scherrer seperti yang di persamaan 3.1:

$$D = \left(\frac{K \lambda}{\beta . \cos \theta}\right)$$

dengan D adalah crystallite size (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), dan β adalah integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian).

Contoh perhitungan *crystallite size* TiO₂ yang disintesis pada suhu 400 °C sebagai berikut:

$$\lambda$$
 (K α) = 1,54060 Å = 0,154060 nm
 2θ (°) = 25,3358
 θ = 12,6679
 $\cos \theta$ = 0,9756
 β (FWHM) = $\frac{0.6726}{180} \chi$ 3,14 = 0,0117
 D = $\frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0.0117 \times 0,9756}$ = 12,11 nm

Untuk perhitungan *crystallite size* pada variasi suhu dan waktu kalsinasi yang lain, langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂ 400° C. Hasil *crystallite size* dirangkum pada tabel dibawah ini:

Tabel L.3.1 Hasil crystallite size TiO₂ variasi suhu

Suhu kalsinasi (°C)	Crystallite size (nm)		
Sullu Kaisillasi (C)	Anatas	Rutil	
TiO ₂ -400	12,11	-//	
TiO ₂ -500	24,34		
TiO ₂ -600	97,45	97,87	
TiO ₂ -700	48,70	61,16	

Tabel L.3.2 Hasil crystallite size TiO2 variasi waktu

Waktu kalsinasi	Crystallite size (nm)
waktu kaisiiiasi	Anatas
3 Jam	97,45
4 Jam	17,39
5 Jam	97,45
6 Jam	81,13

L.3.2 Persentase Fasa TiO₂

Persamaan L.3.2 % Rutil =
$$\frac{1}{1+0.8\left[\frac{I_A}{I_R}\right]}$$

Dimana I_A adalah intensitas tertinggi fasa anatas (bidang 101), I_B adalah intensitas tertinggi fasa rutil (bidang 110), 1 dan 0,8 adalah konstanta.

1. TiO₂-600 °C

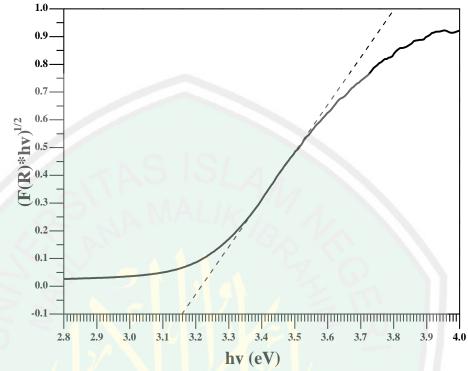
% Rutil =
$$\frac{1}{1+0.8\left[\frac{1122,24}{333,40}\right]}$$
 = 27,07

2. TiO2-700 °C

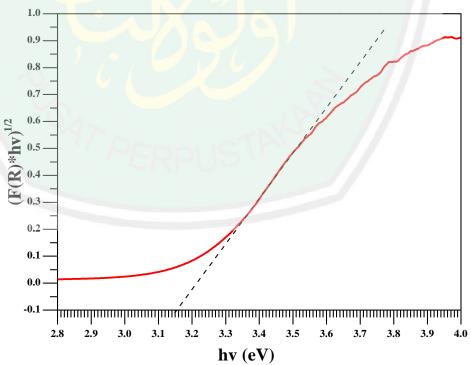
% Rutil =
$$\frac{1}{1+0.8\left[\frac{59,65}{990,16}\right]}$$
 = 95,40

Lampiran 4. Penentuan Energi Celah Pita dan Serapan Panjang Gelombang (λ) Variasi Suhu Kalsinasi

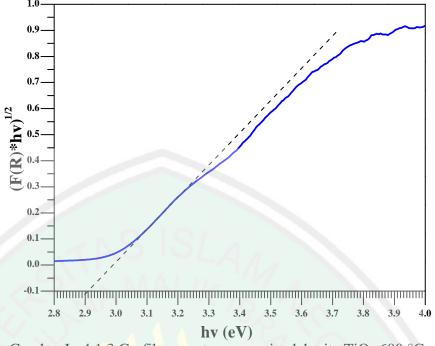
L.4.1 Hubungan Kubelka-Munk dengan Energi Celah pita



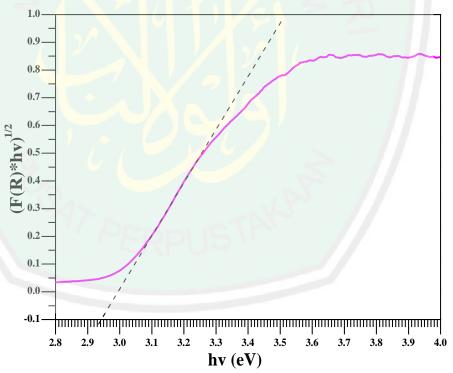
Gambar L. 4.1.1 Grafik penentuan energi celah pita TiO₂ 400 °C



Gambar L. 4.1.2 Grafik penentuan energi celah pita TiO₂ 500 °C



Gambar L. 4.1.3 Grafik penentuan energi celah pita TiO₂ 600 °C



Gambar L. 4.1.4 Grafik penentuan energi celah pita TiO₂ 700 °C

L.4.2 Contoh Perhitungan Serapan Panjang Gelombang TiO₂

Diketahui:

E =
$$\frac{h.c}{\lambda}$$

Dengan $h = 6,624 \times 10^{-34} \text{ J.s yang setara dengan} = 4,135 \times 10^{-15} \text{ eV}$
 $c = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$
E = energi celah pita (eV)

Ditanya λ (panjang gelombang)?

Dijawab
$$\lambda = \frac{h.c}{E}$$

Contoh perhitungan serapan panjang gelombang TiO₂ yang dikalsinasi pada suhu 400 °C, sebagai berikut:

E = 3,16 eV

$$\lambda = \frac{4,135 \times 10^{-15} \text{ eV.s } \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{3,16 \text{ eV}}$$

$$\lambda = 3,92 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$\lambda = 392 \text{ nm}$$

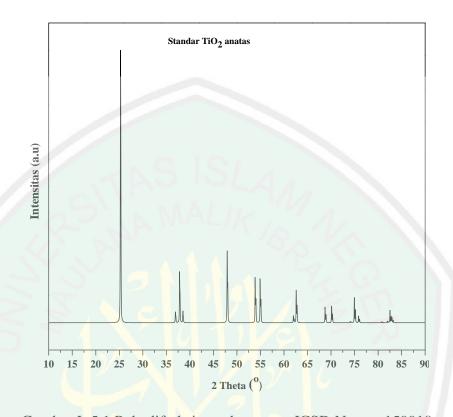
Untuk perhitungan serapan panjang gelombang pada variasi suhu yang lain langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂ 400° C. Hasil energi celah pita dan panjang gelombang dirangkum pada Tabel L.4.2.

Tabel L.4.2 Energi celah pita dan daerah serapan sinar material TiO₂

Material	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO ₂ 400 °C	3,16	392
TiO ₂ 500 °C	3,15	393
TiO ₂ 600 °C	2,91	426
TiO ₂ 700 °C	2,94	421

Lampiran 5. Standar *Inorganics Crystal Structure Database* (ICSD) Anatas dan Rutil

L.5.1 Standar ICSD Anatas Nomor 159910



Gambar L.5.1 Pola difraksi standar anatas ICSD Nomor 159910

Data for : ICSD #159910
Coll Code : 159910
Rec Date : 2008/08/01
Chem Name : Titanium Oxide

Structured : Ti O_2 Sum : O_2 Ti1 ANX : AX2 D(calc) : 3.88

Title : Study on phase relations, crystal structure and magnetic

properties of Ti1-x Crx O2+d system

Author(s) : Li Jian; Song Gongbao; Wang Meili; Zhang Baoshu

Reference : Wu Li Hsueh Pao (= Acta Physica Sinica)

(2007), 56(6), 3379-3387

Unit Cell : 3.7927(0) 3.7927(0) 9.5091(1) 90. 90. 90.

Vol : 136.78 Z : 4

Space Group: I 41/a m d Z

SG Number : 141

Cryst Sys : tetragonal

Pearson : tI12 Wyckoff : e a R Value : 0.1836

Red Cell : I 3.792 3.792 5.458 110.328 110.328 89.999 68.392

Trans Red : 1.000 0.000 0.000 / 0.000 -1.000 0.000 / -0.500 0.500 -0.500

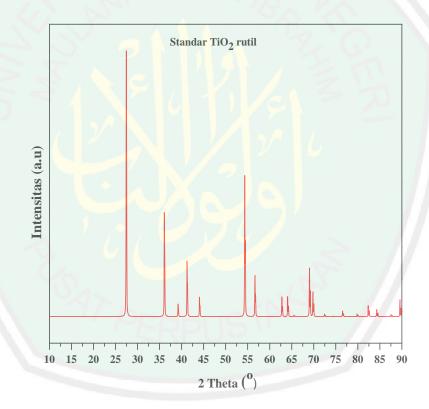
Comments : Rietveld profile refinement applied

Structure type: TiO_2 (tI12) X-ray diffraction (powder)

Atom # OX SITE x y z SOF H

Ti 1 +4 4 a 0. 0.750 0.125 1. 0 O 1 -2 8 e 0. 0.250 0.0821(1) 1. 0

L.5.2 Standar ICDS Rutil Nomor 159915



Gambar L.5.2 Pola difraksi standar rutil ICSD Nomor 159915

Data for : ICSD #159915

CopyRight : ©2008 by Fachinformationszentrum Karlsruhe, and the U.S.

Secretary of Commerce on behalf of the United States. All rights

reserved.

Coll Code : 159915 Rec Date : 2008/08/01 Chem Name : Titanium Oxide

 $\begin{array}{lll} \text{Structured} & : \text{Ti } \text{O}_2 \\ \text{Sum} & : \text{O}_2 \text{ Ti I} \\ \text{ANX} & : \text{AX2} \\ \text{D(calc)} & : 4.25 \end{array}$

Title : Study on phase relations, crystal structure and magnetic properties

of Ti1-x Crx O2+d system

Author(s) : Li Jian; Song Gongbao; Wang Meili; Zhang Baoshu

Reference : Wu Li Hsueh Pao (= Acta Physica Sinica) (2007), 56(6), 3379-

3387

Unit Cell : 4.5918(1) 4.5918(1) 2.9588(0) 90. 90. 90.

Vol : 62.39 Z : 2

Space Group: P 42/m n m

SG Number : 136

Cryst Sys : tetragonal

Pearson : tP6 Wyckoff : f a R Value : 0.193

Red Cell : P 2.958 4.591 4.591 90 90 90 62.385

Trans Red : 0.000 0.000 1.000 / 1.000 0.000 0.000 / 0.000 1.000 0.000

Comments : Rietveld profile refinement applied

Structure type : TiO2(tP6) X-ray diffraction (powder)

SOF Н Atom # OX SITE X y Z 0. Ti 1 + 40. 0. 1. 0 2 a 0 1 -2 4 f 0.3050(0)0.3050(0)0. 0 1.

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

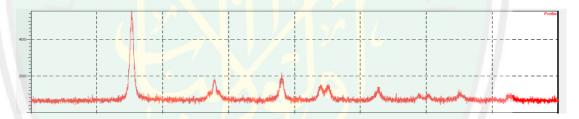
XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya dengan spesifik :

Diffractometer Type : XPert MPD

Diffractometer Number : 1 Anode Material : Cu K-Alpha1 [Å] : 1.54060 K-Alpha2 [Å] : 1.54443 K-Beta [Å] : 1.39225 K-A2 / K-A1 Ratio : 0.50000 Generator Settings : 30 mA, 40 kV Start Position [°2Th.] : 10.0084 End Position [°2Th.] : 89.9764 Step Size [°2Th.] : 0.0170 Scan Step Time [s] : 10.1500

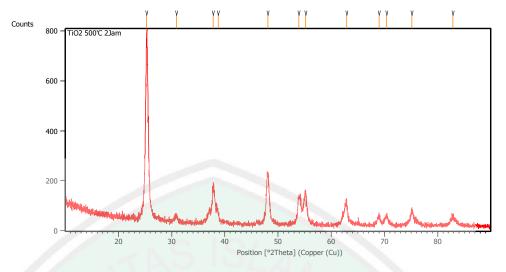
Strongest 3 peaks

L.6.1 Hasil Karakterisasi XRD TiO2 Variasi Suhu Kalsinasi



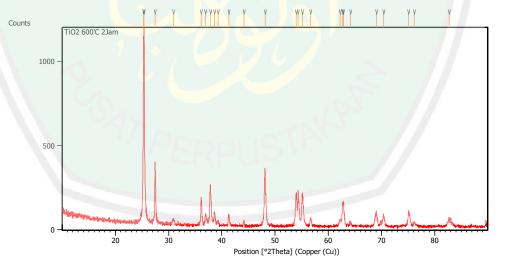
Gambar L.6.1.1 Pola difraksi sampel TiO₂ 400 °C

no.	peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
	no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
1	2	25.3358	3.51255	100	0.67260	296	10769	
2	6	48.0242	1.89296	27	0.73000	80	3743	
3	4	37.8712	2.37377	23	0.58170	69	2086	
# Pea	k Data .	List						
	peak	2Theta	d	I/I1	FWHM	Intensity	Integrated Int	
	no.	(deg)	(A)		(deg)	(Counts)	(Counts)	
	1	24.5719	3.61999	8	0.38000	23	950	
	2	25.3358	3.51255	100	0.67260	296	10769	
	3	37.07 <i>6</i> 1	2.42283	7	0.62660	20	740	
	4	37.8712	2.37377	23	0.58170	69	2086	
	5	38.8147	2.31821	4	0.44000	13	<i>5</i> 73	
	6	48.0242	1.89296	27	0.73000	80	3743	
	7	53.9640	1.69778	17	0.80500	49	2089	
	8	55.0001	1.66822	16	0.90000	48	2221	
	9	62.6834	1.48095	14	0.68000	40	1862	
	10	68.8416	1.36272	6	0.68000	17	<i>6</i> 73	



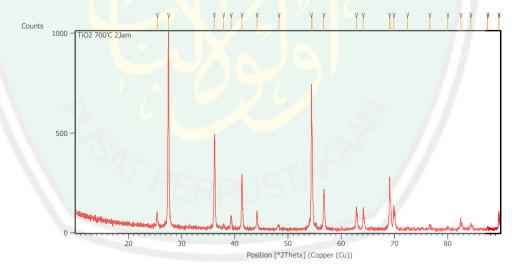
Gambar L.6.1.2 Pola difraksi sampel TiO₂ 500 °C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3234	726.10	0.3346	3.51715	100.00
30.9155	28.26	0.4684	2.89252	3.89
37.8231	135.59	0.4015	2.37864	18.67
38.7461	38.49	0.3346	2.32408	5.30
48.1220	196.43	0.2007	1.89090	27.05
53.9404	111.45	0.3011	1.69987	15.35
55.2030	121.66	0.4684	1.66394	16.76
62.8962	83.24	0.4684	1.47767	11.46
69.0257	34.02	0.4684	1.36066	4.68
70.4298	37.06	0.4015	1.33694	5.10
75.1805	51.36	0.4684	1.26381	7.07
82.8335	32.43	0.8029	1.16538	4.47



Gambar L.6.1.3 Pola difraksi sampel TiO₂ 600 °C

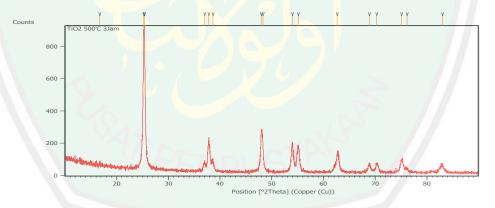
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2966	1052.74	0.1020	3.51790	93.81
25.3924	1122.24	0.0836	3.50774	100.00
27.4562	333.40	0.0836	3.24859	29.71
30.9300	26.68	0.3346	2.89120	2.38
36.0971	151.98	0.0669	2.48831	13.54
36.9378	61.84	0.1004	2.43359	5.51
37.8556	241.08	0.1506	2.37667	21.48
38.6512	75.32	0.1673	2.32957	6.71
39.3134	23.81	0.2676	2.29184	2.12
41.3219	68.62	0.2007	2.18497	6.11
44.1876	26.64	0.2342	2.04969	2.37
48.1550	310.87	0.1004	1.88968	27.70
54.0090	192.39	0.2342	1.69787	17. 14
54.3453	212.69	0.0612	1.68676	18.95
55.0937	174.53	0.2342	1.66699	15.55
56.7049	48.60	0.2676	1.62339	4.33
62.1986	36.44	0.2676	1.49255	3.25
62.6864	130.05	0.1632	1.48088	11.59
62.8642	140.31	0.1338	1.47834	12.50
64.2168	18.50	0.3346	1.45043	1.65
69.0314	87.07	0.1338	1.36056	7.76
70.3918	64.18	0.3346	1.33756	5.72
75.0472	82.36	0.1673	1.26572	7.34
76.1649	25.28	0.2676	1.24991	2.25
82.7116	43.22	0.2007	1.16679	3.85



Gambar L.6.1.4 Pola difraksi sampel TiO $_2\,700\,^\circ C$

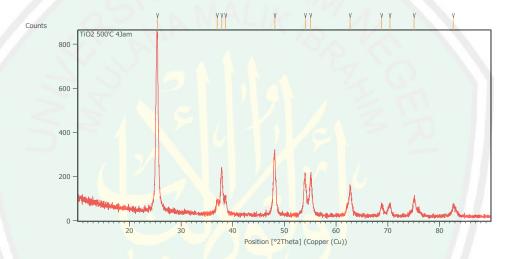
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4083	59.65	0.1673	3.50559	6.02
27.5305	990.16	0.1338	3.23999	100.00
36.1184	388.67	0.1506	2.48690	39.25
37.8855	16.56	0.3346	2.37487	1.67
39.3162	59.22	0.2007	2.29168	5.98
41.3069	262.11	0.0669	2.18573	26.47
44.1555	87.02	0.2007	2.05110	8.79
48.2861	14.64	0.2342	1.88486	1.48
54.4070	720.12	0.1020	1.68500	72.73
54.5677	453.80	0.0816	1.68459	45.83
56.6979	197.70	0.1428	1.62223	19.97
62.8164	94.00	0.1632	1.47813	9.49
64.1279	94.57	0.1632	1.45102	9.55
69.0865	262.17	0.1224	1.35849	26.48
69.3104	128.83	0.1224	1.35801	13.01
69.8636	117.94	0.1020	1.34526	11.91
72.4526	8.10	0.4080	1.30344	0.82
76.6388	25.31	0.1632	1.24233	2.56
80.0431	7.80	0.4896	1.19784	0.79
82.4362	55.17	0.1632	1.16902	5.57
82.6900	33.13	0.1224	1.16897	3.35
84.3216	29.80	0.2040	1.14762	3.01
87.5207	10.45	0.2448	1.11372	1.06
89.6080	83.46	0.0816	1.09311	8.43

L.6.2 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ Variasi Waktu Kalsinasi



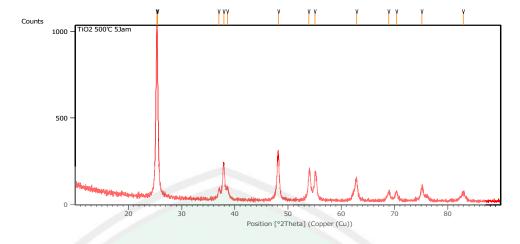
Gambar L.6.2.1 Pola difraksi sampel TiO₂ 3 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.7329	4.90	0.2342	5.29839	0.57
25.2205	796.13	0.0836	3.53126	92.53
25.3707	860.40	0.0836	3.51069	100.00
36.9731	57.22	0.2676	2.43135	6.65
37.8175	200.37	0.1338	2.37898	23.29
38.5976	63.68	0.2676	2.33268	7.40
47.9806	240.08	0.2342	1.89614	27.90
48.2624	184.72	0.2007	1.88573	21.47
53.9985	166.53	0.2342	1.69818	19.35
55.1473	153.02	0.4015	1.66549	17 .79
62.6629	105.18	0.2342	1.48260	12.22
68.8450	52.52	0.4684	1.36379	6.10
70.2898	50.88	0.5353	1.33925	5.91
75.0993	71.35	0.4684	1.26497	8.29
76.1612	22.08	0.4015	1.24996	2.57
83.0272	45.24	0.4015	1.16316	5.26



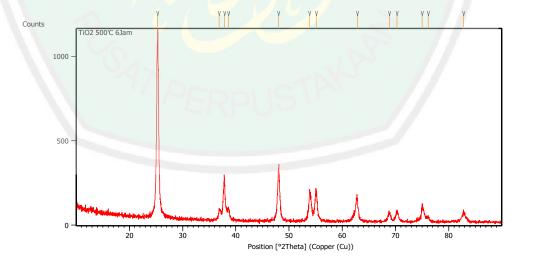
Gambar L.6.2.2 Pola difraksi sampel TiO₂ 4 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4475	771.24	0.4684	3.50027	100.00
36.9727	55.68	0.3346	2.43137	7.22
37.8450	205.15	0.3011	2.37731	26.60
38.6193	72.22	0.3346	2.33142	9.36
48.1397	277.68	0.1338	1.89024	36.00
54.0210	183.83	0.1338	1.69752	23.84
55.0809	166.31	0.2676	1.66734	21.56
62.7335	118.49	0.2342	1.48111	15.36
68.7856	48.64	0.5353	1.36482	6.31
70.4281	50.42	0.6691	1.33696	6.54
75.0968	73.08	0.4684	1.26501	9.48
82.6445	45.44	0.4015	1.16757	5.89



Gambar L.6.2.3 Pola difraksi sampel TiO₂ 5 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3577	981.82	0.0836	3.51247	100.00
25.5130	688.08	0.1171	3.49143	70.08
37.0208	54.76	0.3346	2.42833	5.58
37.9519	202.19	0.1171	2.37086	20.59
38.6417	67.52	0.3346	2.33012	6.88
48.2463	241.14	0.3011	1.88632	24.56
53.9117	147.61	0.2342	1.70071	15.03
55.0484	148.84	0.1338	1.66825	15.16
62.9010	109.89	0.2007	1.47756	11.19
68.9220	49.49	0.4015	1.36245	5.04
70.3949	52.54	0.4015	1.33751	5.35
75.1595	69.18	0.4684	1.26411	7.05
82.9327	39.98	0.6691	1.16424	4.07



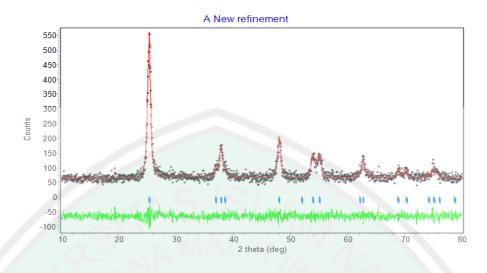
Gambar L.6.2.4 Pola difraksi sampel TiO₂ 6 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3239	1104.48	0.1004	3.51708	100.00
36.8973	60.04	0.3346	2.43617	5.44
37.8490	257.85	0.2676	2.37707	23.35
38.6067	71.63	0.2342	2.33215	6.49
48.0341	304.95	0.3680	1.89415	27.61
53.8673	188.18	0.1673	1.70200	17.04
55.1112	186.22	0.1171	1.66650	16.86
62.8214	126.12	0.2007	1.47925	11.42
68.8445	54.99	0.4684	1.36380	4.98
70.2512	54.72	0.5353	1.33990	4.95
75.0080	79.27	0.4684	1.26629	7.18
76.1459	27.40	0.4015	1.25017	2.48
82.8099	52.24	0.5353	1.16565	4.73



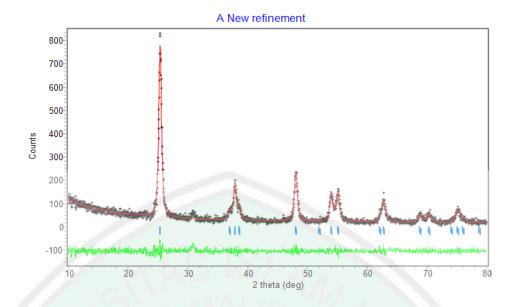
Lampiran 7. Hasil Refinement

L.7.1 Hasil Refinement TiO₂ Variasi Suhu Kalsinasi



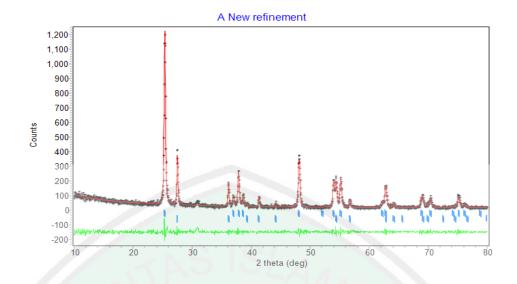
Gambar L.7.1.1 Hasil refinement sampel TiO2 pada suhu kalsinasi 400 °C

```
CELL PARAMETERS
                             3.784343
                                          0.000000
                                                      0.000400
                             3.784343
                                          0.000000
                                                      0.000400
                             9.499900
                                          0.000000
                                                      0.000000
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
RECIPROCAL CELL
                           0.264
                                    0.264
                                             0.105
                                                     90.000
                                                              90.000
                                                                        90.000
CELL VOLUME
                           136.050476
                                          0.020353
                  Rwp
                      | Rp(-b) | Rwp(-b)|
                                          Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
          9.24 | 10.13 | 61.47 |
                                  6.83
                                         31.95 |**
                                                                 1.911 | 1742
 SUMYDIF | SUMYOBS |
                      SUMYCALC | SUMWYOBSSO |
                                                     CONDITION
 0.1309E+05| 0.1417E+06| 0.1417E+06| 0.1706E+05| 0.1005E+00| 0.8155E+12
```



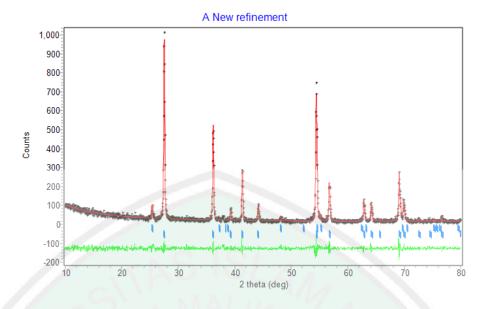
Gambar L.7.1.2 Hasil refinement sampel TiO2 pada suhu kalsinasi 500 °C

CELL PARAMETERS	= 3.785402	0.000003 0.000625
	3.785402	0.000002 0.000625
	9.507700	0.000000 0.000000
	90.000008	0.000000 0.000000
	90.000008	0.000000 0.000000
	90.000008	0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL	= 0.264 0.26	4 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME	= 136.238373	0.031832
		
Hist Rp	Rwp Rp(-b) Rwp(-b	Rexp Durbin Unwght Durbin Wght N
1 11.11	9.26 121.78 5.81	27.26 ******* 1.814 20
SUMYDIF SUMYOBS	S SUMYCALC SUMWYO	BSSQ GOF CONDITION
0.1282E+05 0.1154E-	+06 0.1155E+06 0.2807	E+05 0.1153E+00 0.3407E+12



Gambar L.7.1.3 Hasil refinement sampel TiO₂ pada suhu kalsinasi 600 °C

```
Phase: 1
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000
                                                    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS
                       3.783999 0.000000
                                            0.000000
                        3.784000
                                  0.000000
                                             0.000000
                        9.509100
                                  0.000000
                                             0.000000
                       90.000008
                                  0.000000
                                             0.000000
                                            0.000000
                       90.000008
                                  0.000000
                       90.000008
                                 0.000000
                                            0.000000
RECIPROCAL CELL
                      0.264 0.264 0.105
                                            90.000 90.000
                                                            90,000
CELL VOLUME
                    = 136.157501
                                  0.000000
                Phase: 2
PHASE SCALE FACTOR
                    = 0.100000E-01 0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS
                         4.592400 0.000000
                                               0.000000
                         4.592400
                                   0.000000
                                               0.000000
                         2.958800
                                   0.000000
                                               0.000000
                        90.000008
                                    0.000000
                                              0.000000
                         90.000008 0.000000
                                               0.000000
                        90.000008 0.000000
                                               0.000000
RECIPROCAL CELL
                       0.218 0.218
                                       0.338 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME
                        62.401505 0.000000
                     | Rp(-b) | Rwp(-b)|
                                        Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
                 9.05 | 138.40 | 5.80 | 26.86 |
           SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ |
0.1243E+05 | 0.1077E+06 | 0.1077E+06 | 0.2889E+05 | 0.1136E+00 | 0.3394E+08 |
```

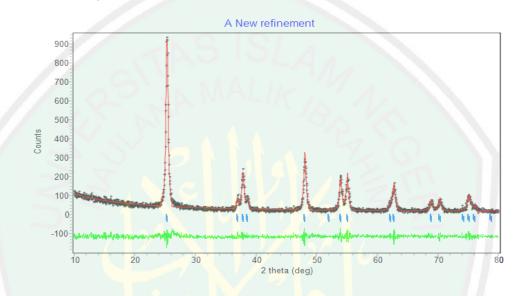


Gambar L.7.1.4 Hasil refinement sampel TiO₂ pada suhu kalsinasi 700 °C

```
Phase: 1
                      = 0.100000E-01 0.000000
   PHASE SCALE FACTOR
   OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
   CELL PARAMETERS
                         3.775913 -0.000006 0.000170
                           3.775913 -0.000006
                                              0.000170
                           9.375152
                                    0.000018
                                              0.002242
                          90.000008
                                    0.000000
                                              0.000000
                          90.000008
                                    0.000000
                                              0.000000
                          90.000008
                                     0.000000
                                              0.000000
   RECIPROCAL CELL
                         0.265 0.265 0.107 90.000 90.000
                                                              90.000
   CELL VOLUME
                         133.666412 0.033072
   SCALE * VOLUME
                          1.336664
                                     0.000331
              Phase: 2
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000
                                                 0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS
                       4.585178 0.000000 0.000171
                       4.585178 0.000000 0.000171
                       2.954628 -0.000001 0.000112
                      90.000008 0.000000
                                         0.000000
                      90.000008
                                0.000000
                                          0.000000
                      90.000008
                                 0.000000
                                          0.000000
RECIPROCAL CELL
                     0.218
                           0.218 0.338 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME
                    62.117687
                                 0.004043
```

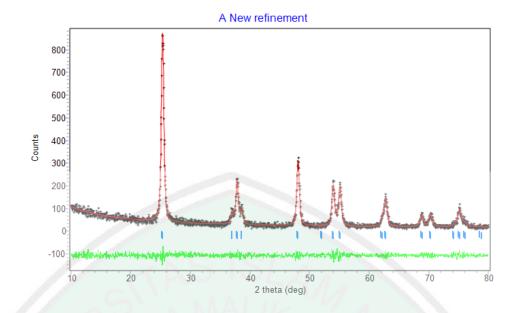
İ	Hist		Rp		Rwp	Rp(-	b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin	Unwght	Durbi	n Wght	I	N-P
İ								6.71							
	SUMYD	ΙF	SUN	1YOB	5	SUMYCA	LC	SUMWYOBSS	Q	GOF	CONDIT	ION			
į	0.1164	E+05	0.91	114E-	+05 6	.9114E	+05	0.1880E+0	5 0.80	057E-01	0.2686E	+22			

L.7.2 Hasil Refinement TiO2 Variasi Waktu Kalsinasi



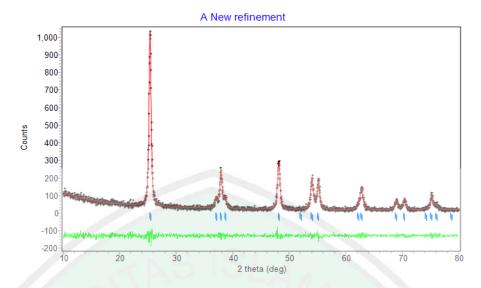
Gambar L.7.2.1 Hasil refinement sampel TiO₂ pada waktu kalsinasi 3 jam

```
CELL PARAMETERS
                             3.792609
                                        -0.000022
                                                      0.000000
                             3.792609
                                        -0.000022
                                                      0.000000
                             9.510162
                                        -0.000057
                                                      0.000000
                            90.000008
                                         0.000000
                                                      0.000000
                                         0.000000
                            90.000008
                                                      0.000000
                            90.000008
                                         0.000000
                                                      0.000000
RECIPROCAL CELL
                           0.264
                                                     90.000 90.000
                                    0.264
                                             0.105
CELL VOLUME
                           136.793060
                       | Rp(-b) | Rwp(-b)|
                                          Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
         | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ |
  SUMYDIF
                                               GOF
                                                    | CONDITION |
 0.1306E+05| 0.1111E+06| 0.1110E+06| 0.2873E+05| 0.1013E+00| 0.2532E+13 |
```



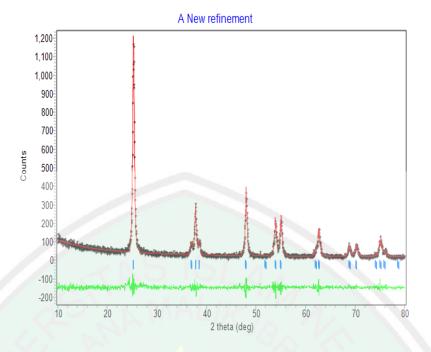
Gambar L.7.2.2 Hasil refinement sampel TiO2 pada waktu kalsinasi 4 jam

```
CELL PARAMETERS
                           3.784516 -0.000011
                                                  0.000000
                           3.784516 -0.000012
                                                 0.000000
                           9.499204 -0.000026
                                                  0.000000
                          90.000008
                                     0.000000
                                                  0.000000
                          90.000008
                                      0.000000
                                                  0.000000
                          90.000008
                                       0.000000
                                                 0.000000
                         0.264
                                0.264
                                        0.105
                                                 90.000 90.000
RECIPROCAL CELL
CELL VOLUME
                         136.052902
                                       0.000000
                  Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b)|
                                         Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
        SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ |
                                              GOF
 0.1233E+05| 0.1171E+06| 0.1171E+06| 0.2853E+05| 0.9302E-01| 0.3966E+14
```



Gambar L.7.2.3 Hasil refinement sampel TiO2 pada waktu kalsinasi 5 jam

```
CELL PARAMETERS
                             3.792700
                                          0.000000
                                                      0.000000
                             3.792700
                                          0.000000
                                                      0.000000
                             9.526348
                                          0.000000
                                                      0.001145
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
                            90.000008
                                          0.000000
                                                      0.000000
RECIPROCAL CELL
                                                     90.000 90.000
                                                                        90.000
                           0.264
                                    0.264
                                             0.105
CELL VOLUME
                           137.032471
                                          0.016474
                                                          1.975
                                                                 2084
        10.47
                7.94 | 119.25
                              4.82
                                   25.50 |*
 0.1219E+05| 0.1164E+06| 0.1165E+06| 0.3204E+05| 0.9692E-01| 0.6674E+14
```



Gambar L.7.2.4 Hasil refinement sampel TiO2 pada waktu kalsinasi 6 jam

CELL PARAMETERS	=	3.792700	0.000000	0.0000	00	
		3.792700	0.000000	0.0000	00	
		9.506437	-0.000005	0.0008	94	
		90.000008	0.000000	0.0000	00	
		90.000008	0.000000	0.0000	00	
		90.000008	0.000000	0.0000	00	
RECIPROCAL CELL	=	0.264 0.2	64 0.105	90.000	90.000	90.000
CELL VOLUME	=	136.746063	0.012857			
11 10						
Hist Rp R	wp Rp(-b) Rwp(-b)	Rexp Durbin U	Jnwght Durb	oin Wght	N-P
1 11.61 8	.81 147	.39 5.97	24.25 ******	***	1.732	2083
SUMYDIF SUMYOBS	SUMYC	ALC SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION	/	
0.1374E+05 0.1183E+0	6 0.1185	E+06 0.3543E+05	0.1320E+00 0).1406E+15		
+					-	



KEMENTERIAN AGAMA RI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933 www.uin-malang.ac.id Email: info uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama NIM Judul Skripsi	10 agus Khafifudin 13630052 Sinksis dan Karakterisasi Foto Katalis Titanium Diorsid (TiO2) Anotas Dengan Metode Sonikasi Vaniosi Suhu dan Scoktu Kassinasi
Pembimbing Utama	Dr. Anton Prosetyo M. Si
Pembimbing Agama	A. Ghanaim Fosyo M. Si
Konsultan	Lur Aini M. Si

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	28-10-16	Demicihan Tema	Fotokatalis Truz	An
2	1-11-16	Konsultasi Juduc Pendi hon	Sinteris Dan Kovauterisa. Tr.O2 Hnotes Sonikasi	si A
3	3-11- 16	Konsultesi Bab 3	Proton Tipinikasi	A
9	11-11-16	Revisi Bab 3	Derban Lingan Column	
5	18-11-16	Kansul fees Bob I dan 3	Fotokerteris Junat mendegrobus Polykin	
6	2-12-16	Revisi Bab 1 dan 3	(caran fer fugi dongan	1
7	13-12-16	Rexis : Ke-2 Rub 1 dan 3		the
8	22-12-16	Revis. Ke - 3 Bob I dan 3		Ai
g	26-1-12	Revisi 14-9 Bob 1 dan 3		A
10	2-02-17	Kansulfasi Bab 2		4
11	9-02-12	Parsu Fesi Bah 2		Office
12	13-02-12	Rovisi Bab 2 (14-3)	US VI	on
13	14-02-12	Cansultasi Nekonisme	4	an
14	16-02-12	Kansu fos Bab la 3		dea
		ACC Kansik few		Gl-
16	17-02-17	ACC fembinbing		Q12
17	23-02-13	Revisi Bab 1		AR
18	2-03-12	Revisi Bab 2		#
19	6-03-17	Revis Bab 3		1
20	7-03-12	Revisi Rub 1-3 / Perhitungo	7	th









KEMENTERIAN AGAMA RI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933 www.uin-malang.ac.id Email: info uin@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
21	22-09-17	Integritas		Gas
22	26-09-17	Integritas		Con.
23	13-10-12	Integritas		CM
29	25-00-17	Kansu Bab 4		1
25	81-08-A	Revisi Rab #		AL.
26	15-09-12	Revisi Bab 9	LA	A
27	22-09 12	(Consul Bub 5	IL MA	Alex
28	27-09-12	Konsul Lampiran	188	A.
29	2-10-17	Abstrax Indo	20	AR
80	5-10-17	Abstrak English	71/ ST	ala
31	12-10-17	Daffar is:	11/6/ 2	ala-
32	19-10-17	Bab 1 - Lampiran	11116	9
33	27-10-17	Acc	9 _	at -
9 9				
		V47		
		PERP	J8 11 //	
			5	

Malang,	201
Pembimbing I	

NIP.



