

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM (IV)
OKSIDA (TiO₂) TERDOPING PERAK (Ag) MENGGUNAKAN METODE
SONIKASI UNTUK MENDEGRADASI BAKTERI *Escherichia coli***

SKRIPSI

oleh :
SAOKI RAHMAN
NIM. 13630106



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM (IV)
OKSIDA (TiO₂) TERDOPING PERAK (Ag) MENGGUNAKAN METODE
SONIKASI UNTUK MENDEGRADASI BAKTERI *Escherichia coli***

SKRIPSI

oleh :
SAOKI RAHMAN
NIM. 13630106

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**

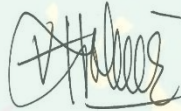
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM (IV)
OKSIDA (TiO₂) TERDOPING PERAK (Ag) MENGGUNAKAN METODE
SONIKASI UNTUK MENDEGRADASI BAKTERI *Escherichia coli***

SKRIPSI

oleh :
SAOKI RAHMAN
NIM. 13630106

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 28 Desember 2017

Pembimbing I



Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

Pembimbing II



Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2068

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



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

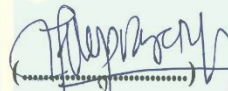
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM (IV)
OKSIDA (TiO₂) TERDOPING PERAK (Ag) MENGGUNAKAN METODE
SONIKASI UNTUK MENDEGRADASI BAKTERI *Escherichia coli***

SKRIPSI

oleh :
SAOKI RAHMAN
NIM. 13630106

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 28 Desember 2017

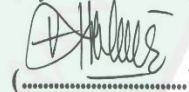
Penguji Utama : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

()

Ketua Penguji : Anik Maunatin, ST.MP
NIPT. 20140201 2 412

()

Sekretaris Penguji : Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070

()

Anggota Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si
NIDT. 19830125 20160801 2 068

()

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia




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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Saoki Rahman
NIM : 13630106
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium (IV)
Oksida (TiO₂) Terdoping Perak (Ag) Menggunakan
Metode Sonikasi untuk Mendegradasi Bakteri *Escherichia coli*

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, 28 Desember 2017

Yang membuat pernyataan,



Saoki Rahman

NIM. 13630106

PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamiin

Waktu yang sudah kujalani dengan jalan hidup yang sudah menjadi takdirku, sedih, bahagia, dan bertemu orang-orang yang memberiku sejuta pengalaman bagiku, yang telah memberi warna-warni kehidupanku. Kubersujud dihadapan Mu, Engaku berikan aku kesempatan untuk bisa sampai di penghujung awal perjuanganku.

Kupersembahkan karya kecil ini untuk kedua orangtua saya, terutama untuk almarhumah ibu saya Siti Ainun, saya sangat bangga memiliki sosok ibu seperti beliau yang selalu mengajarkan arti kehidupan dalam hidup saya terutama dalam pentingnya menuntut ilmu. Pesan yang selalu saya ingat untuk putra tercintanya Saoki Rahman ilmu adalah harta paling berharga dibandingkan dengan materi. Karena ilmu memperat tali persaudaraan dibandingkan dengan materi.

MOTTO

الْوَقْتُ كَالسَّيْفِ إِنْ لَمْ تَقْطَعْهَا قَطَعَكَ

“Waktu itu bagaikan pedang, jika kamu tidak memanfaatkannya menggunakan untuk memotong, ia akan memotongmu (menggilasmu)” (H.R. Muslim).

Jangan pernah menunda suatu pekerjaan, sesulit apapun harus dijalani, dan jangan berdiam diri. Karena waktu terus berjalan yang akan menentukan langkahmu kedepan.



KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Alhamdulillahirobbil ‘Alamin, segala puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Yang Maha Penyayang, dimana dengan limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium (IV) Oksida (TiO₂) Terdoping Perak (Ag) Menggunakan Metode Sonikasi untuk Mendegradasi Bakteri *Escherichia coli*” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin. Selama proses penulisan skripsi penulis mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Orang tua tercinta yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, do’a dan dukungan baik moril maupun materil sehingga penyusunan laporan hasil penelitian ini dapat terselesaikan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si selaku pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan laporan hasil penelitian.
3. Anik Maunatin, S.T, M.P selaku dosen konsultan yang selalu memberikan bimbingan dan pengarahan sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Bapak Dr. Anton Prasetyo M.Si dan Ibu Rif’atul Mahmudah, M.Si atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.

5. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang atas bantuan dana penelitian melalui Kompetisi Penelitian Mahasiswa.
6. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
7. Tim penelitian fotokatalis yang telah membantu dan saling memotivasi selama bekerja di laboratorium sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
8. Ibu Isnaeni Hartiningsih S.Si selaku laboran kimia anorganik, Ibu Susilowati S.Si selaku laboran kimia fisik dan Ibu Mei Rohmawati, S.Si selaku laboran Biokim yang telah banyak membantu selama proses penelitian.
9. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
10. Prof. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
11. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
12. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

Semoga tugas akhir skripsi dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua. Amiin.

Malang, 17 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المخلص	xvi
	i
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Bakteri <i>E.coli</i>	7
2.2 Semikonduktor TiO ₂ sebagai Fotokatalisis Proses Degradasi Bakteri <i>E.coli</i>	10
2.3 Penggunaan Dopan Ag Sebagai Peningkatan Aktivitas Fotokatalisis	12
2.4 Sintesis Fotokatalis dengan Metode Sonikasi	21
2.5 Sintesis Fotokatalis dalam Perspektif Islam	23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat	25
3.2.2 Bahan	26
3.3 Tahap Penelitian	26
3.4 Cara Kerja Sintesis TiO ₂ dan TiO ₂ Terdoping Ag 1, 3, 5, 7, dan 9%	26
3.4.1 Preparasi TiO ₂ Terdoping Ag Metode Sonikasi	26
3.4.2 Karakterisasi dan Analisis Struktur serta Ukuran Kristal TiO ₂ dan TiO ₂ Terdoping Ag dengan Difraksi Sinar-X	27
3.4.3 Karakterisasi dan Analisis Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita (<i>band gap</i>) dengan <i>Diffuse</i>	

	<i>Reflectance Spectroscopy (DRS)</i>	28
3.4.4	Karakterisasi Morfologi dan Komposisi Unsur <i>Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)</i>	28
3.5	Uji Degradasi Bakteri <i>E.coli</i> oleh Material Fotokatalis TiO ₂ dan TiO ₂ Terdoping Ag	29
3.5.1	Peremajaan Bakteri <i>E.coli</i>	29
3.5.2	Pembuatan Inokulum Bakteri <i>E.coli</i>	29
3.5.3	Uji Degradasi Bakteri <i>E.coli</i>	30
3.5.4	Penghitungan Jumlah Sel Bakteri <i>E coli</i>	30
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1	Hasil Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO ₂) Terdoping Perak (Ag) Variasi Konsentrasi dengan Metode Sonikasi	32
4.2	Analisis Karakteristik Struktur Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO ₂) Terdoping Perak (Ag) Menggunakan Difraksi Sinar-X... ..	34
4.3	Analisis Karakteristik Serapan Sinar TiO ₂ -Ag menggunakan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)</i>	39
4.4	Uji Degradasi Bakteri <i>E.coli</i> oleh Material Fotokatalis TiO ₂ dan TiO ₂ Terdoping Ag	42
4.4.1	Pembuatan Inokulum	42
4.4.2	Uji Konfirmasi Efek Antibakteri Material TiO ₂ dan TiO ₂ -Ag	43
4.4.3	Uji Degradasi Bakteri <i>E.coli</i>	43
4.5	Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis dalam Perspektif Islam	47
BAB V	PENUTUP	
5.1	Kesimpulan	50
5.2	Saran	50
	DAFTAR PUSTAKA	51
	LAMPIRAN	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur bakteri gram negatif	7
Gambar 2.2	Perubahan inaktivasi bakteri <i>E.coli</i> pengaruh fotolisis dan fotokatalisis TiO ₂ (0,15 g/L) dengan menggunakan sinar matahari dan sinar UV	9
Gambar 2.3	Struktur kristal TiO ₂ anatase dan rutil	11
Gambar 2.4	Energi celah posisi pita valensi (bawah) dan pita konduksi (bawah)	12
Gambar 2.5	Fenomena fotoeksitasi elektron pada semikonduktor TiO ₂	13
Gambar 2.6	Fenomena fotoeksitasi elektron pada semikonduktor TiO ₂ -Ag	16
Gambar 2.7	Pola data XRD a). TiO ₂ b). TiO ₂ terdoping Ag 3% dan c). TiO ₂ terdoping Ag 7%	19
Gambar 2.8	Hasil instrumentasi UV-DRS dari a). TiO ₂ b). TiO ₂ terdoping Ag 3% dan c). TiO ₂ terdoping Ag 7%	19
Gambar 2.9	Pola difraksi sinar-X TiO ₂ dan TiO ₂ terdoping Ag	20
Gambar 4.1	Hasil sintesis setelah kalsinasi a). TiO ₂ b). TiO ₂ -1% c). TiO ₂ -3% d). TiO ₂ -5% e). TiO ₂ -7%, dan f). TiO ₂ -9% Ag	32
Gambar 4.2	Reaksi hidrolisis dan kondensasi	33
Gambar 4.3	Pola difraksi sinar-X TiO ₂ dan TiO ₂ Ag pada variasi konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan 9% pada suhu kalsinasi 450 °C	34
Gambar 4.4	Karakterisasi SEM TiO ₂ -9% Ag dengan perbesaran 750 kali	37
Gambar 4.5	Spektra reflektansi (%) vs panjang gelombang	39
Gambar 4.6	Fungsi Kubelka-Munk ($F(R)$) vs panjang gelombang	40
Gambar 4.7	Plot ($F(R) \cdot hv$) ^{1/2} vs energi foton (hv) untuk penentuan energi celah pita	41
Gambar L.3.1	Sintesis TiO ₂ metode sonikasi	60
Gambar L.3.2	Hasil pelet TiO ₂ -5% Ag	60
Gambar L.3.3	Koloni bakteri <i>E.coli</i> tanpa TiO ₂ dan penyinaran Pengulangan 1	60
Gambar L.3.4	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ Pengulangan 1	61
Gambar L.3.5	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -1% Ag Pengulangan 1	61
Gambar L.3.6	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -3% Ag Pengulangan 1	61
Gambar L.3.7	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -5% Ag Pengulangan 1	62
Gambar L.3.8	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -7% Ag Pengulangan 1	62
Gambar L.3.9	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -9% Ag Pengulangan 1	62
Gambar L.3.10	Koloni bakteri <i>E.coli</i> tanpa TiO ₂ dan penyinaran Pengulangan 2	63
Gambar L.3.11	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ Pengulangan 2	63
Gambar L.3.12	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -1% Ag Pengulangan 2	63
Gambar L.3.13	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -3% Ag Pengulangan 2	64
Gambar L.3.14	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -5% Ag Pengulangan 2	64

Gambar L.3.15	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -7% Ag Pengulangan 2.....	64
Gambar L.3.16	Koloni bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ -9% Ag Pengulangan 2.....	65
Gambar L.5.1	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂	70
Gambar L.5.2	Plot XRD TiO ₂	71
Gambar L.5.3	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -1% Ag	71
Gambar L.5.4	Plot XRD TiO ₂ -1% Ag	72
Gambar L.5.5	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -3% Ag	73
Gambar L.5.6	Plot XRD TiO ₂ -3% Ag	74
Gambar L.5.7	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -5% Ag	74
Gambar L.5.8	Plot XRD TiO ₂ -5% Ag	75
Gambar L.5.9	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -7% Ag	76
Gambar L.5.10	Plot XRD TiO ₂ -7% Ag	77
Gambar L.5.11	Hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -9% Ag	77
Gambar L.5.12	Plot XRD TiO ₂ -9% Ag	78
Gambar L.7.1	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂	80
Gambar L.7.2	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂ -1% Ag	81
Gambar L.7.3	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂ -3% Ag	82
Gambar L.7.4	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂ -5% Ag	83
Gambar L.7.5	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂ -7% Ag	84
Gambar L.7.6	Plot perhitungan Kubelka-Munk ($F(R) \cdot (hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO ₂ -9% Ag	85
Gambar L.9.2	Karakterisasi EDX TiO ₂ -9% Ag dengan perbesaran 512 kali	87
Gambar L.7.7	Karakterisasi SEM TiO ₂ -9% Ag dengan perbesaran 494 kali	87

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik dopan logam Perak	15
Tabel 2.2	Persentase degradasi bakteri <i>E.coli</i> TiO ₂ dan TiO ₂ terdoping Ag dibawah lampu UV	21
Tabel 4.1	Parameter sel satuan TiO ₂ dan TiO ₂ -Ag 1, dan 3 %	36
Tabel 4.2	Parameter sel satuan TiO ₂ dan TiO ₂ -Ag 5, 7, dan 9 %	36
Tabel 4.3	Komposisi TiO ₂ -Ag hasil EDX	38
Tabel 4.4	Ukuran kristal material TiO ₂ -Ag	38
Tabel 4.5	Daerah energi celah pita dan serapan sinar material sintesis .	41
Tabel 4.6	Jumlah koloni hidup bakteri <i>E.coli</i>	45
Tabel L.1.1	Hasil perhitungan reaktan material TiO ₂ dan TiO ₂ -Ag	55
Tabel L.4.1	Perhitungan jumlah koloni bakteri <i>E.coli</i> perlakuan 1	66
Tabel L.4.2	Perhitungan jumlah koloni bakteri <i>E.coli</i> perlakuan 2	67
Tabel L.4.3	Rata-rata jumlah koloni (<i>cfu</i> /mL)	68
Tabel L.4.4	Persen (%) reduksi bakteri <i>E.coli</i>	69
Tabel L.5.1	Kristalografi TiO ₂	70
Tabel L.5.2	Kristalografi TiO ₂ -1% Ag	72
Tabel L.4.3	Kristalografi TiO ₂ -3% Ag	73
Tabel L.4.4	Kristalografi TiO ₂ -5% Ag	75
Tabel L.4.5	Kristalografi TiO ₂ -7% Ag	76
Tabel L.4.6	Kristalografi TiO ₂ -9% Ag	78
Tabel L.6.1	Contoh perhitungan data energi celah pita dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk	79
Tabel L.8.1	Ukuran kristal TiO ₂ dan TiO ₂ -Ag 1, 3, 5, 7, dan 9%	86

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Perhitungan Reaktan pada Sintesis TiO ₂ -Ag.....	55
Lampiran 2	Diagram Alir Penelitian.....	57
Lampiran 3	Dokumentasi Hasil Sintesis	60
Lampiran 4	Hasil Perhitungan Degradasi Bakteri <i>E.coli</i>	66
Lampiran 5	Hasil <i>Refinement</i> TiO ₂ dan TiO ₂ Terdoping Ag	70
Lampiran 6	Langkah-langkah penentuan energi celah pita dengan Kubelka-Munk	79
Lampiran 7	Penentuan Energi Celah Pita dan Serapan Panjang-Gelombang (λ)	80
Lampiran 8	Perhitungan Ukuran Kristal dengan Debye-Scherrer	86
Lampiran 9	Hasil Analisis Menggunakan SEM-EDX	87



ABSTRAK

Rahman, S. 2017. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium (IV) Oksida (TiO₂) Terdoping Perak (Ag) Menggunakan Metode Sonikasi untuk Mendegradasi Bakteri *Escherichia coli***. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Pembimbing II: Rif`atul Mahmudah, M.Si; Konsultan: Anik Maunatin, M.P.

Kata kunci: Titaniumn (IV) Dioksida, Ag konsentrasi 1, 3, 5, 7, dan 9%, Ultrasound Methode, X-Ray Difrraction (XRD), *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (EDX) Uji degradasi *E. coli*.

Sintesis fotokatalis titanium (IV) oksida terdoping perak telah dilakukan dengan berbagai variasi konsentrasi dopan Ag 1, 3, 5, 7, dan 9%. Penelitian ini bertujuan untuk (i) mengetahui perubahan struktur dan serapan sinar TiO₂ terdoping Ag pada berbagai konsentrasi, (ii) mengetahui pengaruh TiO₂ terdoping Ag terhadap kemampuan mereduksi *Escherichia coli*. Sintesis TiO₂ terdoping Ag menggunakan metode sonikasi *Bath* yang bekerja pada gelombang ultrasonik. Hasil sintesis dan karakterisasi menggunakan instrumen XRD, untuk mengetahui karakteristik struktur, DRS untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar dan EDX untuk mengetahui komposisi Ag yang berada pada TiO₂. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dengan penambahan dopan perak dengan berbagai konsentrasi tidak merubah fasa anatas menjadi fasa rutil atau brookit. Data DRS menunjukkan bahwa Ti-O₂-Ag 9% memberikan penurunan nilai reflektansi dan kenaikan koefisien absorpsi optimum. Energi celah pita masing-masing sintesis TiO₂ tanpa dopan dengan TiO₂-Ag 1, 3, 5, 7, dan 9% adalah 3,4; 3; 3,3; 3,1; 3,25; dan 2,8 eV. Kemampuan mereduksi pada daerah UV masing-masing sintesis TiO₂ tanpa dopan dengan TiO₂-Ag 1, 3, 5, 7, dan 9% dengan jumlah sel bakteri hidup adalah 3,4 x 10⁸; 2,5 x 10⁸; 1,3 x 10⁸; 1,7 x 10⁸; 6,7 x 10⁶; 3,5 x 10⁵ cfu/mL dan persen reduksi adalah 26,08 %; 45,7 %; 71,74%; 61,76 %; 98,48 %; dan 99,78 %. Aktivitas persen reduksi yang paling optimum pada sampel TiO₂-9% Ag.

ABSTRACT

Rahman, S. 2017. **Synthesis and Characterization of silver doped Titanium (IV) Oxide (TiO₂) Photocatalyst Using Sonication Method to Degrade *Escherichia coli* Bacteria.** Supervisor I: Nur Aini, M.Si; Supervisor II: Rif'atul Mahmudah, M.Si; Consultant: Anik Maunatin, M.P.

Keywords: Titanium (IV) Dioxide, Ag concentration 1, 3, 5, 7, dan 9%, Metode Sonikasi, X-Ray Difraksi (XRD), Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS), Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX) dan Bacterial Degradation.

Silver doped Titanium (IV) oxide was synthesized with various concentration Ag 1, 3, 5, 7, and 9%. This study aimed (i) to determine the structure change and light absorption Ag doped TiO₂ at various concentration, (ii) to know the effect of Ag doped TiO₂ on the ability to reduce *Escherichia coli*. The synthesized of TiO₂ doped Ag used sonication bath that worked on ultrasound waves. Characterization used XRD to know the structure characteristic, DRS to know the band gap and light absorption area, and EDX to know the composition of Ag on TiO₂ lattice. The result showed that Ag dopant at various concentration did not transform anatase phase into rutile or brookite phase. The DRS data showed that Ti-O₂-Ag 9% had an optimum decreased in reflectance value and optimum increased in absorption coefficient. The bandgap energy of undoped and Ag doped TiO₂ (1-9%) were respectively 3.4; 3; 3.3; 3.1; 3.25; and 2.8 eV. Bacterial reduction activity of photocatalyst under uv irradiation had number of bacterial cells 3.4 x 10⁸; 2.5 x 10⁸; 1.3 x 10⁸; 1.7 x 10⁸; 6.7 x 10⁶; 3.5 x 10⁵ cfu/mL and percent reduction 26.08 %; 45.7 %; 71.74%; 61.76 %; 98.48 %; and 99.78 %. The optimum activity achieved for 9% of silver doped TiO₂.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bakteri *Escherichia coli* (*E.coli*) adalah bagian dari mikroflora yang secara normal berada pada saluran pencernaan manusia dan hewan berdarah panas. Bakteri *E.coli* juga merupakan bakteri indikator kualitas air. Keberadaan *E.coli* didalam air dapat mengindikasikan bahwa air tersebut terkontaminasi dan mengalami penurunan kualitas air. Berdasarkan survei Badan Pusat Statistik (BPS), pada tahun 2015 Yogyakarta sedang mengalami degradasi lingkungan yang parah. Salah satu kondisi nyata pencemaran oleh bakteri *E.coli* pada sumber air bersih di provinsi Yogyakarta mencapai 89% dan hanya 11% yang terbebas dari bakteri *E.coli*. Cemaran bakteri *E.coli* berasal dari limbah domestik, industri penghasil limbah cair baik limbah organik maupun limbah anorganik. Cemaran dari limbah tersebut berpengaruh pada sumber air yang akan dikonsumsi masyarakat sehingga masyarakat akan merasakan dampaknya seperti penyakit diare (Widiyanto, 2015).

Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun tentunya merugikan manusia dan melanggar hak manusia untuk mendapatkan lingkungan yang baik. Hal ini telah jelas dilarang al-Qur'an, seperti yang terdapat didalam surat asy-Syu'araa ayat 183 sebagai berikut:

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ﴿١٨٣﴾

Artinya: “Dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan.” (Qs. asy Syu’araa/26 : 183)

Dari tafsir Jalalayn (dan janganlah kalian merugikan manusia pada hak-haknya) janganlah kalian mengurangi hak mereka barang sedikit pun (dan janganlah kalian merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan) melakukan pembunuhan dan kerusakan-kerusakan seperti kerusakan pada lingkungan. Lafal *Ta'tsau* ini berasal dari *'Atsiya* yang artinya membuat kerusakan; dan lafal *Mufsiidina* merupakan hal atau kata keterangan keadaan daripada *'Amilnya*, yaitu lafal *Ta'tsau*. Oleh karena itu, perlu dilakukan suatu metode yang untuk mendegradasi keberadaan bakteri *E.coli* dalam lingkungan perairan. Metode-metode yang selama ini digunakan untuk mendegradasi cemaran limbah bakteri *E.coli* adalah metode fotokatalisis dan fotolisis. Metode tersebut memanfaatkan sinar matahari dan sinar ultraviolet (UV) yang digunakan untuk mendegradasi suatu zat atau senyawa didalam lingkungan.

Fotolisis merupakan proses transformasi kimia (fotokimia) yang berlangsung dengan bantuan radiasi sinar UV. Metode fotolisis telah banyak digunakan sebagai desinfektan bakteri dengan panjang gelombang 254 nm. Hal ini dikarenakan radiasi sinar jenis UV (dengan panjang gelombang dari 10–380 nm) memiliki kemampuan dalam melakukan fotolisis. Metode fotokatalisis telah banyak dikembangkan dan terbukti lebih efektif dari metode fotolisis (Maddu, 2006). Naimah dan Ermawati (2011) melaporkan bahwa penggunaan metode fotolisis masih kurang efisien. Metode fotolisis dengan sinar matahari tidak dapat

menurunkan jumlah *E.coli*, sementara disinfektan secara fotolisis dengan UV dapat menurunkan jumlah *E.coli* \pm 30% setelah 50 menit, akan tetapi tidak terjadi penurunan secara berarti walaupun dipanaskan sampai 2 jam. Metode fotokatalis dengan penambahan katalis TiO₂ (0,15 g/L) dengan menggunakan sinar UV dapat menginaktifkan bakteri *E.coli* dalam waktu 10 menit dimana hampir semua *E.coli* tidak aktif atau mati. Sedangkan dengan menggunakan sinar matahari dibutuhkan waktu 70 menit untuk menginaktifkan semua bakteri *E.coli*.

Pengolahan bakteri *E.coli* yang terbukti lebih efektif dan mudah digunakan adalah metode fotokatalisis. Fotokatalisis merupakan suatu proses transformasi kimia dengan bantuan cahaya dengan suatu material katalis (Ningsih, 2012). Proses fotokatalisis terjadi ketika katalis semikonduktor (fotokatalis) yang dikenai sinar dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pita (Stamate dan Lazar, 2007). Energi ini digunakan untuk proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga dihasilkan *hole* dipita valensi dan elektron dari pita konduksi. Pasangan elektron-*hole* ini selanjutnya berdifusi ke permukaan partikel fotokatalis dan berikatan dengan akseptor dan donor elektron menghasilkan senyawa radikal. Radikal bebas yang dihasilkan dapat menyebabkan kerusakan oksidatif dari membran sel bakteri (Hwang, 2008). Material fotokatalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium (IV) oksida.

Fotokatalis titanium (IV) oksida sering digunakan dalam proses mendegradasi polutan organik dan bakteri karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan semikonduktor lainnya. Keunggulan titanium (IV) oksida antara lain, memiliki kestabilan kimia yang tinggi dan aktif jika dikenai sinar UV, murah, dan tidak beracun (Hashimoto, dkk., 2005). Proses degradasi bakteri

dengan menggunakan titanium (IV) oksida masih memiliki kelemahan, antara lain celah pita terlalu lebar sekitar 3,2-3,8 eV (Beiser, 1987). Celah pita yang terlalu lebar mengakibatkan fotokatalis TiO₂ hanya aktif pada sinar UV. Salah satu cara untuk mengatasi permasalahan ini adalah dengan menambahkan dopan logam pada fotokatalis TiO₂.

Peningkatan aktivitas fotokatalisis titanium (IV) oksida setelah ditambahkan dopan logam terjadi karena kemampuan inti dopan logam yang dapat menangkap pembawa muatan dan menurunkan laju rekombinasi antara e^- dan h^+ (Colon, 2006). Selain itu, dopan logam juga memberikan tingkat energi baru diantara pita valensi dan pita konduksi TiO₂ sehingga dopan logam dapat meningkatkan aktivitas semikonduktor pada daerah radiasi sinar yang lebih lebar (mencapai daerah sinar tampak). Beberapa jenis logam telah dikembangkan sebagai dopan misalnya Pt, Cu, dan Ag (He, 2010). Penggunaan dopan Ag pada fotokatalis telah terbukti mampu menginaktifkan bakteri *E.coli* (Guin, 2007 dan Ashkarran, 2011). Aktivitas antibakteri TiO₂ sebelum dan sesudah didoping Ag mempunyai daya aktivitas yang berbeda, TiO₂ daya hambat *E.coli* 51,43% dan Ag-TiO₂ 95,14% dengan komposisi material fotokatalis 0,05 g/100 mL (Sangchay, 2013).

Karakteristik struktur kristal juga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis dari titanium (IV) oksida (Sikong, 2008). Titanium (IV) oksida memiliki 3 fasa struktur yakni anatase, rutil dan brookit. Fasa anatase telah terbukti memberikan aktivitas fotokatalis yang paling baik dibandingkan struktur yang lain. Struktur kristal dapat berubah dengan penambahan konsentrasi dopan Ag. Penelitian sebelumnya (Gupta, dkk., 2013) mensintesis titanium (IV) oksida terdoping Ag 3, dan 7% dengan suhu kalsinasi 450 °C menggunakan metode sol-gel. Hasil karakterisasi menggunakan XRD pada titanium (IV) oksida murni atau tanpa

dopan didapatkan fasa anatas dan rutil. Sedangkan, penambahan dopan Ag dengan konsentrasi 3 dan 7% pada TiO_2 , diperoleh fasa rutil sudah tidak terbentuk, dan hanya fasa anatas yang dominan. Berdasarkan penelitian tersebut, dengan adanya penambahan dopan Ag dapat menghambat pertumbuhan fasa rutil semikonduktor TiO_2 .

Berbagai metode telah digunakan untuk mensintesis titanium (IV) oksida antara lain, metode sol-gel (Sikong, 2008), metode padatan, dan polimerisasi kompleks (Liu, dkk., 2008). Metode sol-gel adalah salah satu metode yang paling populer digunakan dalam mensintesis nanopartikel. Namun, masih terdapat kelemahan yaitu rute kerja yang terlalu lama. Neppolian, dkk. (2007) melakukan sintesis TiO_2 untuk mendegradasi 4-klorofenol dilakukan dengan perbandingan metode, yaitu metode sol-gel dan metode sonikasi menggunakan ultrasonik *bath*. Metode ultrasonik bath mampu menghasilkan partikel tidak hanya lebih kecil tetapi juga seragam pada hasil karakterisasi transmission electron microscopy (TEM). Semakin kecil ukuran suatu kristal semikonduktor akan mengakibatkan potensial reduksi oksidasi yang lebih besar (Hoffmann, dkk., 1995). Berdasarkan permasalahan tersebut, telah dilakukan sintesis dan karakterisasi fotokatalis TiO_2 terdoping Ag variasi kadar 0, 1, 3, 5, 7 dan 9% dengan suhu 450 °C dengan metode sonikasi serta uji aktivitas antibakteri *E.coli*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, diperoleh rumusan masalah:

1. Bagaimana perubahan karakter struktur dan serapan sinar TiO_2 terdoping Ag yang disintesis dengan metode sonikasi pada variasi konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan 9% ?

2. Bagaimana pengaruh TiO_2 terdoping Ag terhadap aktivitas persen reduksi *E.coli*?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan pendahuluan yang telah diuraikan, peneliti ini bertujuan untuk:

1. Mengetahui perubahan karakter struktur dan serapan sinar TiO_2 terdoping Ag yang disintesis dengan metode sonikasi pada variasi konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan 9%.
2. Mengetahui pengaruh TiO_2 terdoping Ag terhadap aktivitas persen reduksi *E.coli*.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Variasi konsentrasi yang digunakan adalah TiO_2 -Ag 0, 1, 3, 5, 7, dan 9%.
2. Metode yang digunakan metode sonikasi *bath (low intensity)*.
3. Bakteri yang digunakan adalah bakteri *E.coli*.
4. Uji aktivitas TiO_2 , dan TiO_2 terdoping Ag menggunakan lampu UV 400 W.

1.5 Manfaat Penelitian

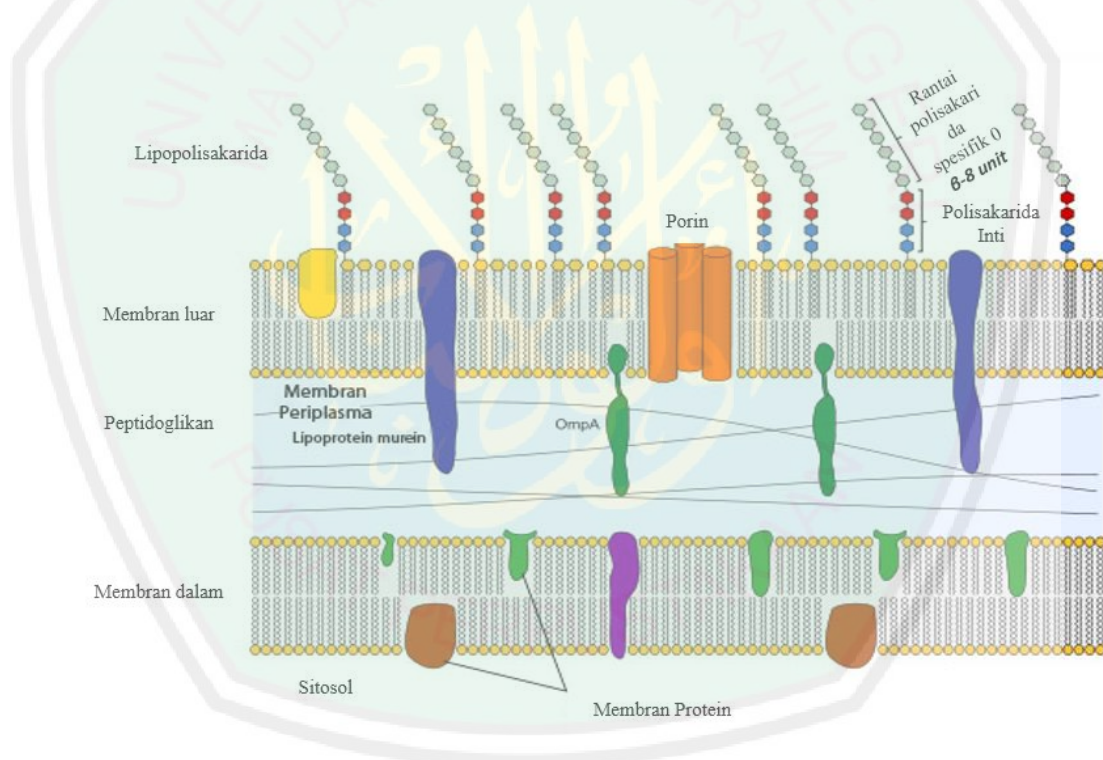
Manfaat dari penelitian didapatkannya informasi karakteristik dan aktivitas antibakteri *E.coli* dari fotokatalis TiO_2 terdoping Ag. Informasi tersebut dapat digunakan sebagai dasar pengembangan dan pemanfaatan fotokatalis TiO_2 terdoping Ag dalam sintesis penguraian limbah *E.coli*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bakteri *E.coli*

E.coli merupakan bakteri gram negatif, bersifat aerobik dan anaerobik fakultatif, sering dijumpai didalam usus bagian bawah (Pelctzar, 1988 dalam Amrulia, 2012). *E.coli* bisa tumbuh dengan baik pada media yang lazim digunakan di laboratorium mikrobiologi dan pada media yang kekurangan zat gizi. Adapun struktur gram negatif bakteri *E.coli* ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur bakteri gram negatif (Mikkelsen, 2005)

Bakteri *E.coli* termasuk ke dalam bakteri gram negatif, dengan bentuk tubuh batang dan panjang sekitar 2 μm serta diameter 0,5 μm . Gambar 2.1 struktur bakteri gram negatif. Dari ratusan strain, hanya sebagian kecil *E.coli* yang

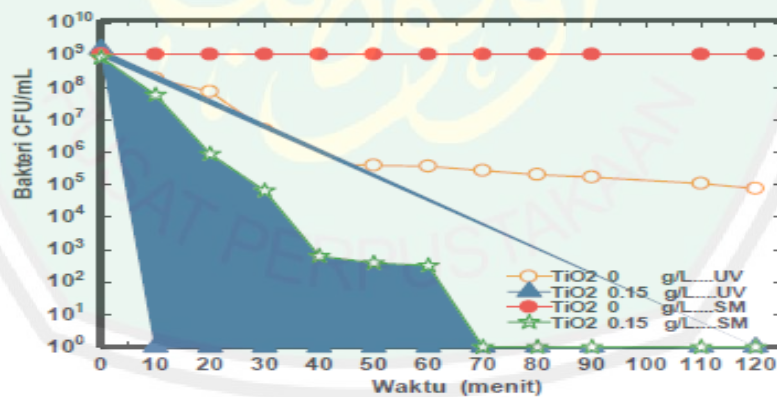
diketahui bersifat patogenik. Sumber energi *E.coli* berasal dari hasil oksidasi senyawa kimia dan sumber karbon senyawa organik. Waktu replikasi bakteri selama 20 menit pada suhu 37 °C. Berikut taksonominya yang dapat digolongkan sebagai berikut (Juliantina, dkk., 2009):

Kingdom	: <i>Prokaryota</i>
Divisio	: <i>Gracilicutes</i>
Class	: <i>Scotobacteria</i>
Ordo	: <i>Eubacteriales</i>
Family	: <i>Enterobacteriaceae</i>
Genus	: <i>Escherichia</i>
Spesies	: <i>E.coli</i>

Bakteri gram negatif memiliki dinding sel setebal 3 nm dan membran luar. Membran bakteri sangat permeabel untuk perlintasan molekul yang cukup besar dengan Berat Molekul (BM) > 1000 Da (Hames dan Hooper, 2000 dalam Rawiningtyas, 2013). Membran luar bakteri gram negatif merupakan halangan yang sangat efektif terhadap suatu bahan kimia yang bersifat hidrofobik seperti antibiotik dan senobiotik tapi permeabel terhadap senyawa hidrofilik seperti nutrisi esensial. Membran luar pada bakteri gram negatif seperti bakteri *E.coli* tersusun atas lipopolisakarida (LPs) yang mengandung gugus fosfat dan pirofosfat yang menyebabkan permukaan sel bermuatan negatif (Prescott, dkk., 2002 dalam Tripathi, 2011). Dinding sel bakteri gram negatif lebih kompleks daripada gram positif (Black, 1996 dalam Tripathi, 2011). Bakteri memiliki dinding sel yang terletak diantara membran sitoplasma dan kapsul. Dinding sel bakteri pada gram negatif tersusun atas peptidoglikan, lipoprotein, membran luar, dan lapisan lipopolisakarida (Rao, 2009). Lipoprotein dapat menstabilkan membran luar yang merupakan *double layer* fosfolipid dimana lapisan luar fosfolipid diganti oleh lipopolisakarida.

Membran luar pada bakteri gram negatif sangat berperan penting dalam transportasi zat-zat terlarut. Lapisan-lapisan yang dapat mempengaruhi aktivitas kerja dari suatu zat antibakteri, dimana pada dinding luar sel *E.coli* dilapisi oleh kapsul yang terbentuk dari senyawa berlendir. *E.coli* dapat dipindah sebarakan melalui air yang tercemar oleh tinja dan air seni orang yang menderita infeksi pencernaan, sehingga dapat menular pada orang lain.

Keberadaan bakteri *E.coli* pada lingkungan perairan dalam jangka panjang bisa menyebabkan penyakit diare dan sakit saluran usus. Perlu dilakukan suatu metode untuk mendegradasi keberadaan bakteri pada lingkungan perairan. Metode-metode yang digunakan terhadap degradasi bakteri *E.coli* antara lain metode fotolisis dan fotokatalis. Gambar 2.2 memperlihatkan perbandingan antara disinfektan secara fotolisis dan fotokatalisis TiO_2 dengan sinar UV dan sinar matahari.



Gambar 2.2 Perubahan inaktifasi bakteri *E.coli* pengaruh fotolisis dan fotokatalis TiO_2 (0,15 g/L) dengan menggunakan sinar matahari dan sinar UV. (Naimah dan Ermawati, 2011)

Gambar 2.2 menjelaskan mengenai perubahan inaktivasi bakteri *E.coli* pengaruh fotolisis dan fotokatalis TiO_2 (0,15 g/L) dengan menggunakan sinar matahari dan sinar UV bahwa daya hambat bakteri terhadap metode fotokatalisis lebih baik dari pada daya hambat metode fotolisis. Sehingga metode fotokatalisis perlu dikembangkan terhadap degradasi bakteri *E.coli*.

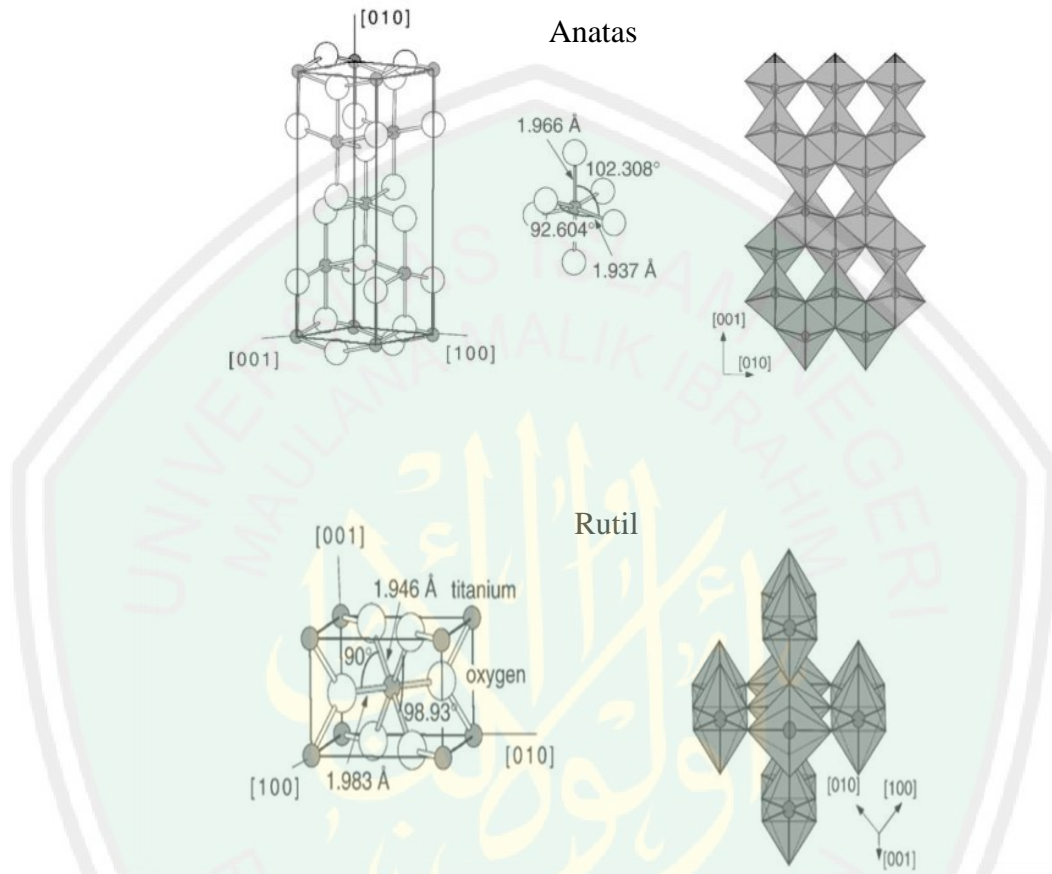
2.2 Semikonduktor TiO_2 sebagai Fotokatalis Proses Degradasi Bakteri *E.coli*

Fotokatalisis merupakan teknologi yang bersih dan efektif untuk degradasi berbagai jenis polutan dan bakteri. Hal ini diperlukan cahaya dan katalis untuk mempercepat transformasi kimia (Linsebigier, dkk., 1995 dalam Djarwanti, dkk., 2009). Material yang sering digunakan sebagai fotokatalisis adalah semikonduktor. Beberapa jenis semikonduktor yang bisa digunakan sebagai fotokatalisis antara lain, ZnO , TiO_2 , GaP, CdS, SiC. Namun hingga saat ini TiO_2 merupakan material yang dianggap paling cocok digunakan untuk aplikasi lingkungan secara luas. TiO_2 adalah semikonduktor yang paling sering digunakan dalam aplikasi reaksi fotokatalisis karena beberapa keunggulan berikut:

1. Indeks refraksi dan transmitansi baik pada infra merah dan cahaya tampak.
2. Stabilitas kimia dan cahaya baik.
3. Tidak beracun dan aman bagi manusia.
4. Harganya relatif terjangkau (Litter, 1996).
5. Aktivitas terjaga pada konsentrasi uap air mirip kelembaban udara ruang.

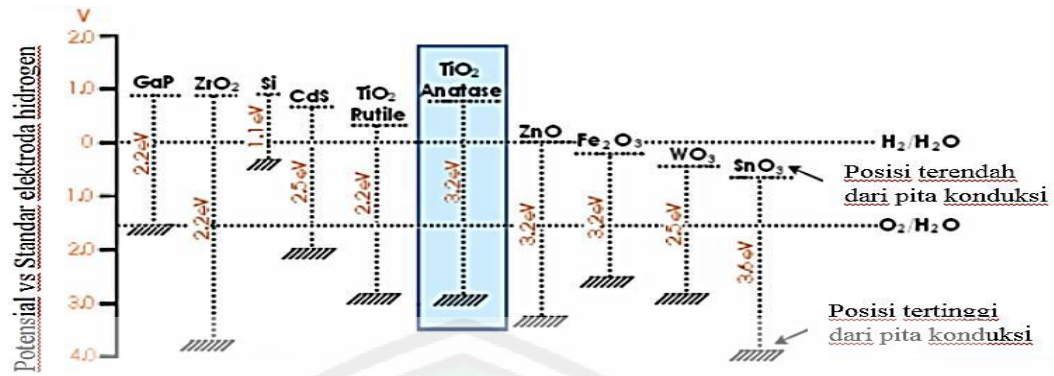
Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas TiO_2 sebagai fotokatalisis adalah bentuk kristalnya. TiO_2 memiliki tiga struktur kristal yaitu, rutil, anatas, dan brookit (Li, dkk., 2003 dalam Kedziora, 2012). Rutil dan anatas cukup stabil

dan bisa digunakan pada proses fotokatalisis, sedangkan brookit hanya ditemukan pada mineral Struktur kristal rutil dan anatase TiO₂ diperlihatkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur kristal TiO₂ anatase dan rutil (Deibold, 2002)

Struktur rutil lebih stabil pada suhu tinggi dan mulai terbentuk pada suhu 700 °C. Rutil memiliki energi celah pita (energi celah yang menggambarkan energi cahaya minimum untuk mengeksitasi elektron) sebesar 3,04 eV yang lebih dekat ke sinar tampak dengan panjang gelombang maksimum 413 nm. Sementara itu, kristal anatase memiliki luas permukaan lebih besar densitas permukaan aktif yang lebih tinggi untuk absorpsi dan katalisis (Guritno, 2012).

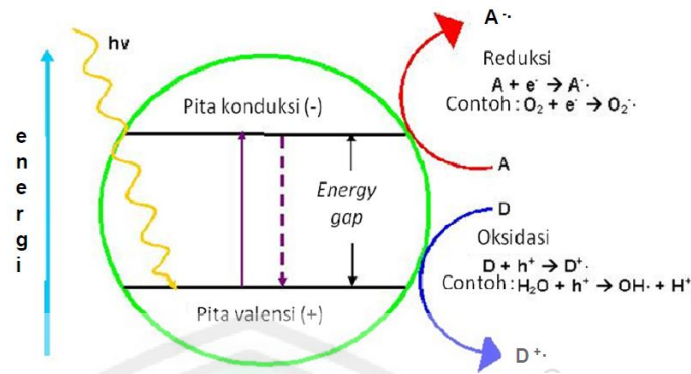


Gambar 2.4 Energi celah, posisi pita valensi (bawah) dan konduksi (atas) (Palupi, 2006)

Anatas merupakan tipe paling aktif karena memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV yang lebih dekat ke sinar ultraviolet dengan panjang gelombang maksimum 388 nm. Semakin kecil celah pita maka akan semakin mudah fotokatalis menyerap foton, namun kemungkinan rekombinasi h^+ dan e^- juga semakin besar sehingga kedua aspek ini perlu diperhatikan dalam pemilihan katalis (Slamet, 2007). Fasa rutil TiO₂ memiliki fotoaktivitas yang lebih rendah dari fasa anatas. Fotokatalisis TiO₂ mempunyai energi celah sebesar 3,2 eV seperti pada Gambar 2.5. Namun demikian, anatas cenderung bertransformasi menjadi rutil pada suhu tinggi sekitar 800 °C (Gupta, 2013).

2.3 Penggunaan Dopan Ag Sebagai Peningkatan Aktivitas Fotokatalisis

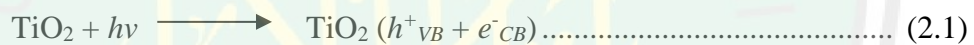
Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dijelaskan melalui Gambar 2.5 jika semikonduktor dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi sesuai, elektron (e^-) pada pita valensi akan mengalami fotoeksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif ($hole^+$, disingkat h^+) pada pita valensi.



Gambar 2.5 Fenomena fotoeksitasi elektron pada semikonduktor TiO₂

Tahapan reaksi fotokatalisis dapat diuraikan sebagai berikut :

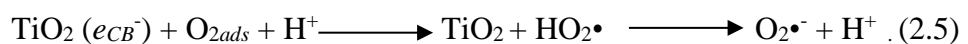
- a. Foton ($h\nu$) yang diserap oleh TiO₂ menyebabkan elektron (e^-) pada pita valensi (VB) tereksitasi ke pita konduksi (CB), dengan meninggalkan *hole* (h^+) pada pita valensi.

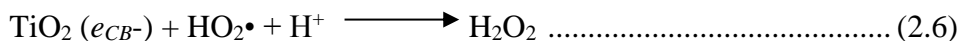


- b. Elektron dan *hole* dapat mengalami reaksi reduksi oksidasi dengan spesies seperti: OH⁻, senyawa organik, atau O₂ yang diabsorpsi pada permukaan titania. Elektron dari pita konduksi akan mengalami reduksi sedangkan *hole* dari pita valensi akan mengalami oksidasi.



- c. Pita konduksi elektron mereduksi spesies O₂ yang terabsorpsi menjadi superoksida ($\bullet\text{O}_2$) kemudian mengalami serangkaian reaksi berikut untuk menghasilkan $\bullet\text{OH}$.





Kemungkinan yang terjadi pada h^+ dan e^- yang tereksitasi sebagai berikut:

- d. Rekombinasi antara h^+ dan e^- , baik dipermukaan (*surface recombination*) ataupun didalam partikel semikonduktor (*volume recombination*).
- e. Pasangan e^- dan h^+ bertahan hingga permukaan semi konduktor, e^- menginisiasi reaksi reduksi dan h^+ menginisiasi reaksi oksidasi zat kimia disekitar permukaan semikonduktor. Reaksi ini adalah tahap penentu laju reaksi reduksi dan oksidasi pada proses fotokatalisis (Gunlazuardi, 2001). Semakin banyak e^- dan *hole* bertahan kepermukaan semikonduktor maka reaksi-reaksi fotokatalisis akan semakin efektif.

Aplikasi TiO_2 sangat luas digunakan, TiO_2 bisa digunakan untuk mendegradasi logam berat dan mendegradasi bakteri (Diebold, 2003). Namun, penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalisis masih terdapat kekurangan yaitu celah pita terlalu lebar dan hanya aktif pada sinar UV (Chen dan Mao, 2007 dalam Sandhyarani, dkk., 2014), selain itu salah satu yang menjadi hambatan dalam penggunaan katalis TiO_2 dalam fotokatalis adalah terjadinya rekombinasi yang sangat cepat dan menghasilkan efisiensi kuantum rendah (Diwald, dkk., 2004), sehingga perlu dilakukan dopan logam untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisinya.

Dopan logam telah digunakan secara luas sebagai material yang dapat dimanfaatkan untuk meningkatkan kemampuan fotokatalisis. Peningkatan ini berhubungan dengan efisiensi dan kemampuan inti dopan dalam menangkap pembawa muatan (*electron trapping*) dan menurunkan laju rekombinasi antara e^-

dan h^+ . Efek penambahan dopan tergantung pada beberapa faktor, yaitu metode penambahan, tipe, dan *loading* dopan. Perbandingan antara metode yang satu dengan lainnya sulit dilakukan karena adanya perbedaan metode preparasi dan kondisi eksperimen (Colon, 2006).

Penggunaan dopan yang digunakan adalah dopan dengan biaya murah dan ramah lingkungan. Beberapa syarat yang harus terpenuhi suatu logam dapat menjadi dopan yang berfungsi sebagai *electron trapper* pada proses fotokatalis adalah sebagai berikut (Somasundaram, 2006):

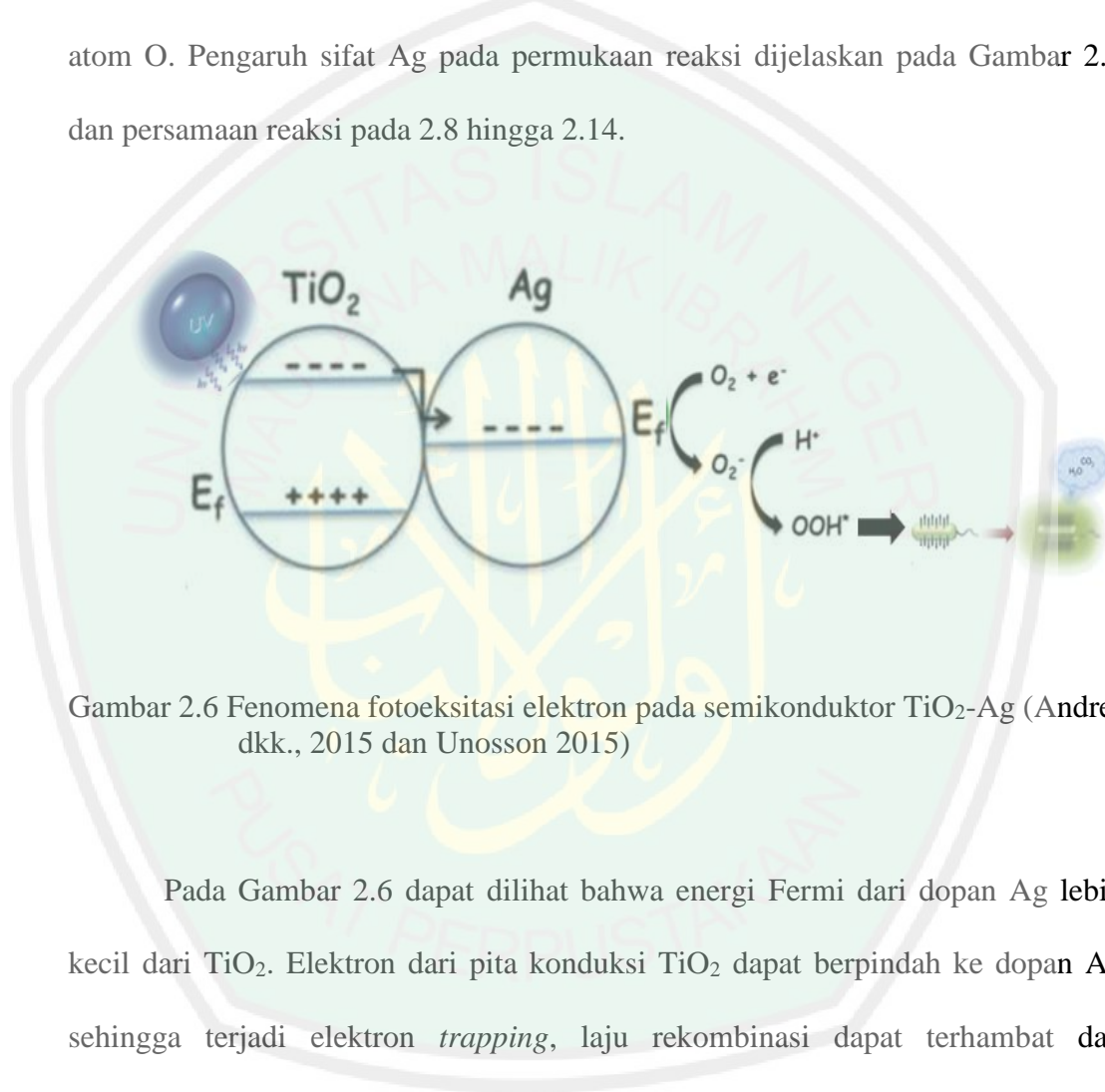
- a. Memiliki tingkat energi Fermi lebih kecil dari TiO_2 , e^- berpindah dari pita konduksi ke dopan logam, sementara h^+ tetap berada pada pita valensi.
- b. Memiliki *work function energy* (energi minimum yang dibutuhkan untuk mengambil e^- dari permukaan padatan) lebih besar dari TiO_2 (sebesar 4,6 eV); semakin besar perbedaan *work function energy* antara fotokatalis dan dopan logam, maka efisiensi *electron trapping* akan semakin meningkat.
- c. Memiliki potensial reaksi oksidasi lebih positif dari pita konduksinya, sehingga perpindahan elektron lebih baik.

Penelitian ini menggunakan dopan logam perak dan dicari komposisi optimum *loading* dopan untuk aktivasi fotokatalisis. Persyaratan sebagai dopan logam juga dipenuhi oleh logam perak sebagaimana dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik dopan logam perak (Somasundaram, 2006)

No	Parameter	Keterangan
1	Tingkat energi Fermi	Lebih rendah dari TiO_2
2	<i>Work function energy</i>	Lebih tinggi dari TiO_2 (4,74 eV)
3	Potensial reaksi oksidasi	Lebih positif dari pita konduksi (0,8 eV)

Untuk mempelajari efek elektronik dari Ag pada fasa anatas TiO₂. Andre, dkk. (2015) telah melakukan pendekatan secara komputasi dengan *Density Functional Theory* (DFT) meliputi studi permukaan *point defect* dan *bulk disorder*. Model struktur dari *heterostructure* TiO₂ dan Ag dimodelkan sebagai kluster [Ag₄] netral pada permukaan (101) TiO₂ dengan satu kekosongan oksigen pada tiap “*Topmost*” atom O. Pengaruh sifat Ag pada permukaan reaksi dijelaskan pada Gambar 2.6 dan persamaan reaksi pada 2.8 hingga 2.14.

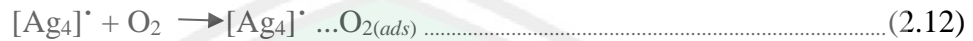
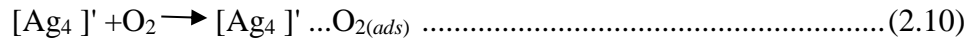


Gambar 2.6 Fenomena fotoeksitasi elektron pada semikonduktor TiO₂-Ag (Andre, dkk., 2015 dan Unosson 2015)

Pada Gambar 2.6 dapat dilihat bahwa energi Fermi dari dopan Ag lebih kecil dari TiO₂. Elektron dari pita konduksi TiO₂ dapat berpindah ke dopan Ag sehingga terjadi elektron *trapping*, laju rekombinasi dapat terhambat dan pembentukan radikal semakin meningkat. Pengaruh sifat pada permukaan reaksi yang terjadi antara elektron dan *hole* sebagai berikut :



Reaktivitas molekul oksigen dengan kompleks $[Ag]'$ pada permukaan Ag yang menghasilkan sebuah spesies yang diserap secara kimia atau *chemisorption*, dan penggabungan oksigen kedalam kisi:



Kluster yang terbentuk pada kompleks Ag juga berinteraksi dengan H^+ dan dipecah menjadi oksigen peroksida seperti berikut:



Radikal ($\bullet OOH$) yang dihasilkan selama penyinaran terhadap TiO_2 menyerang ikatan tak jenuh pada fosfolipid dalam bakteri *E.coli*. Reaksi peroksidasi pada lipid yang selanjutnya menyebabkan kerusakan struktur membran sel dan untuk itu fungsi terkait adalah mekanisme yang mendasari kematian sel (Sikong, dkk., 2012). Radikal ($\bullet OOH$) dapat bereaksi dengan sel mikroba, yang pada akhirnya menghasilkan oksidasi komponen seluler. Oleh karena itu, bahkan dengan morfologi aglomerat, nanopartikel menunjukkan aktivitas antimikroba karena sifat fisikokimia mengalami oksidasi (Andre, dkk., 2015).

Penggunaan dopan Ag pada fotokatalis telah terbukti mampu menginaktifkan bakteri *E.coli* (Guin, 2007; Ashakkarran, 2011). Penggunaan ion atau logam perak telah banyak digunakan pada dunia kesehatan, seperti pengobatan luka, tekstil, dan penjernihan air. Proses antibakteri menggunakan

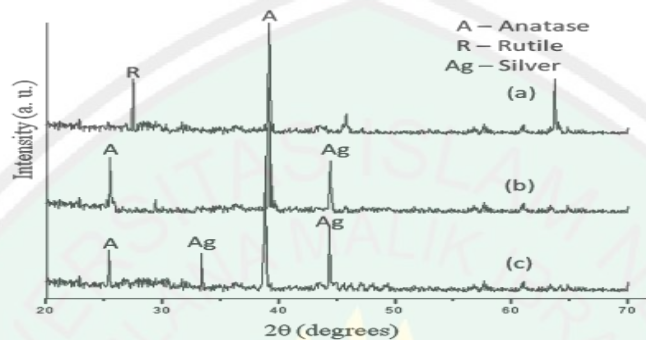
perak telah diuji pada *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*), *Pseudomonas aeruginosa* (*P. aeruginosa*), dan *E.coli* (Rai, 2009). Jika dibandingkan dengan bahan lain, ion atau logam perak memiliki beberapa kelebihan berikut:

- a. Efektif mengatasi kuman pada konsentrasi rendah dan jangka waktu yang lama (efek spektrum antiseptik luas).
- b. Tidak beracun dan menimbulkan efek samping bagi kulit (Guritno, 2011).
- c. Memiliki tingkat volatilitas rendah dan stabilitas suhu tinggi (Rai, 2009).

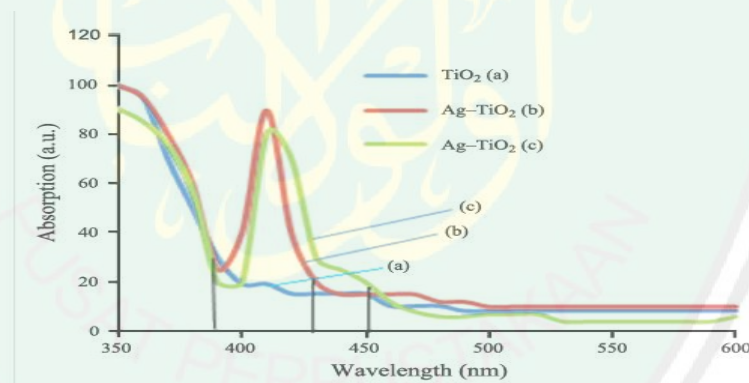
Ion perak juga dapat berinteraksi dengan dinding sel dan berikatan dengan dioksiribonukleat (DNA) serta asam ribonukleat (RNA) bakteri (Guritno, 2011). Pada kondisi ini, ion perak berlaku sebagai inhibitor dalam proses replikasi bakteri. Hal ini menyebabkan bakteri tersebut kehilangan kemampuan bertahan hidup akibat tidak mampu melakukan respirasi dan replikasi. Pada *E.coli*, ion perak menghambat pengambilan fosfat yang diperlukan pada proses respirasi dan mengeluarkan fosfat, manitol, suksinat, prolin, serta glutamin dari sel *E.coli* (Rai, 2009).

Penelitian sebelumnya (Gupta, dkk., 2013) terhadap aktivitas fotokatalisis TiO_2 sebagai kontrol dan TiO_2 terdoping Ag digunakan untuk mendegradasi bakteri *S. aureus*, *P.aeruginosa* dan bakteri *E.coli* dengan metode sol-gel. Adapun hasil karakterisasi dari XRD pada Gambar 2.8 yang memperlihatkan bahwa penambahan doping mempengaruhi fasa kristal, ketika ditambahkan doping Ag terjadi perubahan dari fasa campuran anatas rutil menjadi TiO_2 fasa anatas. Penambahan Ag terbukti mendorong pertumbuhan fasa anatas TiO_2 . Ukuran kristal TiO_2 terdoping Ag berbeda-beda, untuk TiO_2 terdoping Ag 3% ukuran kristal 18 nm dan untuk konsentrasi 7% ukuran kristalnya 16 nm. Adapun

karakterisasi UV-DRS seperti pada Gambar 2.9 terjadi penurunan celah pita TiO_2 3,15 menjadi 2,8 eV (3%), 2,7 (9%) TiO_2 terdoping Ag. Penambahan dopan Ag mengakibatkan fotokatalis TiO_2 memiliki serapan di daerah sinar tampak terutama daerah 400-450 nm.



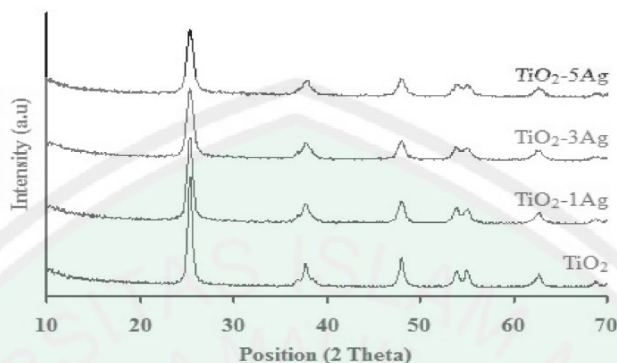
Gambar 2.7 Pola difraksi sinar-X a). TiO_2 b). TiO_2 terdoping Ag 3%, dan c). TiO_2 terdoping Ag 7% (Gupta, 2013)



Gambar 2.8 Hasil instrumentasi UV-DRS dari a). TiO_2 dan b). 3%, dan c). 7% TiO_2 terdoping Ag

Hal yang sama juga dilakukan Sangchay (2013) tentang kemampuan mereduksi terhadap TiO_2 sebagai kontrol dan TiO_2 terdoping Ag dengan variasi doping yang berbeda-beda. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah

metode sol-gel, dari penelitiannya didapatkan hasil karakterisasi XRD, seperti pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Pola difraksi sinar-X TiO_2 dan TiO_2 terdoping Ag

Hasil karakterisasi XRD Gambar 2.10 terhadap TiO_2 dan TiO_2 terdoping Ag dengan suhu kalsinasi $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dan terbentuk fasa anatase. Ukuran kristal yang didapatkan dari TiO_2 dan TiO_2 1, 3 dan 5% mol Ag dari fasa anatase antara 20,7 sampai 23,6. Namun pada hasil XRD tidak munculnya puncak perak hal ini dimungkinkan (a) komposisi perak yang sedikit (Sangchay, 2013), dan (b) perak mendoping pada kisi kristal TiO_2 baik dengan melalui substitusi atau interstisi.

Uji aktivitas yang digunakan dari penelitian Sangchay (2013) adalah uji aktivitas *metilen blue* (MB) dan kemampuan mereduksi bakteri *E.coli*. Hasil uji aktivitas bahwa TiO_2 terdoping Ag menunjukkan aktivitas terbaik pada uji bakteri *E.coli*. Uji aktivitas fotokatalisis terhadap bakteri *E.coli* dengan variasi waktu iradiasi seperti pada Tabel 2.2.

Tabel 2.3 Persentase degradasi bakteri *E.coli* TiO₂ dan TiO₂ terdoping Ag dibawah lampu UV (Sangchay, 2013)

Sampel	Waktu iradiasi sinar UV (menit)				
	0	15	30	45	60
TiO₂	0,00	14,29	20,00	42,86	51,43
TiO₂- 1 Ag	0,00	20,00	37,14	54,29	62,86
TiO₂- 3 Ag	0,00	48,00	63,71	70,86	84,00
TiO₂- 5 Ag	0,00	80,00	85,71	92,71	95,14

Berdasarkan Tabel 2.2 bahwa TiO₂ terdoping Ag mempunyai aktivitas fotokatalisis yang paling baik dari pada tanpa doping. Hal yang sama juga terdapat pada uji bakteri *E.coli*. Uji aktivitas paling baik terdapat pada TiO₂-5 mol% Ag dengan daya aktivitasnya 95,14 selama 60 menit dengan komposisi material fotokatalis 0,05/100 mL. TiO₂ terdoping Ag juga memiliki aktivitas fotokatalisis yang paling baik. Tabel 2.3 aktivitas fotokatalisis terhadap bakteri *E.coli* dari kedua tabel tersebut mempunyai persamaan yaitu aktivitas fotokatalis terbaik pada TiO₂-5 mol% Ag. Namun terdapat perbedaan dari kedua Tabel tersebut terhadap persen degradasi. Persen degradasi *E.coli* paling baik dibandingkan MB 52,30%, sehingga dapat disimpulkan daya aktif fotokatalisis pada katalis TiO₂ terdoping Ag sangat baik digunakan untuk uji aktivitas bakteri *E.coli*.

2.4 Sintesis Fotokatalis dengan Metode Sonikasi

Metode sonokimia merupakan metode solvolisis yang dibantu dengan iradiasi gelombang ultrasonik. Daerah yang digunakan untuk proses sonikasi adalah pada rentangan 20 kHz sampai 1 MHz. Suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair memiliki kemampuan terus menerus membangkitkan

semacam gelembung di dalam medium yang kemudian secepat kilat meletus. Gelembung yang meletus tadi bisa menghasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas.

Penciptaan dan luruhnya gelembung yang cepat memberikan efek transfer energi panas yang cepat. Gelembung-gelembung tadi bisa mencapai suhu 5000 K dan memiliki kecepatan pemanasan-pendinginan 1011 K/s. Selama terjadinya gelembung, kondisi fisika-kimia suatu reaksi bisa berubah drastis namun suhu medium yang teramati tetaplah dingin karena proses terbentuk dan pecahnya gelembung tadi terjadi dalam skala mikroskopik (Suslick, 1999).

Metode sonokimia memiliki beberapa kelebihan yaitu (Suslick, 1999):

1. Waktu reaksi lebih cepat dan hasilnya lebih banyak.
2. Membutuhkan energi yang lebih kecil dengan suhu reaksi rendah.
3. Memungkinkan reaksi *intermediate*/antara, untuk tahap reaksi berikutnya, misalnya tahap kalsinasi.
4. Reaksi tidak memerlukan katalis.

Penelitian (Neppolian, dkk., 2008) terhadap TiO_2 yang digunakan untuk mendegradasi senyawa 4-diklorofenol, digunakan variasi metode sonikasi dan sol-gel serta lama preparasi. Hasil penelitian tersebut, bahwa metode sonikasi dan sol-gel mempengaruhi ukuran kristal serta persen degradasi. Hasil terbaik didapatkan dengan metode sonikasi pada waktu preparasi 60 menit, dengan metode sonikasi dengan degradasi 4-diklorofenol sebesar 83% dengan ukuran kristal 11 nm, sehingga dapat dikatakan ukuran kristal mempengaruhi daya aktif fotokatalisis dan dapat diasumsikan semakin kecil ukuran kristal maka luas permukaan semakin besar.

2.5 Sintesis Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Manusia khususnya umat Islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi, diantara langit dan bumi, sebagaimana telah disinggung dalam al-Qur'an surat Ali Imran (3): 190–191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَبْصَارِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ

اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ سِيَّئًا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُحْحَانَكَ

فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka."* (Q.S Ali Imran/3: 190-191)

Shihab (2002) melaporkan bahwa yang dimaksud dengan *ulul albab* (orang-orang yang berakal) ialah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, serta mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah SWT dan senantiasa mengingat Allah SWT dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring. Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah SWT yang sia-sia atau tidak memiliki manfaat. TiO₂ termasuk salah satu ciptaan Allah SWT yang memiliki banyak manfaat, manfaat tersebut dapat ditingkatkan dengan jalan berpikir. Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah SWT yang sia-sia atau tidak memiliki manfaat. Logam termasuk salah satu

ciptaan Allah SWT yang memiliki banyak manfaat, manfaat logam khususnya TiO_2 dan Ag tersebut dapat ditingkatkan dengan jalan berfikir.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan 10 Maret-18 Oktober 2017 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Biokimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Bakteri *E.coli* didapatkan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) Universitas Gajah Mada. Pengambilan data XRD dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro (UNDIP), dan pengambilan data UV-DRS dilakukan di Laboratorium Afiliasi FMIPA Universitas Indonesia (UI), serta SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian antara lain: gelas arloji, spatula, neraca analitik, mortar agate, *furnace*, alumina krusibel, oven, gelas ukur 50 mL, corong glass, Erlenmeyer 100 mL, statif, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), difraksi sinar-X serbuk (XRD, *Philip E'xpert Pro*), dan spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy*, *scanning electron microscope-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX) tabung, autoklaf, kawat ose, korek dan cawan petri.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian adalah titanium (IV) isopropoksida (TIP) (sigma aldrich 98%), perak nitrat (AgNO_3) (merck), akuademin, etanol, alumunium foil, *nutrient broth* (NB) (merck), *nutrient agar* (NA), dan natrium klorida (NaCl).

3.3 Tahap Penelitian

1. Preparasi dari TiO_2 terdoping Ag metode sonikasi.
2. Karakterisasi TiO_2 dan TiO_2 terdoping Ag dengan XRD.
3. Karakterisasi daerah serapan sinar dan energi celah pita (*band gap*) dengan *diffuse reflectance spectroscopy*.
4. Karakterisasi morfologi dan komposisi dengan menggunakan SEM-EDX.
5. Peremajaan bakteri *E.coli*.
6. Pembuatan inokulum bakteri *E.coli*.
7. Uji aktivitas bakteri *E.coli*.
8. Perhitungan jumlah sel bakteri *E.coli*

3.4 Cara Kerja Sintesis TiO_2 dan TiO_2 Terdoping Ag 1, 3, 5, 7, dan 9%

3.4.1 Preparasi dari TiO_2 Terdoping Ag Metode Sonikasi

TIP sesuai dengan perhitungan disajikan pada Lampiran 1 yang dimasukkan ke dalam Erlenmeyer yang berisi etanol dengan volume setengah dari volume total etanol yang digunakan. Perak nitrat (AgNO_3) (1, 3, 5, 7 dan 9 %) ditambahkan ke dalam campuran TIP-etanol kemudian digoyang-goyangkan hingga seluruh perak nitrat melarut. Campuran etanol-akuademin dimasukkan ke dalam Erlenmeyer berisi campuran TIP-perak nitrat-etanol kemudian disonikasi

dengan *ultrasonic cleaning bath* dengan frekuensi 40 kHz dan intensitas ultrasonik $0,96 \text{ kWm}^{-2}$ selama 60 menit dan kemudian dikeringkan di udara. Endapan yang diperoleh diuapkan di dalam oven pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar agate dan dibentuk pelet. Pelet dikalsinasi pada suhu $450 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam.

3.4.2 Karakterisasi dan Analisis Struktur serta Ukuran Kristal TiO_2 dan TiO_2 Terdoping Ag dengan Difraksi Sinar-X

Material hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) serbuk untuk identifikasi struktur. Analisa XRD menggunakan sumber radiasi monokromator $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta(^{\circ}) = 10-90^{\circ}$. Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X.

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar ICSD untuk TiO_2 anatas (No. 159910) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO_2 setelah diberi perlakuan. Data XRD juga akan dilakukan proses *refinement* struktur dengan program *rietica* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel dapat ditentukan dengan menggunakan Persamaan 3.1.

$$D = \frac{(K \lambda)}{(\beta \cos \theta)} \dots\dots\dots(3.1)$$

dengan D adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), sedangkan β adalah integrasi luas puncak refleksi (*FWHM*, radian).

3.4.3 Karakterisasi dan Analisis Daerah Serapan Sinar serta Energi Celah Pita (*band gap*) dengan DRS (*Diffuse Reflectance Spectroscopy*)

Karakterisasi dengan *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS) dilakukan untuk mengetahui lebar celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada 195-800 nm. Data yang diperoleh selanjutnya akan dihitung melalui Persamaan teori Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2:

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

dengan $F(R'_{\infty})$ sebanding dengan transformasi Kubelka-Munk, notasi K adalah koefisien absorptansi, S adalah koefisien *scattering*, dan R'_{∞} adalah reflektansi relatif terhadap standar.

Perhitungan nilai ($F(R'_{\infty})$) dilakukan pada setiap sampel dengan terlebih dahulu mengubah persentase reflektansi ($\%R$) yang diperoleh menjadi reflektansi (R). Energi celah pita diperoleh dengan membuat grafik hubungan antara energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu x) dan $(F(R'_{\infty})h\nu)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi celah pita didapat dari kemiringan grafik antara $h\nu$ (sumbu x) dengan $(F(R'_{\infty})h\nu)^{n/2}$ (sumbu y) ketika $y=0$.

3.4.4 Karakterisasi Morfologi dan Komposisi Unsur dengan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM untuk menganalisa ukuran partikel dan morfologi permukaannya. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dengan tebal sekitar 8 nm. Selanjutnya sampel ditempatkan dalam sampel *holder* dengan ketebalan 12-15 mm. SEM akan menembakkan berkas

elektron berenergi tinggi yang akan dipantulkan sehingga ukuran dan bentuk objek terlihat dengan jelas. Hasil sintesis di SEM-EDX untuk mengetahui komposisi sampel yang dianalisis.

3.5 Uji Degradasi Bakteri *E. coli* oleh Material Fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 Terdoping Ag

3.5.1 Peremajaan Bakteri *E.coli*

Alat-alat yang digunakan disterilkan dengan cara dibungkus menggunakan aluminium foil atau kapas. Kemudian dimasukkan kedalam autoklaf pada suhu 121 °C dengan tekanan 15 Psi selama 15 menit. Media *nutrient agar* (NA) dibuat dengan cara diambil dengan diambil sebanyak 2 gram dilarutkan dalam 100 mL aquades dalam Erlenmeyer kemudian ditutup dengan aluminium foil. Suspensi dipanaskan hingga mendidih dan dimasukkan tabung reaksi secara *aseptic*. Media *nutrient agar* (NA) disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121 °C selama 15 menit dengan tekanan 15 Psi. Media dibiarkan pada suhu ruang selama 1 jam dengan posisi miring.

Biakkan bakteri *E.coli* diambil 1 ose kemudian digoreskan pada media *nutrien agar* (NA) miring secara *aseptic*. Tabung didekatkan ke api saat menggoreskan bakteri. Tabung kemudian ditutup dengan kapas dan diinkubasi selama 24 jam pada suhu 37 °C.

3.5.2 Pembuatan Inokulum Bakteri *E.coli*

Media *nutrien broth* (NB) diambil sebanyak 1,8 gram, dilarutkan dalam 100 mL aquades dalam Erlenmeyer kemudian ditutup dengan aluminium foil. Dipanaskan hingga mendidih dan dimasukkan kedalam tabung reaksi. Tabung

reaksi ditutup dengan kapas, disterilkan dalam autoklaf pada suhu 121 °C selama 15 menit dengan tekanan 15 Psi. Biakan murni bakteri *E.coli* diambil sebanyak 2 ose disuspensikan dalam 100 mL media NB. Kemudian diinkubasi pada suhu 37 °C selama 24 jam. Bakteri yang digunakan memiliki nilai *Optical Density* (O.D) 0,27 untuk bakteri *E.coli* setara dengan $7,8 \times 10^8$ cfu/mL.

3.5.3 Uji Degradasi Bakteri *E. coli*

Inokulum *E.coli* disiapkan yang mempunyai nilai O.D 0,27 sebanyak 30 mL. Kemudian ditambahkan TiO₂-Ag sesuai perlakuan dioptimasi sebanyak 0,05 gram kemudian dihomogenkan. Sampel dipaparkan dengan lampu UV 40 W dioptimasi selama 60 menit dengan perlakuan *stirring* selama proses reaksi. Kemudian dihitung jumlah *E.coli* yang mati dengan metode *pour plate* (metode tuang). Penentuan aktivitas antimikroba secara kuantitatif dilakukan dengan cara menghitung persentase reduksi biakan bakteri. %R dihitung berdasarkan Persamaan 3.3:

$$R = 100 \frac{(B-A)}{B} \dots\dots\dots(3.3)$$

dengan *R* adalah % reduksi pertumbuhan bakteri, *A* adalah TiO₂ jumlah bakteri *E.coli* yang tumbuh dengan material dan iradiasi lampu UV, *B* adalah jumlah bakteri *E.coli* yang tumbuh tanpa iradiasi dan tanpa material TiO₂.

3.5.4 Perhitungan Jumlah Sel Bakteri

Tabung reaksi sebanyak 7 buah diisi dengan NaCl 0,9% steril sebanyak 9 mL. Inokulum bakteri *E.coli* dalam media NB diambil sebanyak 1 mL dan dihomogenkan dengan *vortex* dan dihitung sebagai pengenceran pertama (10^{-1}).

Larutan dari tabung pertama dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan kedalam tabung kedua sehingga diperoleh pengenceran tingkat kedua (10^{-2}). Demikian seterusnya hingga dapat pengenceran 10^{-10} . Penghitungan jumlah sel bakteri dilakukan dengan metode *total plate count* (TPC). Masing-masing pengenceran diambil sebanya 1 mL dan dimasukkan dalam cawan petri yang berisi media NA. Cawan petri digoyang-goyang hingga merata dan didiamkan hingga membeku kemudian diinkubasi dengan posisi terbalik selama 24 jam pada suhu 37 °C. Cara menghitung, dipilih cawan petri yang mempunyai koloni antar 30-300. Jika perbandingan antara kedua pengenceran < 2 , maka nilai yang dimbil adalah rata-rata dari kedua nilai tersebut dengan memperhatikan nilai pengencerannya. Jika perbandingan > 2 , maka diambil yang terbesar atau yang terkecil.

$$\text{Perhitungan jumlah bakteri} = \text{jumlah koloni tiap cawan} \times \frac{1}{f_p} \text{cfu} \dots \dots \dots (3.4)$$

dengan F_p adalah faktor pengenceran yang dirumuskan pada persamaan 3.5:

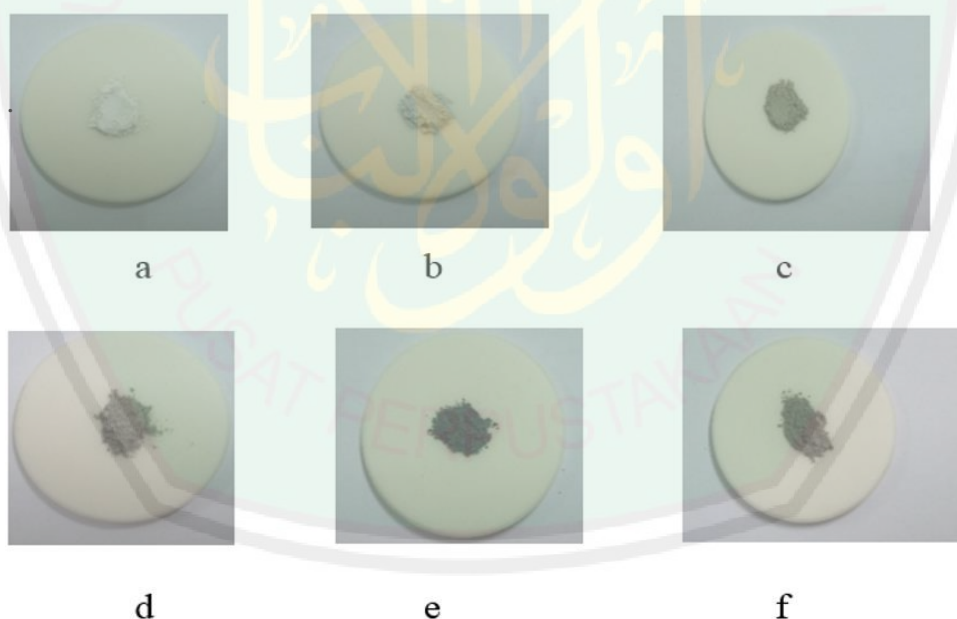
$$\text{Faktor Pengenceran} = \text{pengenceran } (x) \text{ jumlah yang diencerkan} \dots \dots \dots (3.5)$$

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

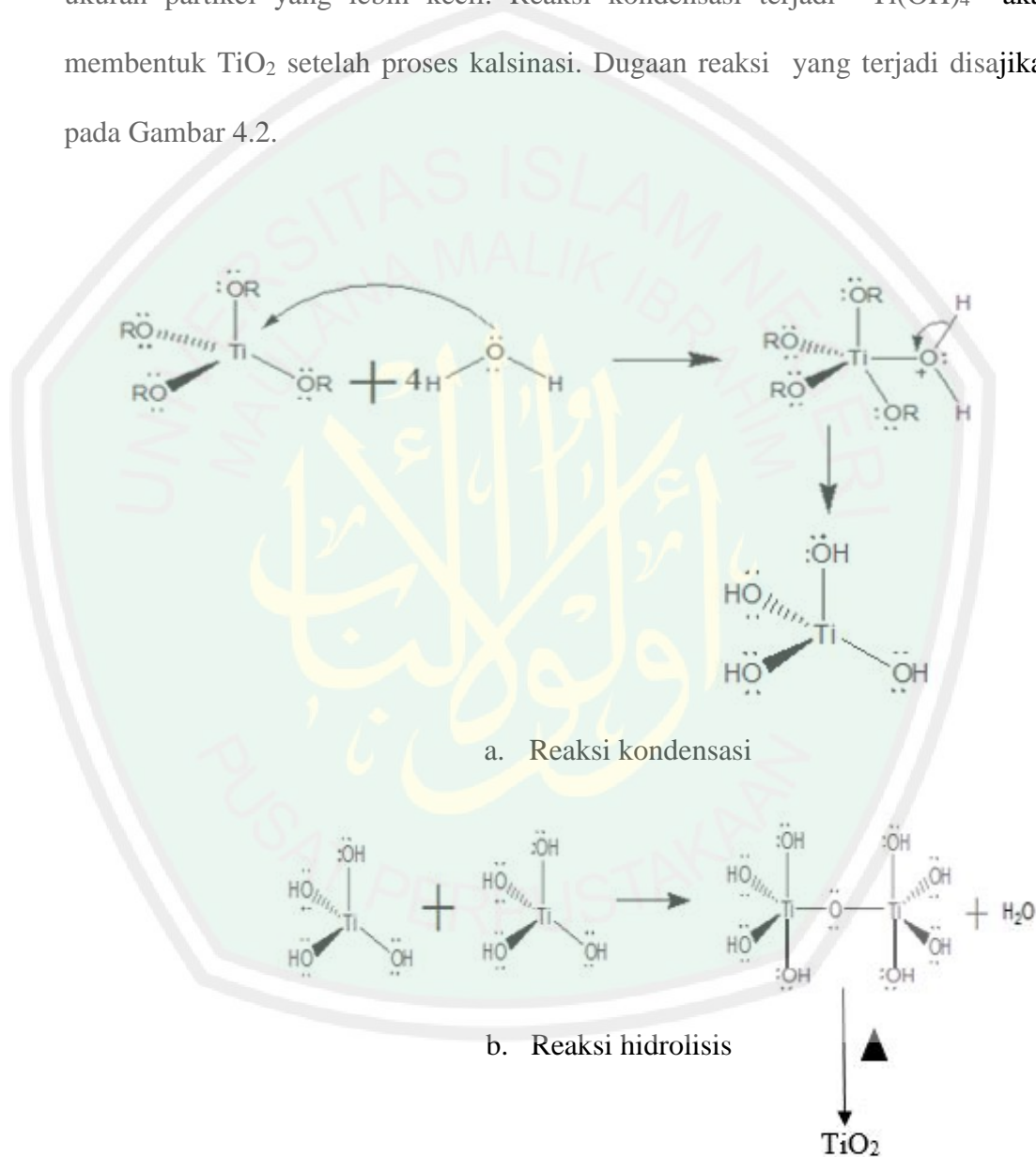
4.1 Hasil Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO_2) Terdoping Perak (Ag) Variasi Konsentrasi dengan Metode Sonikasi

Hasil sintesis TiO_2 terdoping Ag dengan variasi konsentrasi dopan diperlihatkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan Gambar 4.1 setelah kalsinasi terjadi perubahan warna abu (Gupta, 2013) yang menunjukkan terjadinya reaksi antara TiO_2 dengan dopan selama proses kalsinasi. Hasil pengamatan dengan penambahan konsentrasi dopan perak memberikan perbedaan yang cukup signifikan terhadap warna menjadi semakin gelap, dan mengkilap (*reflektif*).



Gambar 4.1 Hasil sintesis setelah kalsinasi a). TiO_2 b). TiO_2 -1% c). TiO_2 -3% d). TiO_2 -5% e). TiO_2 -7%, dan f). TiO_2 -9% Ag

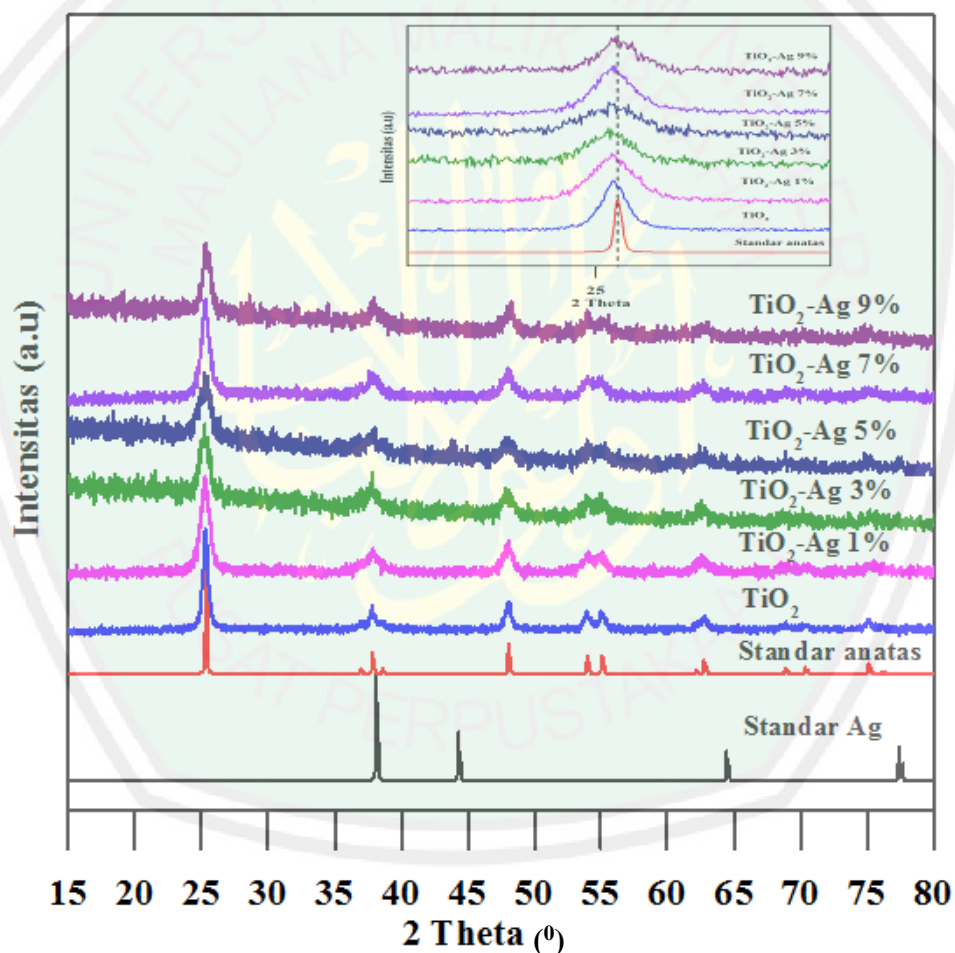
Selama proses sintesis material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Ag}$, adanya laju hidrolisis Titanium isopropoksida (TIP) yang terjadi dengan air berjalan dengan cepat sehingga air dicampurkan dengan etanol untuk memperlambat laju hidrolisis dari TIP menjadi $\text{Ti}(\text{OH})_4$. Laju hidrolisis yang lambat diharapkan menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil. Reaksi kondensasi terjadi $\text{Ti}(\text{OH})_4$ akan membentuk TiO_2 setelah proses kalsinasi. Dugaan reaksi yang terjadi disajikan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Reaksi hidrolisis dan kondensasi

4.2 Analisis Karakteristik Struktur Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO_2) Terdoping Perak (Ag) Menggunakan Difraksi Sinar-X

Karakteristik menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui perubahan fasa struktur TiO_2 tanpa doping dengan TiO_2 -Ag dengan variasi konsentrasi Ag 0, 1, 3, 5, 7, dan 9% pada suhu kalsinasi 450 °C. Hasil pada difraktogram XRD yang didapat selanjutnya dibandingkan dengan standar ICSD untuk TiO_2 anatas (No. 159910) terdapat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X TiO_2 dan TiO_2 -Ag pada variasi konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan, 9% pada suhu kalsinasi 450°C

Berdasarkan pola difraksi XRD ditunjukkan pada Gambar 4.3 bahwa puncak TiO_2 dengan TiO_2 terdoping Ag tidak ada perubahan yang jauh antara TiO_2 tanpa doping dengan TiO_2 dengan doping. Hasil difraktogram tersebut sesuai dengan ICSD (No.15990) untuk fasa anatase. Hasil difraktogram dari XRD bahwa tidak ada puncak Ag yang muncul kecuali pada konsentrasi dopan 5% pada nilai $44,5^\circ$. Hal ini dapat disebabkan karena adanya beberapa faktor yang mempengaruhi tidak munculnya Ag pada difraktogram XRD, (a) komposisi perak yang sedikit (Sangchay, 2013), dan (b) perak mendoping pada kisi kristal TiO_2 baik melalui interstisi.

Alhartomy (2014) menyatakan bahwa dopan yang masuk pada kisi TiO_2 kemungkinan yang terjadi interstisi atau terjadi substitusi. Sifat-sifat seperti struktur kristal, keelektronegatifan, dan ukuran atom yang menentukan substitusi jika sesuai dengan kisi TiO_2 . Pada kasus sintesis TiO_2 terdoping Ag, jari-jari ion perak ($0,115 \text{ \AA}$) lebih besar daripada Ti^{4+} ($0,0605 \text{ \AA}$) sehingga perbedaan jari-jari atom keduanya $90,08\%$ (lebih dari 15%). Oleh karena itu diprediksikan sistem TiO_2 -Ag sulit terjadi substitusi tetapi kemungkinan yang terjadi bahwa perak berada dipermukaan TiO_2 . Pada konsentrasi 5% Ag terdapat puncak di $2\theta 44,5^\circ$, puncak tersebut bersesuaian dengan puncak standar Ag sehingga interaksi TiO_2 dan Ag diprediksi berada dalam sistem heterostruktur.

Analisa lebih lanjut dilakukan proses *refinement* untuk mengetahui parameter sel satuan dari struktur TiO_2 dan TiO_2 terdoping Ag dengan variasi konsentrasi menggunakan program *reitica* dengan metode Le-Bail. Program *reitica* yang digunakan menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan data perhitungan. Data standar untuk TiO_2 adalah data masukan

model perhitungan yang diambil dari ICSD untuk TiO_2 anatase (No. 159910) yang memiliki grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel $a=b=3,7927(0)$ (Å), $c=9,5091$ disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter sel satuan TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-Ag}$ 1, 3 %

Parameter	TiO_2	$\text{TiO}_2\text{-1% Ag}$	$\text{TiO}_2\text{-3% Ag}$
Grup ruang	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4	4	4
a (Å)	3,788 (2)	3,787 (2)	3,79 (7)
b (Å)	3,788 (2)	3,787 (2)	3,79 (7)
c (Å)	9,51 (8)	9,492 (7)	9,5 (8)
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	136,4947	136,38	136,5038
R_p (%)	7,42	7,89	10,1
R_{wp} (%)	8,40	9,34	11,7
GoF (χ^2)	0,128	0,127	0,193

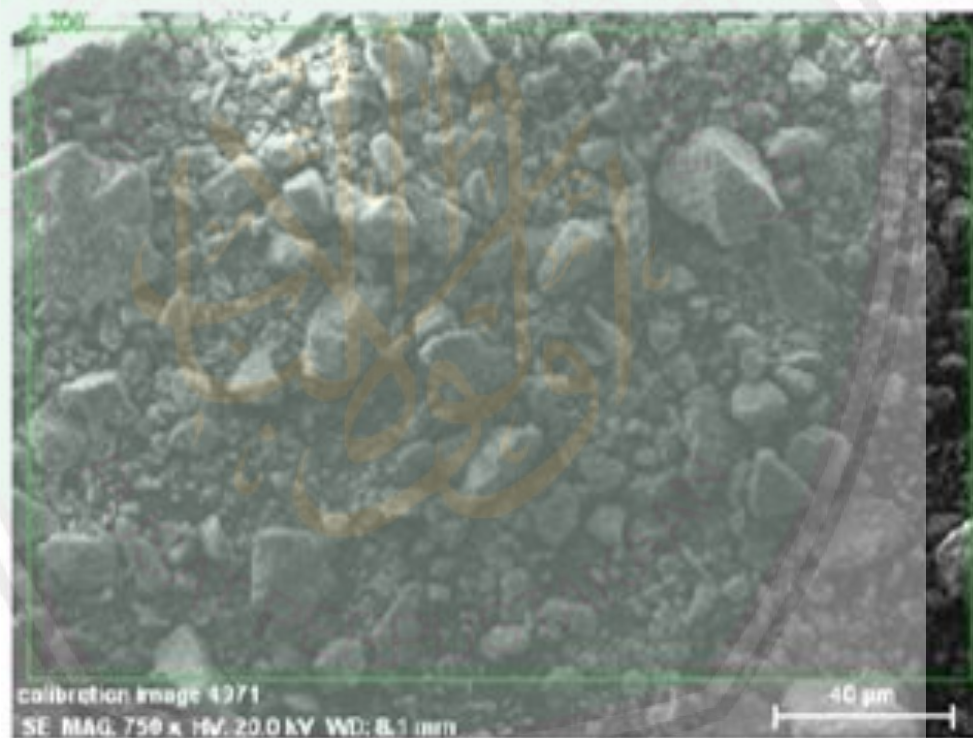
Tabel 4.2 Parameter sel satuan TiO_2 dan $\text{TiO}_2\text{-Ag}$ 5, 7, dan 9% Ag

Parameter	$\text{TiO}_2\text{-5% Ag}$	$\text{TiO}_2\text{-7% Ag}$	$\text{TiO}_2\text{-9% Ag}$
Grup ruang	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4	4	4
a (Å)	3,781 (8)	3,793 (7)	3,781 (9)
b (Å)	3,781 (8)	3,793 (7)	3,781 (9)
c (Å)	9,484 (8)	9,512 (7)	9,484 (13)
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	135,59	136,897	135,593
R_p (%)	8,58	9,58	8,59
R_{wp} (%)	10,14	11,96	10,14
GoF (χ^2)	0,23	0,123	0,23

Berdasarkan hasil *refinement* didapatkan bahwa TiO_2 terdoping perak dengan variasi konsentrasi mengkristal dalam kisi tetragonal dengan grup ruang $I4_1/amd$ untuk fasa anatase dimana kisi kristal dalam bentuk tetragonal dengan satuan asimetrik (Z) 4. Perbedaan jari-jari sebesar 47,39% akan mengakibatkan distorsi kisi yang cukup jauh jika Ti^{4+} diganti sebagian oleh Ag^+ . Distorsi kisi

tersebut akan teramati pada panjang parameter a , c atau pengembangan volume kristal. Parameter kisi tidak mengalami perubahan jauh pada berbagai variasi dopan yang ditambahkan. Hal ini mengindikasikan bahwa Ag tidak mensubstitusi ion Ti^{4+} dalam kisi TiO_2 .

Data parameter kisi dari hasil *refinement* selanjutnya di uji dengan EDX untuk mengetahui keberadaan dan komposisi material Ag yang terdoping pada TiO_2 . Hasil karakterisasi SEM pada TiO_2 terdoping Ag 9% diperlihatkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Karakterisasi SEM TiO_2 -9% Ag dengan perbesaran 750 kali

Gambar 4.4 menunjukkan hasil karakterisasi SEM-EDX pada TiO_2 -9% Ag dengan perbesaran 750 kali. Hasil pengujian EDX TiO_2 - 9% Ag didapat persentase unsur-unsur yang terkandung antara lain seperti tercantum pada Tabel

4.3. Berdasarkan data SEM-EDX tersebut diketahui bahwa Ag terdeteksi dalam fotokatalisis hasil sistem TiO₂-Ag.

Tabel 4.3 Komposisi TiO₂-9% Ag hasil EDX

Unsur	Berat (%)	eV
Ti	47,92	0,452
O	44,81	0,525
Ag	7,28	0,352

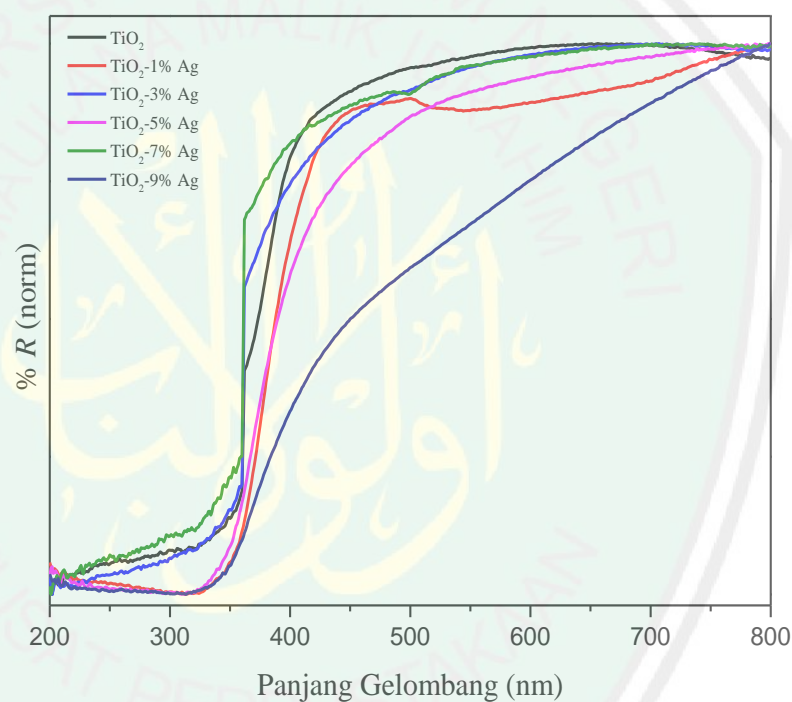
Ukuran kristal TiO₂ pada berbagai variasi konsentrasi dopan perak berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer ditampilkan dalam Tabel 4.4. Berdasarkan Tabel 4.4 dengan penambahan dopan perak menyebabkan terjadinya penurunan ukuran kristal dibanding TiO₂ tanpa dopan. Hal ini dimungkinkan bahwa material fotokatalis yang memiliki ukuran sangat kecil dapat memberikan aktivitas fotokatalisis yang sangat baik. Oleh karena itu semakin kecil ukuran kristal maka luas permukaan fotokatalis semakin besar sehingga diharapkan aktivitas fotokatalis semakin besar.

Tabel 4.4 Ukuran kristal material TiO₂-Ag

Material	Crystallite size (nm)
	Anatas
TiO ₂	18,97
TiO ₂ -1% Ag	10,1
TiO ₂ -3% Ag	9,54
TiO ₂ -5% Ag	8,93
TiO ₂ -7% Ag	11,67
TiO ₂ -9% Ag	10,1

4.3 Analisis Karakteristik Serapan Sinar TiO₂-Ag menggunakan UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)

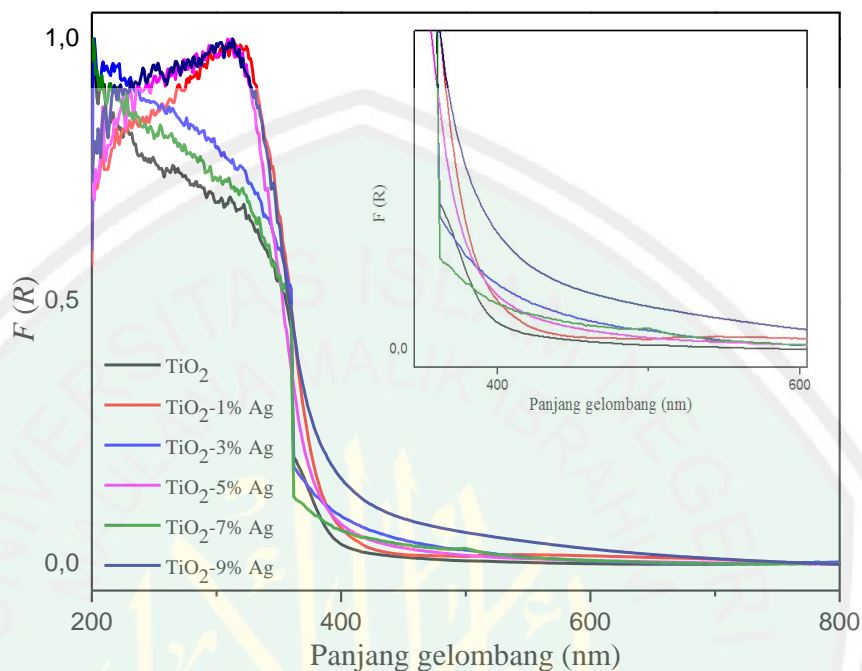
Pengukuran dengan menggunakan DRS untuk mengetahui karakter serapan pada daerah dengan panjang gelombang baik UV maupun Sinar tampak dengan kisaran panjang gelombang 200-800 nm dan menentukan celah pita yang dihasilkan oleh semikonduktor hasil sintesis. Hasil pengukuran spektroskopi UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Spektra reflektansi (%) vs panjang gelombang

Berdasarkan Gambar 4.5 TiO₂ terdoping Ag mengalami penurunan reflektansi dibanding TiO₂ tanpa dopan. TiO₂ terdoping perak 9% mengalami nilai penurunan reflektansi yang signifikan dibandingkan konsentrasi 1, 3, 5, dan 7%. Perubahan nilai reflektansi teramati pada daerah UV dan daerah sinar

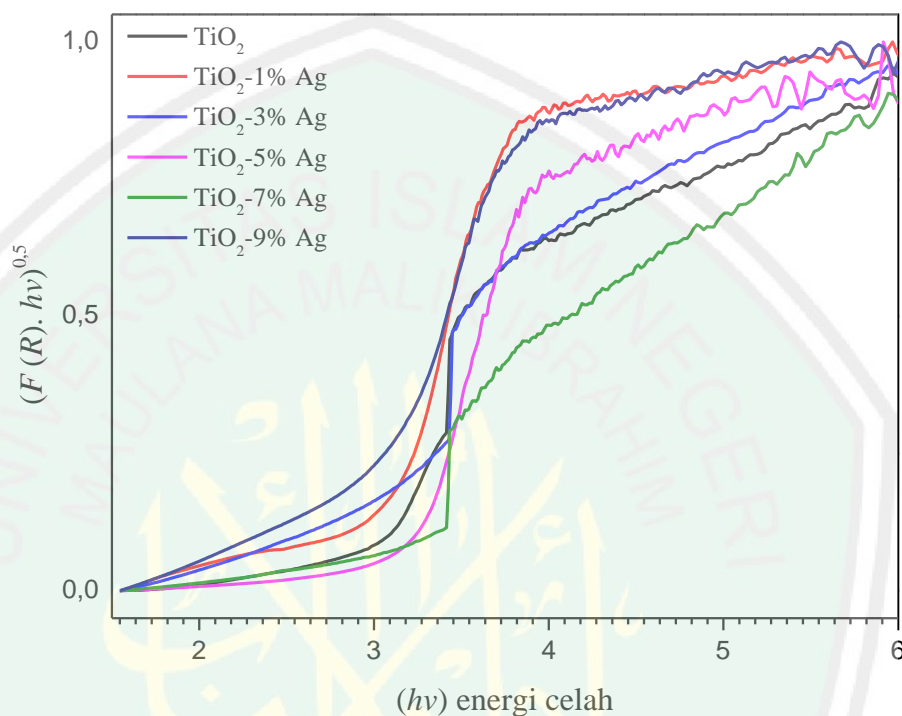
tampak yakni sekitar 350-800 nm. Penentuan nilai koefisien absorpsi dari nilai reflektansi tersebut disajikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Fungsi Kubelka-Munk ($F(R)$) vs panjang gelombang

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa fungsi Kubelka-Munk (sumbu y) yang mewakili koefisien absorpsi per *scattering* mengalami perubahan nilai dengan adanya dopan Ag. TiO_2 terdoping Ag pada berbagai variasi konsentrasi memiliki nilai koefisien absorpsi yang lebih besar dibanding TiO_2 tanpa dopan baik pada daerah sinar UV (200-365 nm) maupun sinar tampak (365-700 nm), konsentrasi dopan 9% menghasilkan peningkatan nilai absorpsi terbesar pada daerah sinar tampak seperti diperlihatkan pada Gambar *inset*. Berdasarkan penurunan nilai reflektansi kenaikan nilai koefisien absorpsi tersebut TiO_2 terdoping Ag diprediksi akan lebih efektif dalam menyerap sinar baik UV maupun

Sinar tampak dengan respon serapan sinar optimum diperoleh pada konsentrasi Ag 9%. Pengaruh dopan Ag terhadap perubahan nilai energi celah pita diperlihatkan pada Gambar 4.7 dan dirangkum pada Tabel 4.5.



Gambar 4.7 Plot $(F(R).hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) untuk penentuan energi celah pita

Tabel 4.5 Daerah energi celah pita dan serapan sinar material sintesis

Material	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO ₂	3,4	365
TiO ₂ -1% Ag	3,0	413,6
TiO ₂ -3% Ag	3,3	376
TiO ₂ -5% Ag	3,1	400,23
TiO ₂ -7% Ag	3,25	381,79
TiO ₂ -9% Ag	2,8	443,15

Tabel 4.5 memperlihatkan nilai energi celah pita material fotokatalis TiO₂-Ag dengan variasi konsentrasi. Penurunan energi celah pita optimum terjadi pada konsentrasi 9% yaitu sebesar 2,8 eV dengan panjang gelombang 454,56 nm. Hal ini sesuai dengan peningkatan nilai absorpsi pada Gambar 4.6 dan 4.7. Andre, dkk. (2015) melaporkan ada beberapa faktor yang menyebabkan penurunan energi celah pita TiO₂ terdoping Ag antara lain: (a) peningkatan cacat kristal TiO₂ dengan adanya penambahan dopan Ag. Cacat kristal tersebut dapat memberikan tingkat energi baru dalam kisi TiO₂ terdoping; (b) dopan Ag memberikan tingkat energi elektronik terlokalisasi (tidak bisa berpindah-pindah) dalam kisi TiO₂. Tingkat energi baru tersebut dapat juga teramati dengan adanya *tail* (ekor) pada spektrum absorpsi.

4.4 Uji Degradasi Bakteri *E.coli* oleh Material Fotokatalis TiO₂ dan TiO₂ Terdoping Ag

Uji degradasi yang digunakan dalam penelitian adalah Bakteri *E.coli*. Bakteri *E.coli* berasal dari limbah industri sehingga air yang berasal dari lingkungan tercemar akibat adanya bakteri *E.coli*. Peneliti menggunakan bakteri *E. coli* sebagai uji degradasi yang mana kedepannya bisa diaplikasikan lebih jauh pada lingkungan karena keberadaan bakteri *E.coli* khususnya dilingkungan perairan yang paling banyak ditemukan, sehingga perlu dilakukan uji degradasi *E.coli* untuk meminimalisir keberadaan bakteri *E. coli* di lingkungan.

4.4.1 Pembuatan Inokulum

Bakteri *E. coli* pada media miring diambil 1 ose kemudian dipindahkan pada media cair. Media cair berisi bakteri *E.coli* diinkubasi selama 18 jam pada

suhu ruang. Selama 18 jam bakteri *E.coli* mengalami fase logaritmik dimana pada fase ini bakteri *E.coli* mengalami pertumbuhan dan berkembang biak (Walpajri, 2014). Bakteri yang berada pada media cair *nutrient broth* (NB) diuji kekeruhan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 600 nm. Inokulum yang dipakai dengan nilai kekeruhan atau *optical density* (O.D) sebesar 0,27 yang setara dengan jumlah koloni sel $7,8 \times 10^8$ cfu/mL.

4.4.2 Uji Konfirmasi Efek Antibakteri Material TiO₂ dan TiO₂-Ag

Uji konfermasi efek antibakteri dilakukan secara kualitatif dengan menggunakan metode zona hambat untuk mengetahui pengaruh dari material TiO₂ dan TiO₂ terdoping Ag dengan variasi konsentrasi. Hasil dari uji kualitatif bahwa TiO₂ terdoping Ag dengan konsentrasi 5, 7, dan 9% dengan konsentrasi material 0,02 gr/10 mL tanpa penyinaran menunjukkan adanya kemampuan dalam menghambat pertumbuhan bakteri dengan nilai zona hambat masing-masing tersebut 4,9 mm, 2,6 mm, dan 3,8 mm. Namun pada TiO₂ tanpa doping dengan TiO₂-1, 3% Ag tidak menunjukkan adanya zona hambat. Zona hambat yang terdapat pada TiO₂ tanpa doping dan TiO₂ 1, 3 % Ag sangat kecil sehingga pengaruh aktivitas antibakteri sangat kecil. Oleh karena itu, logam TiO₂ tanpa dopan dengan TiO₂-Ag variasi konsentrasi mampu membunuh bakteri tanpa bantuan sinar UV.

4.4.3 Uji Degradasi Bakteri *E.coli*

Hasil inokulum dengan nilai O.D 0,27 setara dengan jumlah sel $7,8 \times 10^8$ cfu/mL dilakukan uji degradasi bakteri *E. coli*. Material fotokatalis TiO₂ dan TiO₂

terdoping Ag diambil sebanyak 0,05 g dimasukkan pada 30 mL inokulum. Selanjutnya dipaparkan pada sinar UV 400 W selama 60 menit dan *distering*. Kemudian diambil 1 mL dipindahkan ke cawan petri yang berisi media padat *nutrien agar* (NA) di diamkan selama 24 jam dan dihitung jumlah koloni dengan menggunakan metode *total plate count* (TPC). Selama proses uji aktivitas degradasi *E.coli* sampel TiO₂-9% Ag memiliki aktivitas paling optimum dibandingkan dengan TiO₂, dan TiO₂-Ag 1 sampai 9%. Material fotokatalis TiO₂-9% Ag memiliki persentase degradasi paling baik dikarenakan memiliki ukuran kristal yang kecil < 15 nm, penurunan reflektansi dan kenaikan absorbansi terbesar serta energi celah pita terendah 2,8 eV.

Selama proses penyinaran material fotokatalis TiO₂-Ag dengan lampu UV menghasilkan Radikal (\bullet OOH) yang dihasilkan selama penyinaran mampu merusak dinding sel terjadi reaksi oksidasi lanjut sampai pada membran sitoplasma. Reaksi oksidatif yang terjadi pada membran sitoplasma menyebabkan keluarnya cairan-cairan terdapat didalam sel, sehingga terjadi osmosis pada sel gram negatif. Reaksi terjadi selama proses lisis adalah adanya ikatan tak jenuh pada fosfolipid dalam bakteri *E.coli*. Reaksi peroksidasi pada lipid yang selanjutnya menyebabkan kerusakan struktur membran sel dan untuk itu fungsi terkait adalah mekanisme yang mendasari kematian sel (Sikong, dkk., 2012). Radikal (\bullet OOH) dapat bereaksi dengan sel mikroba, yang pada akhirnya menghasilkan oksidasi komponen seluler (Andre, dkk., 2015). Viabilitas koloni bakteri *E.coli* pada beberapa konsentrasi dapat dilihat pada Lampiran 4 dan disajikan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Jumlah koloni hidup bakteri *E.coli*

Jenis sampel	Rata-rata jumlah koloni (<i>cfu/mL</i>)	% Reduksi
TiO ₂	3,4 x 10 ⁸	26,08 %
TiO ₂ -1% Ag	2,5 x 10 ⁸	45,70 %
TiO ₂ -3% Ag	1,3 x 10 ⁸	71,74%
TiO ₂ -5% Ag	1,7 x 10 ⁸	61,76 %
TiO ₂ -7% Ag	6,7 x 10 ⁶	98,48 %
TiO ₂ -9% Ag	3,5 x 10 ⁵	99,78 %

Berdasarkan Tabel 4.5 TiO₂ tanpa dopan menghasilkan jumlah koloni hidup sebesar 3,4 x 10⁸ *cfu/mL* dengan persentase degradasi 26,08%. Persentase degradasi tersebut lebih rendah dibanding TiO₂ terdoping Ag pada berbagai variasi konsentrasi. Hal ini dapat disebabkan tingginya nilai reflektansi, rendahnya absorpsi baik di UV ataupun di Sinar tampak dan tingginya energi celah pita (3,3 eV). TiO₂ tanpa dopan juga memiliki ukuran kristal yang paling besar (18,97 nm), dimungkinkan luas permukaan katalis yang lebih kecil, sehingga aktivitasnya lebih rendah. Hal ini sekaligus menunjukkan bahwa adanya dopan Ag secara efektif dapat meningkatkan kemampuan degradasi bakteri *E.coli* dari semikonduktor TiO₂.

Secara umum, persen degradasi bakteri mengalami kenaikan seiring jumlah kenaikan konsentrasi dopan. Meskipun demikian, dopan Ag 5% mengalami penurunan persen degradasi dibanding dopan Ag 3%. Aktivitas degradasi dari suatu fotokatalisis secara umum dipengaruhi oleh beberapa variabel terikat seperti struktur material fotokatalis, kristalinitas, luas permukaan, *life time* elektron dan *hole*, serapan sinar dan energi celah pita dari material. Faktor struktur dan kristalinitas secara signifikan tidak mengalami perbedaan pada berbagai konsentrasi Ag. Namun, pada konsentrasi Ag 5% terdeteksi puncak XRD untuk

fasa Ag pada 2θ $44,5^\circ$. Terdeteksinya fasa Ag yang disebabkan adanya aglomerasi Ag pada permukaan TiO_2 . Aglomerasi dapat menurunkan luas area spesifik material sehingga dapat menurunkan aktivitas fotokatalisis.

Peningkatan konsentrasi dopan Ag diduga dapat meningkatkan laju penjebakan elektron yang menurunkan probabilitas rekombinasi dari elektron dan *hole*. Namun, pada konsentrasi tersebut cacat kristal yang disebabkan oleh adanya dopan dapat menjadi situs rekombinasi, sehingga aktivitas fotokatalis menurun. Faktor rekombinasi elektron dan *hole* tidak dipelajari pada riset ini sehingga penurunan nilai degradasi pada konsentrasi 5% Ag tidak dapat dijelaskan secara rinci.

Pada konsentrasi 7 dan 9% perbedaan aktivitas tidak berbeda jauh dengan aktivitas optimum pada dopan Ag 9%. Jika dilihat dari serapan sinarnya TiO_2 -9% Ag memiliki penurunan nilai reflektansi dan kenaikan absorpsi yang lebih besar daripada TiO_2 -7% Ag. Nilai celah pita TiO_2 -9% (2,8 eV) Ag mengalami penurunan yang lebih signifikan dibanding TiO_2 -7% Ag (3,25 eV). Meskipun pada nilai persen degradasi TiO_2 -7 dan 9% Ag tidak berbeda secara signifikan. Namun pada konsentrasi dopan 9% Ag mengalami penurunan viabilitas koloni sel $3,5 \times 10^5$ cfu/mL sedangkan pada konsentrasi dopan 7% Ag mengalami penurunan nilai viabilitas koloni sel pada $6,7 \times 10^6$ cfu/mL. Hal ini menunjukkan bahwa TiO_2 -9% Ag lebih efektif dibanding TiO_2 TiO_2 -7% Ag dalam mendegradasi bakteri *E. coli*.

4.5 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Manusia khususnya umat Islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT baik yang berada di langit, di bumi diantara langit dan bumi, sebagaimana telah dijelaskan dalam al-Qur'an surah Ali Imran (3): 190-191. Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat Shaad (38): 27;

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَلِكَ ظَنَّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.”(Q.S Shaad/38: 27)

Salah satu bentuk cara berpikir terhadap ciptaan Allah SWT adalah dengan cara memodifikasi fotokatalis TiO_2 agar dapat aktif pada daerah sinar tampak. Modifikasi tersebut bisa dilakukan dengan berbagai cara dengan mensintesis logam seperti AgNO_3 pada matriks TiO_2 . Hasil penelitian dengan menggunakan metode sonikasi selama 2 jam diharapkan bisa memperkecil ukuran partikel. Selain itu, dilakukan variasi waktu yang diharapkan berpengaruh pada ukuran partikel dan celah pita dalam fotokatalis TiO_2 . Hasil terbaik dari sintesis TiO_2 - Ag terdapat pada konsentrasi 9% dengan nilai celah pita 2,8 eV dan panjang gelombang 443,15 nm serta hasil uji aktivitas paling optimum sebesar 99,78 % jumlah koloni hidup $3,5 \times 10^5$ cfu/mL. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat al-Furqan (25): 2, bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun dalam melakukan sintesis perlu

memperhatikan ukuran-ukuran, yang diharapkan bisa meningkatkan aktivitas di daerah sinar tampak yang dipengaruhi oleh konsentrasi dopan ion perak.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا (٢١)

Artinya: “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 /25: 2)

Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang 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 ciptaan-Nya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi yang sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2002).

Fotokatalis TiO₂ terdoping perak memiliki manfaat yang digunakan sebagai alternatif sebagai degradasi. Dari hasil penelitian bahwa material fotokatalis TiO₂ terdoping perak mempunyai aktivitas sebagai degradasi terhadap *E.coli*. Oleh karena itu, penelitian ini menjelaskan bahwa material fotokatalis TiO₂ terdoping perak dapat digunakan sebagai alternatif lebih jauh dalam menjaga lingkungan yang terkontaminasi bakteri. Pengolahan limbah yang terkontaminasi bakteri *E.coli* untuk mengurangi pencemaran lingkungan merupakan suatu bentuk tindakan manusia sebagai khalifatullah *fi al 'ardh* yang ditugaskan untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Dalam Surat Fathir (35): 39

menegaskan posisi manusia sebagai khalifatullah *fi al 'ardh* terkait masalah lingkungan.

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا مَقْتًا وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا ﴿٣٩﴾

Artinya: “Dia-lah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka”. (Q.S Fathir /35: 39)



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan:

1. Penambahan dopan Ag tidak mengubah struktur kristal, TiO₂ terdoping Ag mengkristal dalam kisi anatas dengan grup ruang I4₁/amd. Penambahan dopan logam dapat menurunkan ukuran kristal, ukuran kristal TiO₂ dan TiO₂ tanpa dopan secara berturut-turut adalah 18,97; 10,1; 9,54; 8,93; 11,67; 10,1 nm. Penambahan Ag juga memberikan penurunan nilai reflektansi serta menaikkan nilai koefisien absorpsi sehingga lebih aktif pada sinar UV dan sinar tampak. Penurunan secara signifikan teramati pada dopan Ag 9%. Adapun nilai energi celah pita TiO₂ dan TiO₂ terdoping Ag masing-masing konsentrasi dopan adalah 3,4; 3; 3,3; 3,1; 3,25; 2,8 eV.
2. Nilai maksimum aktivitas fotokatalis adalah pada material fotokatalis TiO₂-9% Ag dengan menggunakan sinar UV adalah 99,78%.

5.2 Saran

Perlu dilakukan uji aktivitas lebih lanjut menggunakan sinar tampak pada TiO₂-Ag dengan variasi konsentrasi dopan 1, 3, 5, 7, dan 9% terhadap degradasi bakteri *E.coli*. Perlu dilakukan karakterisasi *photoluminescence spectroscopy* (PL) untuk mengetahui pengaruh dopan Ag terhadap penurunan rekombinasi elektron dan *hole*.

DAFTAR PUSTAKA

- Alhartomy, O.A. 2014. Synthesis, Characterization, Photocatalytic and Photovoltaic Performance of Ag-Doped TiO₂ Loaded on The pt-Carbon Spheres. *Journal of Material Science*. 27: 71-78.
- Amrulia, W. 2012. Uji Aktivitas Antibakteri Kitosan-Tio₂ pada Tekstil terhadap *Escherichia coli*. *Skripsi*. Fakultas Mipa Jurusan Kimia. Surakarta. Universitas Sebelas Maret.
- André, R. S., C. A. Zamperini., Ewerton G. M., Valéria M. L., Anderson R. A., Júlio R. S., Ana L. M., Carlos E. V., Antonio C. H., José A. V., Elson L. 2015. Antimicrobial Activity of TiO₂:Ag Nanocrystalline Heterostructures: Experimental and Theoretical Insights. *Chemical Physics*. (24)459: 87-95.
- Ashkarran, A.A., Aghigh, S. M., Kaviani-pour, M., dan Farahani, N. J. 2011. Visible Light Photo-and Bioactivity of Ag/TiO₂ Nanocomposite with Various Silver Contents. *Current Applied Physics*. (4)11: 1048-1055.
- Badan Pusat Statistika. 2016. Sosialisasi Hasil Surveikualitas Air (SKA) 2015 di Yogyakarta. [http:// www.bps.go.id/news/2016/10/14/159/sosialisasi-hasil-survei-kualitas-air-ska-2015-di-yogyakarta](http://www.bps.go.id/news/2016/10/14/159/sosialisasi-hasil-survei-kualitas-air-ska-2015-di-yogyakarta), diakses 14 november 2016.
- Beiser, A. 1987. Concepts of Modern Physics: Sixth Edition. North Ameica: McGraw-Hill.
- Colon, G., Ward C. Brian., Webster, T. J. Increased Osteoblast and Decreased Staphylococcus Epidermidis Functions on Nanophase ZnO and TiO₂. *Journal Biomed Material Research Part A*. (3)78: 595-604.
- Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports*. (5)48: 53-229.
- Diwald, O., T. L. Tracy., Goralski, G. Ed., Wakck D. S., dan Y. T. John. 2004. The Effect of Nitrogen Ion Implantation on The Photoactivity of TiO₂ Rutile Single Crystals. *Journal of Physical Chemistry B*. (1)108: 52-57.
- Djarwanti, S. Cholid., dan Yuniati A. 2009. Degradasi Fotokatalisis Polutan Organik dalam Air Limbah Menggunakan TiO₂ Nano Partikel Sistem Lapisan Tipis-Alir. *Journal of Industrial Research*. (3)2: 109-117.
- Guin, D., Manorama V. S., Latha, Lavanya N. J., dan Shing S. 2007. Photoreduction of Silver on Bare and Colloidal TiO₂ Nanoparticles/Nanotubes: Synthesis, characterization, and Tested for Antibacterial Outcome. *Journal of Physical Chemistry C*. (36)11: 13393-13397.

- Gunlazuardi. 2002. Eevaluasi Deklorinasi dan Pemecahan Cincin Aromatis selama Degradasi Pentaklorofenol secara Fotokatalisis pada Permukaan Lapisan Tipis Titanium Dioksida. *Skripsi*. Fakultas MIPA. Depok: Universitas Indonesia.
- Gupta, K., Singh, R. P., Pandey, A. dan P. Anjana. 2013. Photocatalytic Antibacterial Performance of TiO₂ and Ag-doped TiO₂ Against *S. aureus*, *P. aeruginosa* and *E. coli*. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. (1)4: 345-351.
- Guritno, A. 2012. Sintesis dan Uji Kinerja Katalis Komposit Ag/TiO₂ – Zeolit Alam Lampung – Karbon Aktif Serta Rekayasa Alat untuk Purifikasi Udara Ruang. *Skripsi*. Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia. Depok: Universitas Indonesia.
- Hashimoto, K., Irie, H. dan Fujishima, A. 2007. A Historical Overview and Future Prospects. *Association of Asia Pasific Physical Societies Bulletin*. (6)17: 12-28.
- He, C., Shu, D., Su, M., Xia, D., Asi, M.A., Lin, L., & Xiong, Y. 2009. Photocatalytic Activity Of Metal (Pt, Ag, And Cu)-Deposited Tio₂ Photoelectrodes For Degradation Of Organic Pollutants In Aqueous Solution. *Desalination*. 253: 88-93.
- Hoffmann, M. R., S.T. Martin, W. Choi, and D.W. Bahnemann. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*. (95)1: 69-96.
- Huang, Z., Mannes, P., dan Blake, D. 2000. Bactericidal Mode of Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology at Chemistry*. (2-3)130: 163-170.
- Hwang, E.T., Lee, H. J., Chae, Y. J., Kim, S. Y., Kim, C. B., Sang, B. I., dan Gu, B. M. 2008. Analysis of The Toxic Mode of Action of Silver Nanoparticles Using Stress-Specific Bioluminescent Bacteria. *Small*. (6)4: 746-750.
- Juliantina R., Farida, dkk. 2009 . Manfaat Sirih Merah (*Piper crocatum*) Sebagai Agen Antibakterial Terhadap Bakteri Gram Positif dan Gram Negatif. *Jurnal Kedokteran dan Kesehatan Indonesia Vol.1*.
- Kedziora, A., Streck, W., Ploskonki L., Ploskonka, B., dan Doroszkiewicz, W. 2012. Synthesis and Antibacterial Activity of Novel Titanium Dioxide Doped With Silver. *Publication Medical Central Canada*. 62: 79-86.
- Litter, M.I., dan Navio, J. A. 1996. Photocatalytic Properties of Iron-Doped Titania Semiconductors. *Journal of Photochemistry and Photobiology*. 98: 171-181.
- Liu, Y., Xie, L., Yang, R., Qu, J., Li, Y., dan Li, Xingguo. 2008. Synthesis and High Photocatalytic Hydrogen Production of SrTiO₃ Nanoparticles from

- Water Splitting Under UV Irradiation. *Journal of Power Source*. 183: 701-707.
- Maddu, A., Dahlan, K., Wigati, Tri K., Mubaril, R. N. 2007. Inaktivasi Fotoelektrokatalisis *Escherichia coli* Menggunakan Elektroda TiO₂/SnO₂. *Jurnal Sains MIPA*. (2)13: 77-83.
- Mikkelsen, R. Susan. 2004. *Bioanalytical Chemistry*. USA: Jhon Wiley and Sons.
- Naimah, S. dan Ermawati, R., 2011. Efek Fotokatalisis Nano TiO₂ Terhadap Mekanisme Antimikrobia. *Jurnal Riset Industri*. (2)5: 113-120.
- Neppolian, B., Wang, Q., Jung, H, Choi, H. 2008. Ultrasonic-assisted Sol-gel Method of Preparation of TiO₂ Nano-particles: Characterization, Properties and 4-Chlorophenol Removal Application. *Ultrasonics Sonochemistry*. (4)15: 649-658.
- Ningsih, S., T. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni²⁺-Zno Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. Jurusan Metalurgi dan Material Fakultas Teknik. Depok: Universitas Indonesia.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Metilen Biru dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Fakultas MIPA Jurusan Kimia. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Rai, M., Y adav, A., dan Gade, A. 2009. Silver Nanoparticles as a New Grenation of Microbials. *Biotechnology Advances*. 27: 76-83.
- Rawiningtyas, S. 2013. Pencucian Hasil Pelapisan terhadap Aktivitas Bakteri *Eschericia coli* pada Tekstil Medis. *Skripsi*. Fakultas MIPA Jurusan Kimia. Solo: Universitas Negeri Surakarta.
- Red, C. dan Rao, S., Anatomy of Bacteria Cell. www.microrao.com, diakses tanggal 13 November 2016.
- Rohdiana, D., Arief, D.Z. & Budiman, A. 2013. Aktivitas Penghambatan Pertumbuhan Bakteri *Escherichia coli* oleh Berbagai Jenis Teh dan Seduhannya. *Jurnal Penelitian Teh dan Kina*. (1)16: 37-43.
- Sandhyarani, G., Naik, B., Kumar, K. Praveen., dan Ramesh, A. 2014. Antipyretic Aactivity of Extract of *Barringtonia Acutangula* Whole Plant on Brewer's Yeast Induced Pyrexia in Wistar Rats. *Journal of Pharmacy*. 4(2): 89-91.
- Sangchay, W. 2013. Photocatalytic and Antibacterial Activity of Ag-doped TiO₂ Nanoparticles. *Journal of Science and Technology*. (5)8: 731-738.
- Sihab. Tafsir almisbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-quran. Jakarta : Lentera Hati.

- Sikong, L., Damchan, J., Kooptarnond, K., dan Niyomwas, S. 2008. Effect of Doped SiO₂ and Calcinations Temperature on Phase Transformation of TiO₂ Photocatalyst Prepared by Sol-gel method. *Journal of Science and Technology*. (3)30: 385-391.
- Slamet, Bismo, S., dan Arbianti, R. 2007. Modifikasi Zeolit Alam dan Karbon Aktif dengan TiO₂ Serta Aplikasinya Sebagai Bahan Adsorben dan Fotokatalis untuk Degradasi Polutan Organik. *Laporan Hibah Bersaing*. Jakarta: Dikti Diknas.
- Somasundaram, S. (2006). Novel Approaches to Photoassisted Deposition of Semiconductors and Nanocomposite Materials. *Disertasi*. Arlington: The University of Texas.
- Somasundaram, S. 2006. Novel Approaches Materials. *Disertasi Arlington*: The University of Texas.
- Stamate M. Lazar . 2007. Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self –Cleaning Materials. *Romanian Technical Sciences Academy*. (13)3. 280-285.
- Suslick, K.S., dan Price, G.J. 1999. Application of Ultrasound to Materials Chemistry. *Annual Review Material Science*. 29(5): 295-326.
- Thomkins, D.T., Lawnloki, B.J., Zeltner, W.A., dan Anderson, M.A. 2005. Shedding Light on Photocatalysis. *American Society of Heating, Refrigerating and Air-Conditioning Engineers*. (2)111: 60-84.
- Tripathi, S., Mehrotra, G. K., dan Dutta, P. K. 2010. Chitosan–Silver Oxide Nanocomposite Film: Preparation and Antimicrobial Activity. *Bulletin Material Science*. (01)34: 29-35.
- Unosson, E. 2015. Antibacterial Strategies for Titanium Biomaterials. *Disertasi*. Faculty of Science and Technology. Swedia: Uppsala University.
- Widiyanto, A.F., dan Kuswanto. 2015. Polusi Air Tanah Akibat Limbah Industri dan Limbah Rumah Tangga. *Jurnal Kesehatan Masyarakat*. (2)10: 246-254.
- Yu, B., Leung K., Guo Q., Lau W.M., dan Yang J. 2011. Synthesis of Ag – TiO₂ Composite Nano Thin Film For Antimicrobial Application. *Nanotechnology*. (11)22: 1-9.
- Walpajri. 2014. Mikroba Endofit “ Si Pembunuh” *Escherichia coli*. *Skripsi*. Fakultas MIPA Jurusan Biologi. Riau: Universitas Riau.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Reaktan pada Sintesis TiO₂-Ag

L.1 Perhitungan Kadar Logam Ag

Diketahui :

Mr TIP : 284,22 gr/mol

ρ : 0,967 gr/cm³

Target Sintesis : 2,5 gram

L.1.1 Menghitung % Kadar Logam Ag 1%

$$\begin{aligned} \text{massa TIP} &= \frac{0,99 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,99}\text{Ag}_{0,01}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TIP}}{\text{Ar Ti}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= \frac{0,99 \times 47,9}{(0,99 \times 47,9) + (0,01 \times 108) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 8,7427 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{8,7427 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 9,04105 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa AgNO}_3 &= \frac{0,01 \times \text{Ar Ag}}{\text{Mr Ti}_{0,99}\text{Ag}_{0,01}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr AgNO}_3}{\text{Ar Ag}} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= \frac{0,01 \times 108}{(0,99 \times 47,9) + (0,01 \times 108) + (2 \times 16)} \times \frac{170}{108} \times 2,5 \text{ gram} \\ &= 0,053 \text{ gram} \end{aligned}$$

Untuk perhitungan reaktan sintesis TiO₂ dan TiO₂ Ag pada variasi konsentrasi yang lain langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂-1% Ag. Hasil perhitungan reaktan dirangkum pada Tabel dibawah ini:

Tabel L.1.1 Hasil perhitungan reaktan material TiO₂ dan TiO₂-Ag

Material sintesis	Volume TIP (mL)	Massa AgNO ₃ (gr)
TiO ₂	9,2	-
TiO ₂ -1% Ag	9,02	0,05
TiO ₂ -3% Ag	8,7	0,16
TiO ₂ -5% Ag	8,4	0,27
TiO ₂ -7% Ag	8,1	0,35
TiO ₂ -9% Ag	7,8	0,43

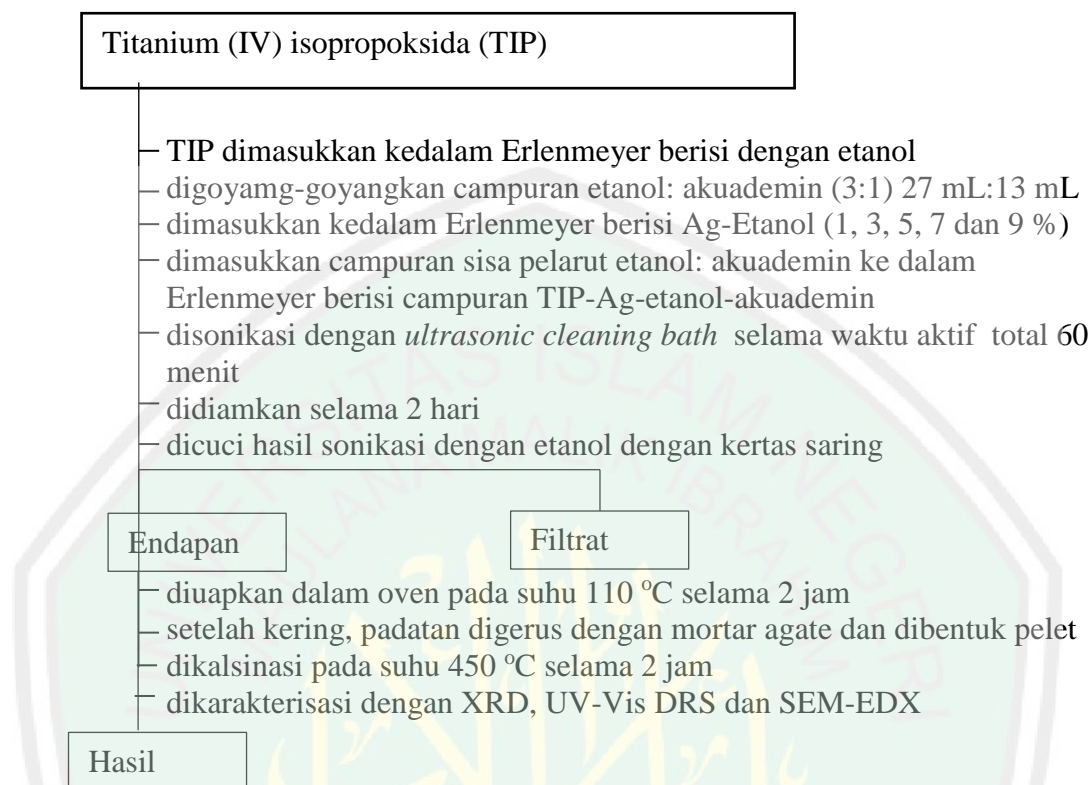
L.2 Pembuatan NaCl 0,9%(b/v)

Pembuatan NaCl 0,9% dengan cara menimbang 0,9 gram NaCl dimasukkan dalam labu takar 100 mL dilarutkan dengan aquades sampai tanda batas.



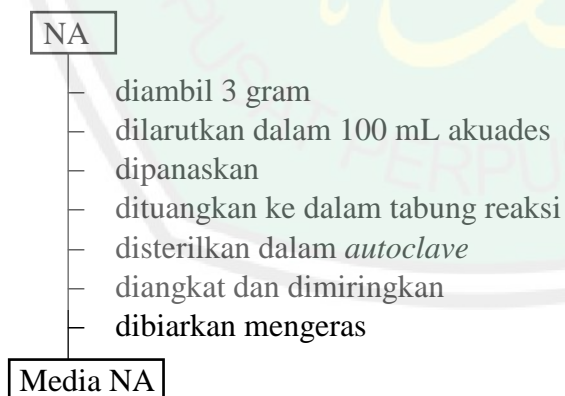
Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian

L.1 Sintesis TiO₂ Terdoping Ag Menggunakan Metode Sonikasi



L.2 Peremajaan bakteri

Pembuatan media *nutrient agar* (NA)



Peremajaan bakteri

Bakteri

- diambil 1 ose
- digoreskan 1 ose bakteri pada media NA
- diinkubasi selama 24 jam pada suhu ruang

Hasil

L.3 Pembuatan kultur bakteri

Pembuatan media *nutrient broth* (NB)

NB

- diambil 1,8 gram
- dilarutkan dalam 100 mL akuades
- dipanaskan
- dituangkan ke dalam botol
- disterilkan dalam *autoclave*

Media NB

Pembuatan kultur bakteri

Bakteri

- diambil 2 ose
- dimasukkan ke dalam media NB
- dishaker selama 24 jam pada suhu ruang
- Bakteri yang digunakan memiliki nilai O.D 0,27.

Hasil

L.4 Uji Aktifitas Antibakteri *E. coli*

Bakteri *E.coli* dan sampel TiO₂ – Ag

- disiapkan inokulum yang mempunyai nilai O.D 0,5 sebanyak 30 mL.
- dimasukkan ke dalam media NB
- ditambahkan TiO₂-Ag sesuai perlakuan sebanyak 0,05 gram kemudian dihomogenkan.
- dipaparkan dengan lampu UV 40 W selama 60 menit.
- dihitung jumlah *E.coli* yang mati dengan metode *Pour Plate* (metode tuang).

Hasil

L.5 Perhitungan Jumlah Bakteri

7 Buah tabung reaksi

- ditambahkan NaCl 0,9% sebanyak 9 mL.
- diambil 1 mL inokulum bakteri *E.coli* dalam media NB .
- dimasukkan kedalam tabung pertama lalu dihomogenasi dengan *vortex* dan dihitung sebagai pengenceran pertama.
- diambil 1 mL larutan dari tabung 1 dan dimasukkan kedalam tabung kedua sehingga diperoleh pengenceran tingkat kedua (demikian seterusnya sampai didapatkan pengenceran tingkat 7).
- dilakukan perhitungan menggunakan metode TPC

Hasil

Lampiran 3. Dokumentasi Hasil Sintesis

L.3.1 Kegiatan Sintesis Material TiO₂ dan TiO₂-Ag dengan Variasi konsentrasi pada Kalsinasi 450 °C



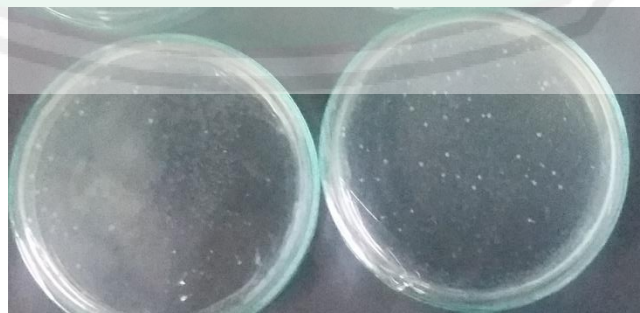
Gambar L.3.1 Sintesis TiO₂ metode sonikasi



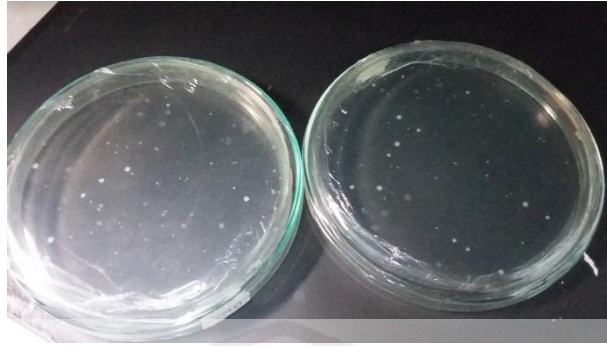
Gambar L.3.2 Hasil pelet TiO₂-5% Ag

L.3.2 Aktifitas Degradasi Bakteri *E.coli* Variasi Konsentrasi

L.3.2.1 Pengulangan 1



Gambar L.3.3 Koloni bakteri *E.coli* tanpa TiO₂ dan penyinaran pengulangan 1



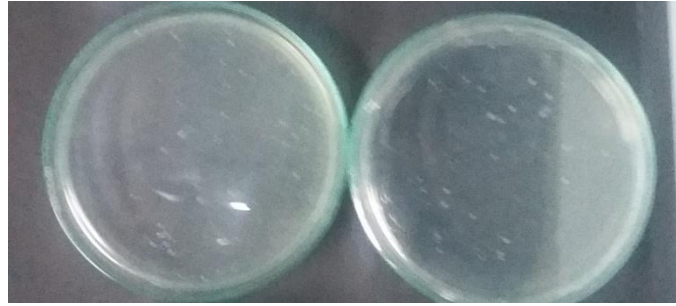
Gambar L.3.4 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂ pengulangan 1



Gambar L.3.5 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-1% Ag pengulangan 1



Gambar L.3.6 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-3% Ag pengulangan 1



Gambar L.3.7 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-5% Ag pengulangan 1

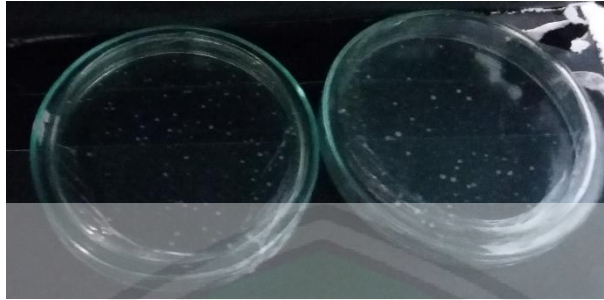


Gambar L.3.8 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-7% Ag pengulangan 1

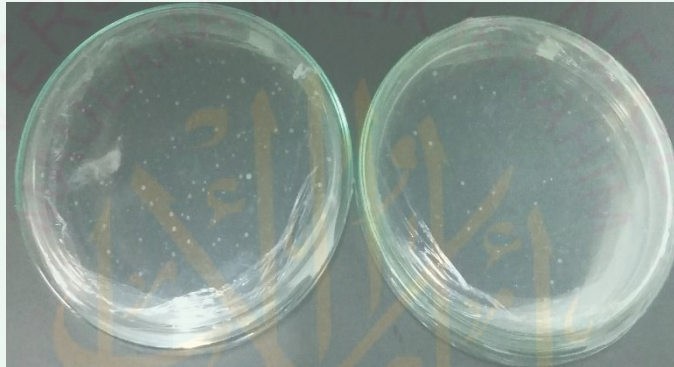


Gambar L.3.9 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-9% Ag pengulangan 1

L.3.2.2 Pengulangan 2



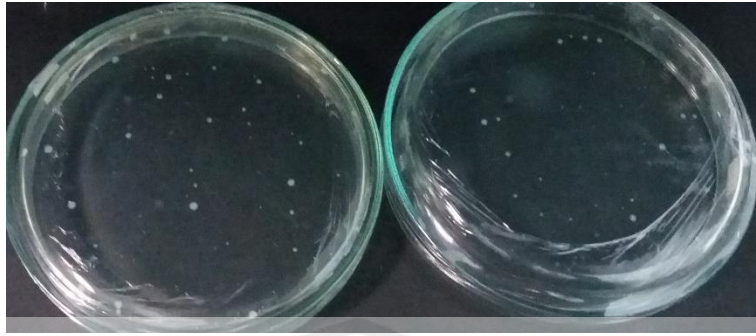
Gambar L.3.10 Koloni bakteri *E.coli* tanpa sampel dan penyinaran pengulangan 2



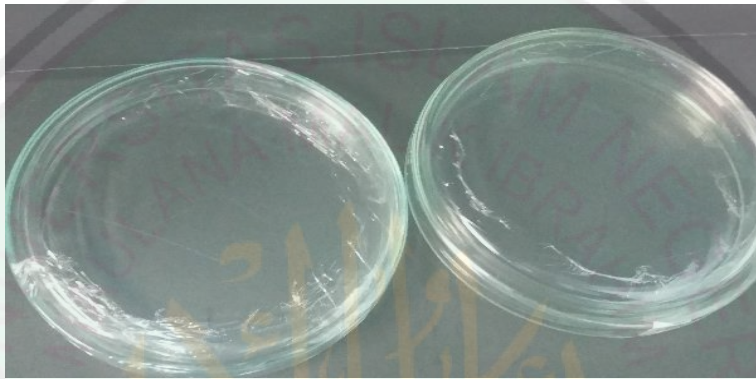
Gambar L.3.11 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂ pengulangan 2



Gambar L.3.12 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-1% Ag pengulangan 2



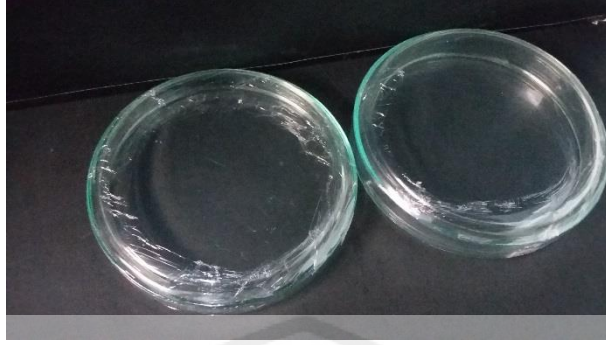
Gambar L.3.13 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-3% Ag pengulangan 2



Gambar L.3.14 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-5% Ag pengulangan 2



Gambar L.3.15 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-7% Ag pengulangan 2



Gambar L.3.16 Koloni bakteri *E. coli* TiO₂-9% Ag pengulangan 2



Lampiran 4. Hasil Perhitungan Degradasi Bakteri *E.coli*

L.4.1 Pengulangan 1 Jumlah Koloni Bakteri *E.coli*

Tabel L.4.1 Perhitungan jumlah koloni bakteri *E.coli* pengulangan 1

Jumlah pengenceran	Kontrol	Fotokatalis					
		TiO ₂	TiO ₂ -1% Ag	TiO ₂ -3% Ag	TiO ₂ -5% Ag	TiO ₂ -7% Ag	TiO ₂ -9% Ag
10 ⁻³	SP	SP	SP	SP	SP	TBUD	78
	SP	SP	SP	SP	SP	TBUD	89
10 ⁻⁴	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	51
	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	73
10 ⁻⁵	TBUD	TBUD	TBUD	161	TBUD	80	-
	TBUD	TBUD	TBUD	168	TBUD	97	-
10 ⁻⁶	288	197	252	92	121	-	-
	284	210	251	97	133	-	-
10 ⁻⁷	64	55	27	8	8	-	-
	78	63	24	11	10	-	-
10 ⁻⁸	2	2	-	1	2	-	-
	3	4	-	1	-	-	-
10 ⁻⁹	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-
10 ⁻¹⁰	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-

SP : *Spread*

TBUD: Tidak bisa untuk dihitung

L.4.2 Pengulangan 2 Jumlah Koloni Bakteri *E.coli*

Tabel L.4.2 Perhitungan jumlah koloni bakteri *E.coli* pengulangan 2

Jumlah pengenceran	Kontrol	Fotokatalis					
		TiO ₂	TiO ₂ -1% Ag	TiO ₂ -3% Ag	TiO ₂ -5% Ag	TiO ₂ -7% Ag	TiO ₂ -9% Ag
10 ⁻³	SP	SP	SP	SP	TBUD	TBUD	1
	SP	SP	SP	SP	TBUD	TBUD	-
10 ⁻⁴	SP	SP	SP	SP	TBUD	TBUD	-
	SP	SP	SP	SP	TBUD	TBUD	-
10 ⁻⁵	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	254	50	-
	TBUD	TBUD	TBUD	TBUD	248	38	-
10 ⁻⁶	180	128	189	92	24	16	-
	151	135	103	97	38	20	-
10 ⁻⁷	73	43	28	23	-	1	-
	61	45	34	26	-	3	-
10 ⁻⁸	-	-	-	1	-	-	-
	-	1	-	-	-	-	-
10 ⁻⁹	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-
10 ⁻¹⁰	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-

Cara perhitungan pengenceran, dimana jika jumlah sel > 2 maka dicari nilai dengan jumlah sel pengenceran paling rendah, dan apabila < 2 maka dicari jumlah sel dengan menghitung hasil rata-rata langsung.

Semisal :

$$\begin{aligned} \text{Cawan 1} &= \frac{\text{Jumlah pengenceran terbesar}}{\text{Jumlah pengenceran terendah}} \\ &= \frac{640 \times 10^6}{288 \times 10^6} = 2,2 > 2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Cawan 2} &= \frac{\text{Jumlah pengenceran terbesar}}{\text{Jumlah pengenceran terendah}} \\ &= \frac{740 \times 10^6}{284 \times 10^6} = 2,6 > 2 \end{aligned}$$

Dari hasil perhitungan diatas, nilai cawan 1 dan 2 lebih dari 2 maka dicari nilai dengan jumlah sel pengenceran terendah, maka contoh perhitungannya adalah :

$$\text{Jumlah koloni } cfu/mL = \frac{4,64 \times 10^8 + 5,12 \times 10^8}{2} = 4,9 \times 10^8$$

Tabel L.4.3 Rata-rata jumlah koloni (*cfu/mL*)

Nama sampel	Jumlah koloni <i>cfu/mL</i>		Rata-rata
	Pengenceran 1	Pengenceran 2	
Kontrol	4,9 x 10 ⁸	4,2 x 10 ⁸	4,6 x 10 ⁸
TiO ₂	3,9 x 10 ⁸	2,9 x 10 ⁸	3,4 x 10 ⁸
TiO ₂ -1% Ag	3,5 x 10 ⁸	1,5 x 10 ⁸	2,5 x 10 ⁸
TiO ₂ -3% Ag	5,5 x 10 ⁷	1,9 x 10 ⁸	1,3 x 10 ⁸
TiO ₂ -5% Ag	2,54 x 10 ⁸	9,5 x 10 ⁷	1,7 x 10 ⁸
TiO ₂ -7% Ag	8,9 x 10 ⁶	4,4 x 10 ⁶	6,7 x 10 ⁶
TiO ₂ -9% Ag	3,5 x 10 ⁵	0	3,5 x 10 ⁵

Perhitungan % degradasi bakteri *E.coli* TiO₂ dan TiO₂-Ag dengan variasi konsentrasi Ag sebagai berikut:

$$R = 100 \frac{(B-A)}{B}$$

dengan R adalah % reduksi pertumbuhan bakteri, A adalah TiO₂ jumlah bakteri *E.coli* yang tumbuh dengan material dan iradiasi lampu UV, B adalah jumlah bakteri *E.coli* yang tumbuh tanpa iradiasi dan tanpa material TiO₂.

$$R = 100 \frac{(4,6 \times 10^8 - 3,4 \times 10^8)}{4,6 \times 10^8} = 26,08\%$$

Untuk perhitungan % reduksi pada variasi konsentrasi yang lain langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂ tanpa doping.

Hasil perhitungan persen (%) reduksi dirangkum pada Tabel dibawah ini:

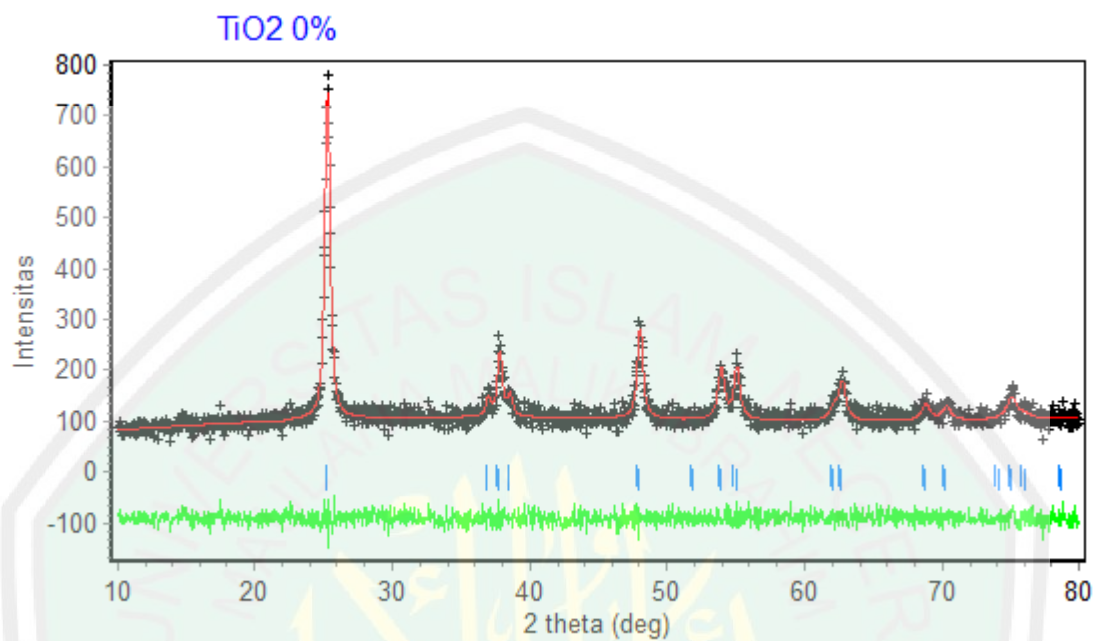
Tabel L.4.4 Persen (%) reduksi bakteri *E.coli*

Material	% Reduksi
TiO ₂	26,08 %
TiO ₂ -1% Ag	45,7 %
TiO ₂ -3% Ag	71,74%
TiO ₂ -5% Ag	61,76 %
TiO ₂ -7% Ag	98,48 %
TiO ₂ -9% Ag	99,78 %



Lampiran 5. Hasil *Refinement* TiO₂ dan TiO₂ Terdoping Ag

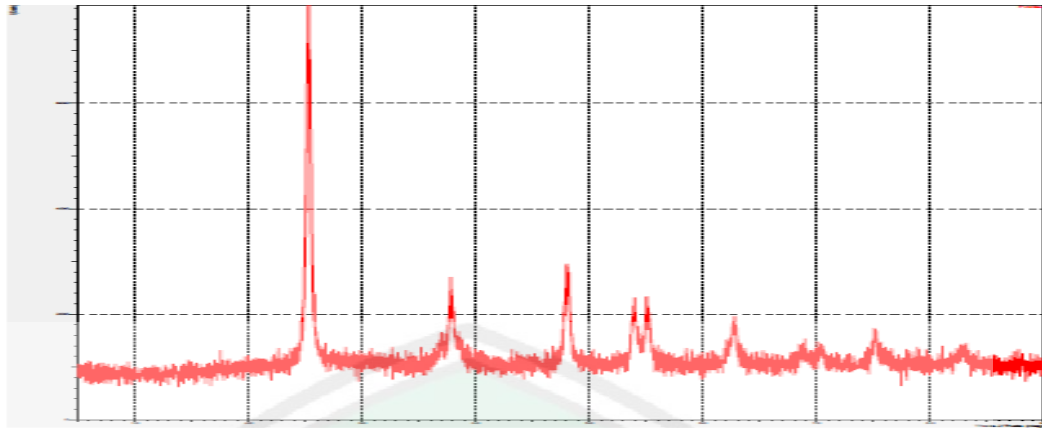
L.1 *Refinement* TiO₂



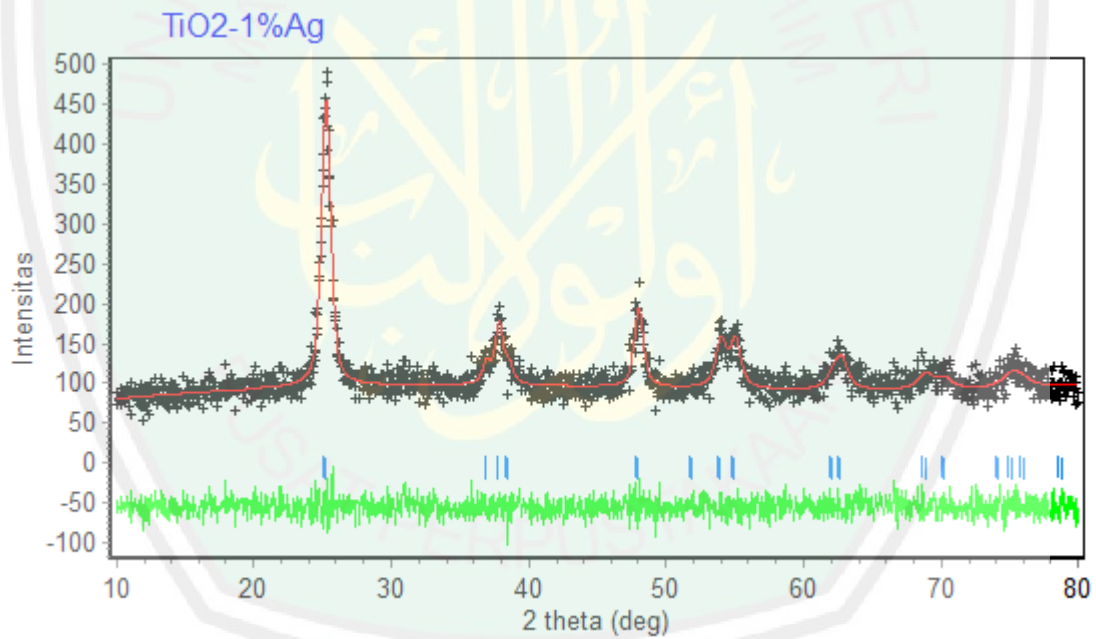
Gambar L.5.1 Hasil *refinement* TiO₂

Tabel L.5.1 Kristalografi TiO₂

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4
a b (Å)	3,788 (2)
c (Å)	9,51 (8)
α, β, γ	90,00°
V (Å ³)	136,4947
R_p (%)	7,42
R_{wp} (%)	8,40
GoF (χ^2)	0,128

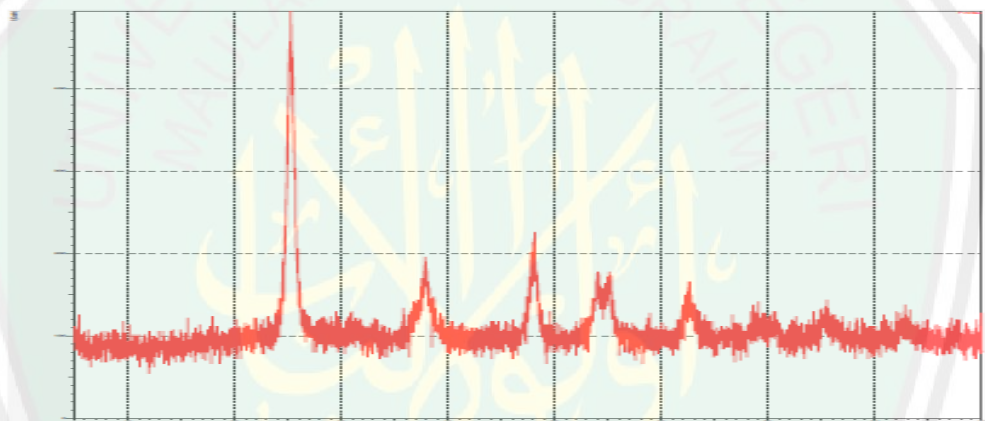
Gambar L.5.2 Plot XRD TiO₂

L.2 Refinement TiO₂-1% Ag

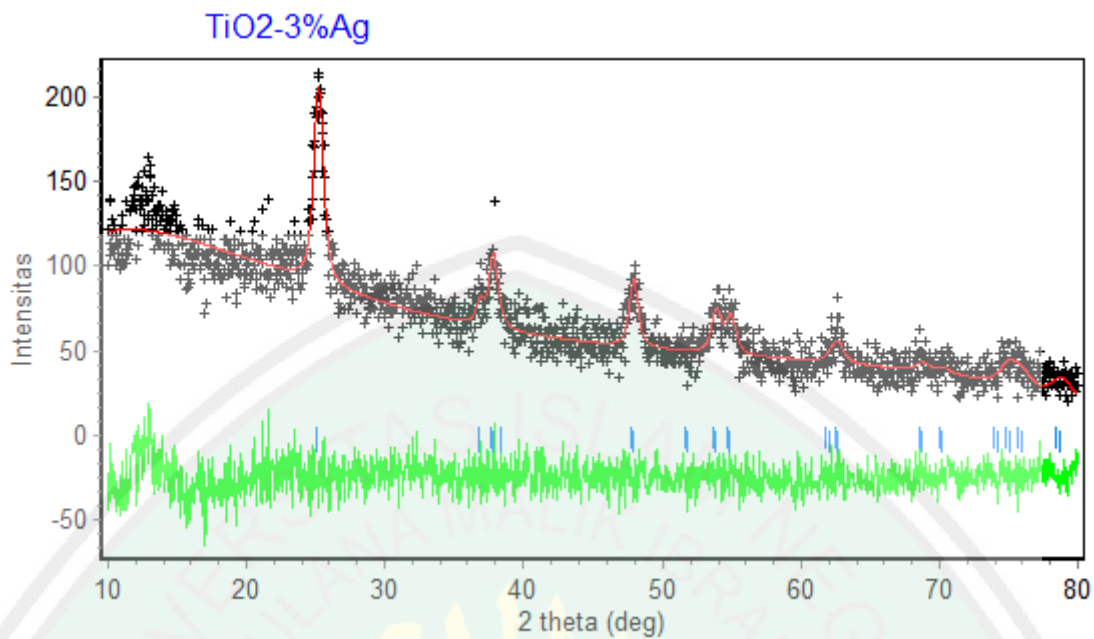
Gambar L.5.3 Hasil *refinement* TiO₂-1% Ag

Tabel L.5.2 Kristalografi TiO₂-1% Ag

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4
a, b (Å)	3,787 (2)
c (Å)	9,492 (7)
α, β, γ	90,00°
V (Å ³)	136,38
R_p (%)	7,89
R_{wp} (%)	9,34
GoF (χ^2)	0,127

Gambar L.5.4 Plot XRD TiO₂-1% Ag

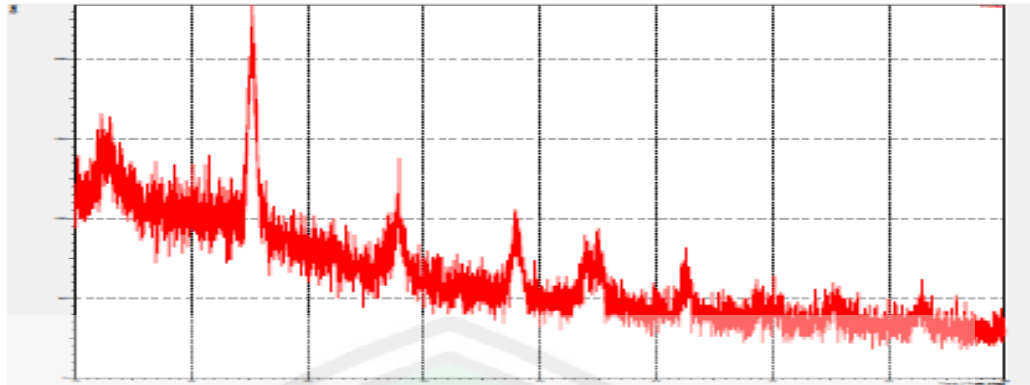
L.3 Refinement TiO₂-3% Ag



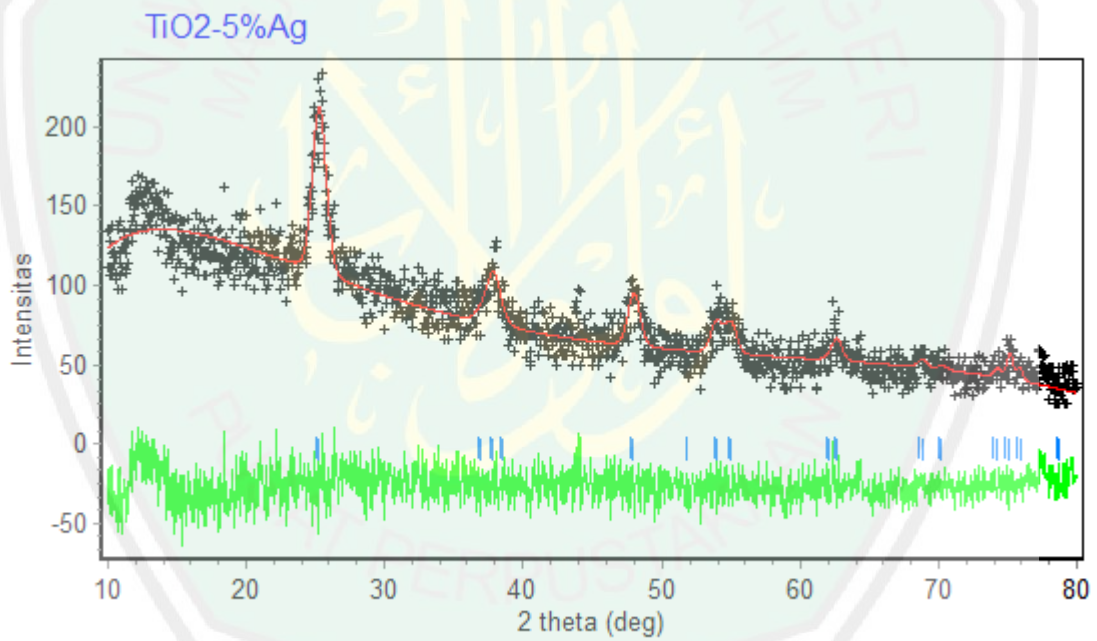
Gambar L.5.5 Hasil *refinement* TiO₂-3% Ag

Tabel L.5.3 Kristalografi TiO₂-3% Ag

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4
<i>a b</i> (Å)	3,79 (7)
<i>c</i> (Å)	9,5 (8)
α, β, γ	90,00°
<i>V</i> (Å ³)	136,5038
<i>R_p</i> (%)	10,1
<i>R_{wp}</i> (%)	11,7
<i>GoF</i> (χ^2)	0.193

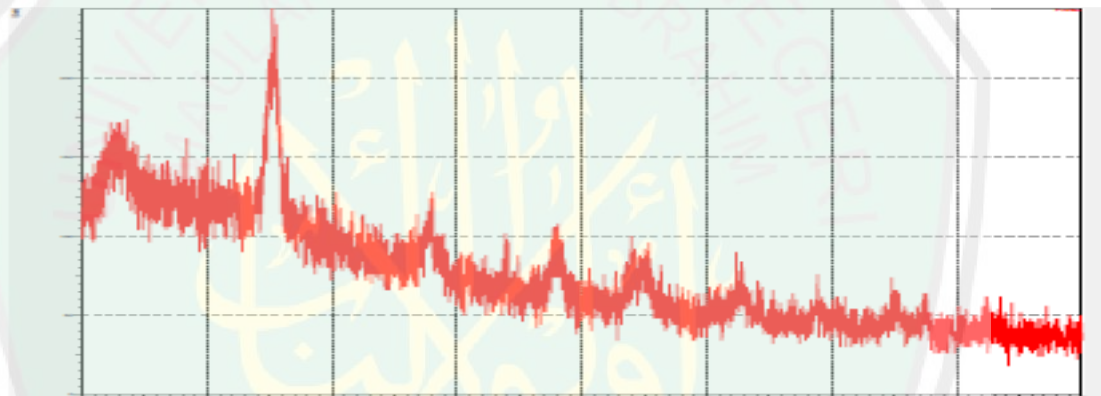
Gambar L.5.6 Plot XRD TiO₂-3% Ag

L.4 Refinement TiO₂-5% Ag

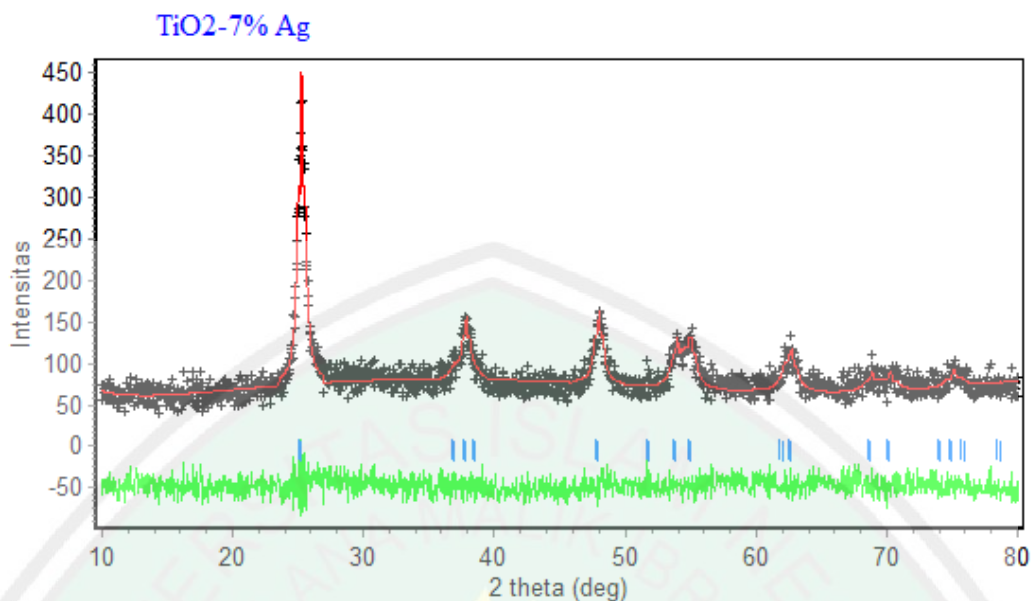
Gambar L.5.7 Hasil *refinement* TiO₂-5% Ag

Tabel L.5.4 Kristalografi TiO₂-5% Ag

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetric (Z)	4
a, b (Å)	3,781 (8)
c (Å)	9,484 (8)
α, β, γ	90,00°
V (Å ³)	135,59
R_p (%)	8,58
R_{wp} (%)	10,14
GoF (χ^2)	0,23

Gambar L.5.8 Plot XRD TiO₂-5% Ag

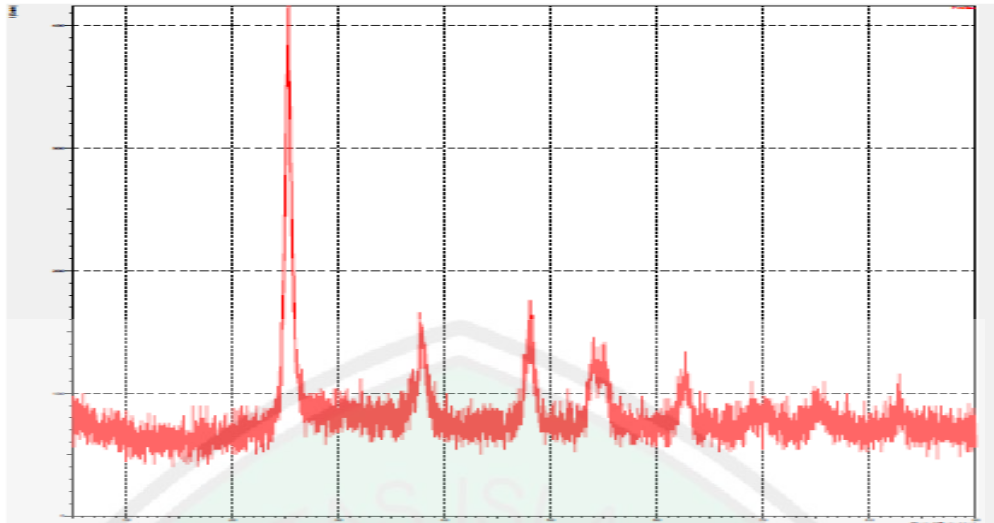
L.5 Refinement TiO₂-7% Ag



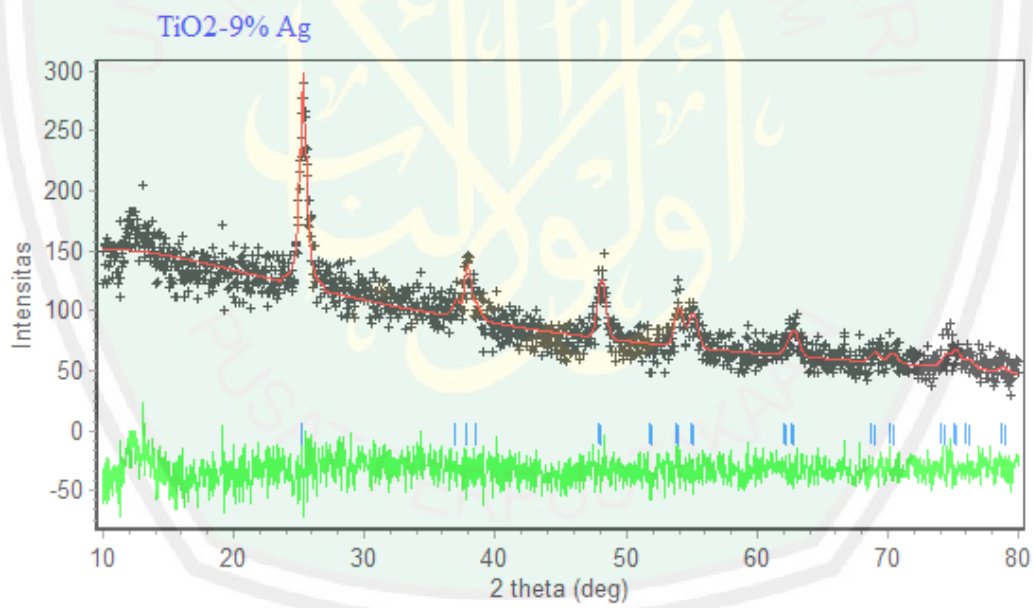
Gambar L.5.9 Hasil *refinement* TiO₂-7% Ag

Tabel L.5.5 Kristalografi TiO₂-7% Ag

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetri (Z)	4
<i>a</i> <i>b</i> (Å)	3,793 (7)
<i>c</i> (Å)	9,512 (7)
α, β, γ	90,00°
<i>V</i> (Å ³)	136,897
<i>R_p</i> (%)	9,58
<i>R_{wp}</i> (%)	11,96
<i>GoF</i> (χ^2)	0,123

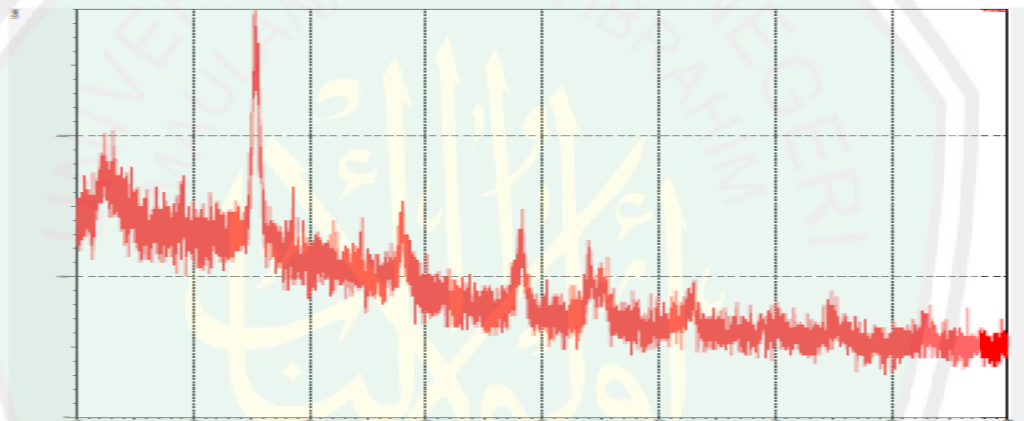
Gambar L.5.10 Plot XRD TiO₂-7% Ag

L.5 Refinement TiO₂-9% Ag

Gambar L.5.11 Hasil *refinement* TiO₂-9% Ag

Tabel L.5.6 Kristalografi TiO₂-9%Ag

Parameter	TiO ₂
Grup ruang	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4
<i>a b</i> (Å)	3,781 (9)
<i>c</i> (Å)	9,484 (13)
α, β, γ	90,00°
<i>V</i> (Å ³)	135,593
<i>R_p</i> (%)	8,59
<i>R_{wp}</i> (%)	10,14
<i>GoF</i> (χ^2)	0,23

Gambar L.5.12 Plot XRD TiO₂-9% Ag

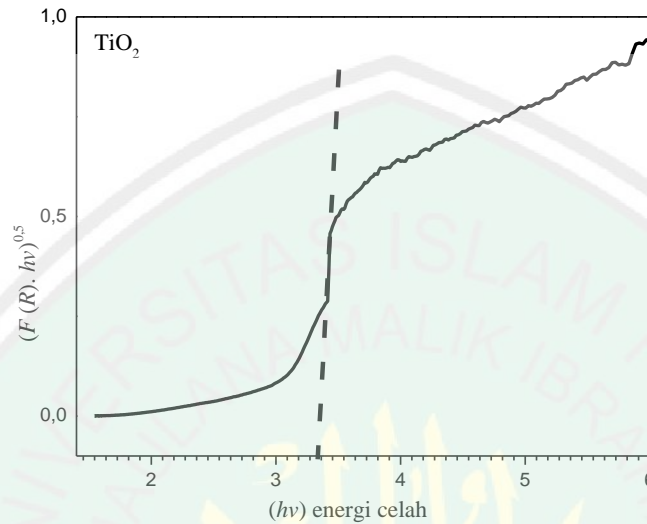
Lampiran 6. Langkah-langkah penentuan energi celah pita dan Kubelka-Munk

Tabel L.6.1 Contoh perhitungan data energi celah pita dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk

Panjang gelombang nm.	% R	R	$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R}$	h (eV)	$\nu = c/\lambda(m)$	$x = h\nu$ (eV)	$F(R)*h\nu$	$y = F(R)*h\nu)^2$
200	14,04	0,1404	2,631453561	4,1211E-15	1,5E+15	6,18164794	16,26671949	8,133359743
201	13,655	0,13655	2,729937395	4,1211E-15	1,49254E+15	6,150893473	16,7915541	8,395777051
202	13,832	0,13832	2,683966246	4,1211E-15	1,48515E+15	6,120443505	16,42706378	8,21353189
203	14,268	0,14268	2,575685388	4,1211E-15	1,47783E+15	6,090293537	15,68668007	7,843340037
204	14,185	0,14185	2,595775194	4,1211E-15	1,47059E+15	6,060439157	15,73153763	7,865768814
205	14,378	0,14378	2,549425123	4,1211E-15	1,46341E+15	6,030876039	15,37526689	7,687633444
206	14,555	0,14555	2,50802062	4,1211E-15	1,45631E+15	6,001599942	15,05213641	7,526068204
207	14,363	0,14363	2,552981887	4,1211E-15	1,44928E+15	5,972606705	15,24795674	7,623978369
208	14,284	0,14284	2,57184005	4,1211E-15	1,44231E+15	5,94389225	15,28674014	7,643370072

Lampiran 7. Perhitungan Energi Celah Pita dan Serapan Panjang Gelombang (λ)

L.7.1 TiO₂



Gambar L.7.1 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R), hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

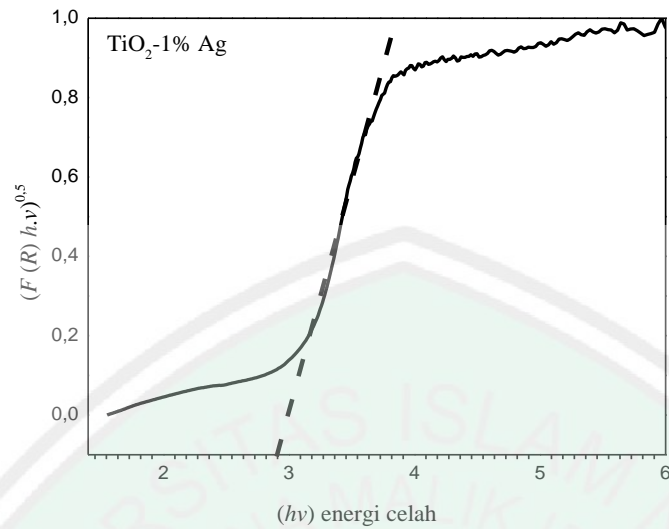
Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,4 \text{ eV}} = 365 \text{ nm}$$

L.7.2 TiO₂-1% Ag



Gambar L.7.2 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂-1% Ag

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

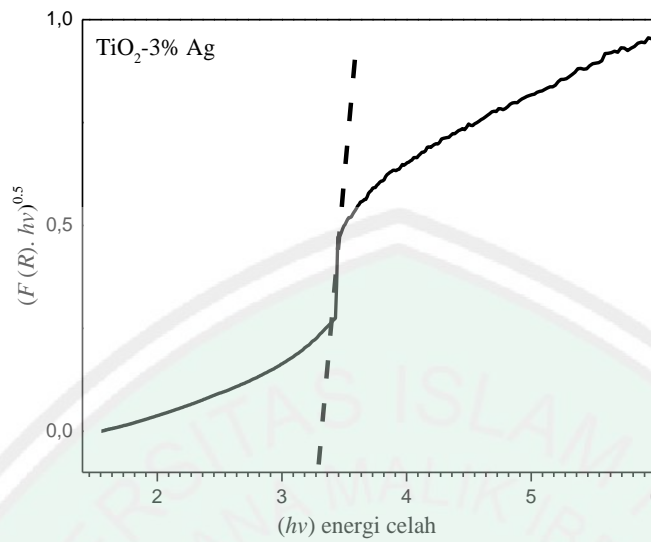
Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmls}}{3 \text{ eV}} = 413,6 \text{ nm}$$

L.7.3 TiO₂-3% Ag



Gambar L.7.3 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂-3% Ag

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

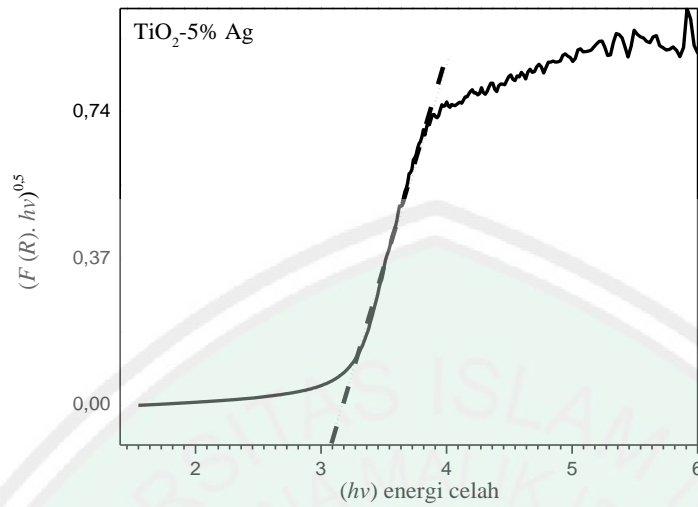
Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,3 \text{ eV}} = 376 \text{ nm}$$

L.7.4 TiO₂-5% Ag



Gambar L.7.4 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R). hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂-5% Ag

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

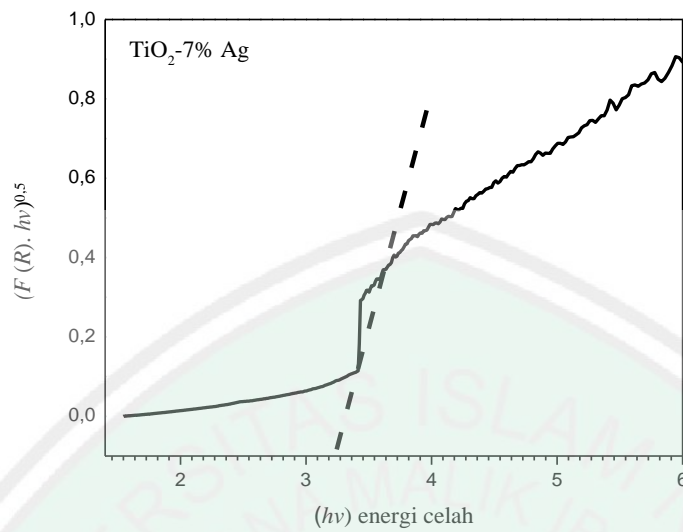
Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,1 \text{ eV}} = 400,23 \text{ nm}$$

L.7.5 TiO₂-7% Ag



Gambar L.7.5 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂-7% Ag

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

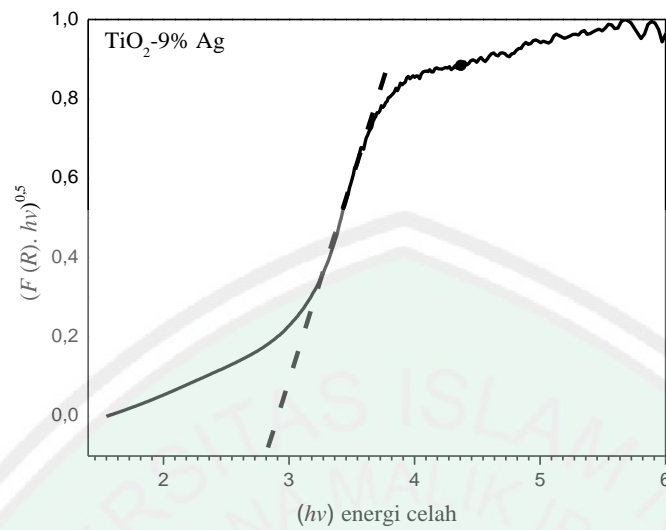
Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,25 \text{ eV}} = 381,79 \text{ nm}$$

L.7.6 TiO₂-9% Ag



Gambar L.7.6 Plot perhitungan Kubelka-Munk $(F(R).hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) fotokatalis TiO₂-9% Ag

Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Ditanya: λ ?

Jawab:

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{2,8 \text{ eV}} = 443,15 \text{ nm}$$

Lampiran 8. Perhitungan Ukuran Kristal dengan Debye-Scherrer

L.8.1 Ukuran Partikel TiO₂-Ag Variasi Konsentrasi

Persamaan Debye-Scherrer:

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta)$$

dengan D adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi (nm), K adalah konstanta (0,9), β adalah integrasi luas pucak refleksi ($FWHM$, radian) sedangkan θ adalah sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

Contoh perhitungan pada sampel TiO₂ tanpa doping

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) : 1,54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (FWHM) : 0,51000^\circ \longrightarrow = \frac{0,51000}{180} \times 3,14 = 0,008$$

$$2\theta : 48,0175 \longrightarrow \theta = \frac{48,0175}{2} = 24,00875$$

$$\cos \theta : 0,913483331$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,0081 \times 0,913483331} = 189,732 \text{ \AA} = 18,97 \text{ nm}$$

Untuk perhitungan ukuran kristal pada variasi konsentrasi yang lain langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂ tanpa doping.

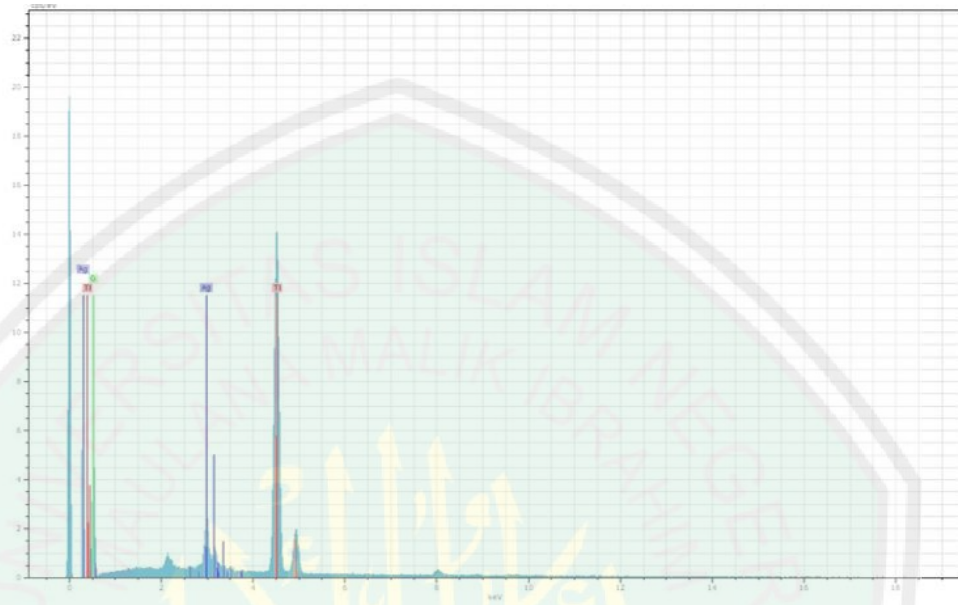
Hasil ukuran kristal dirangkum pada Tabel dibawah ini:

Tabel L8.1 Ukuran kristal TiO₂ dan TiO₂-Ag 1, 3, 5, 7, dan 9%

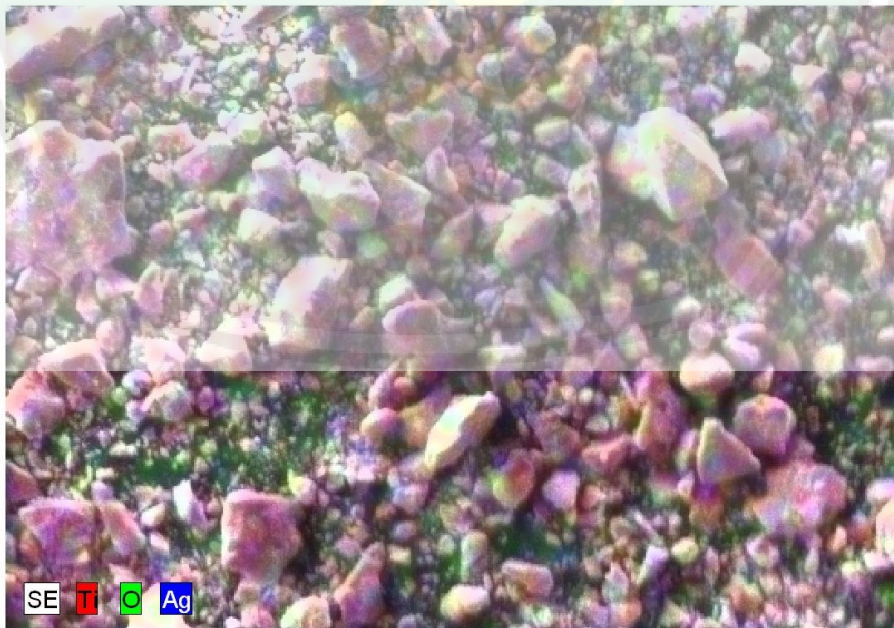
Material	Crystallite size (nm)
	Anatas
TiO ₂	18,97
TiO ₂ -1% Ag	10,1
TiO ₂ -3% Ag	9,54
TiO ₂ -5% Ag	8,93
TiO ₂ -7% Ag	11,67
TiO ₂ -9% Ag	10,1

Lampiran 9. Hasil Analisis Menggunakan SEM-EDX

L.9.1 Komposisi TiO₂-Ag



Gambar L.9.1 Karakterisasi EDS TiO₂-9% Ag dengan perbesaran 512 kali



Gambar L.9.2 Karakterisasi SEM TiO₂-9% Ag dengan perbesaran 494 kali