SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂/KARBON AKTIF MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

SKRIPSI

Oleh: SITI NUR JANNAH NIM. 14630081



JURUSAN KIMIA FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG 2019

SINTESIS dan KARAKTERISASI TiO₂/KARBON AKTIF MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

SKRIPSI

Oleh: SITI NUR JANNAH NIM. 14630081

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 2019

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

۰.

SINTESIS dan KARAKTERISASI TiO2/KARBON AKTIF MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

SKRIPSI

Oleh: SITI NUR JANNAH NIM. 14630081

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggał : 08 Januari 2019

Pembimbing I

Pembimbing II

Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239

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

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

ii

٦,

SINTESIS dan KARAKTERISASI TiO2/KARBON AKTIF MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

SKRIPSI

Oleh: SITI NUR JANNAH NIM, 14630081

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 08 Januari 2019

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(At allocat
Ketua Penguji	: Nur Aini, M.Si NIDT. 19840608 20160801 2 070	, TA MULE
Sekretaris Penguji	: Dr. Anton Prasetyo, M.Si NIP. 19770925 200604 1 003	Thup 23er
Anggota Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(



ii

ΜΟΤΤΟ

"I wanna change this World with my Word"



LEMBAR PERSEMBAHAN

Skripsi ini kupersembahkan untuk wanita yang selalu dikelilingi oleh kasih sayang dan tak pernah habis membaginya, ibuku, "Khaula Markhuma". Juga teruntuk lelaki penyabar yang menjadi pundak tempat bersandar, ayahku, "Mochamad Yahya". Pangeran dan putri yang sekarang masih kecil dalam keluargaku, pengeran "Muhammad Anwar Khafifi" dan putri "Nailatul Auliya". Kalian adalah harta paling berharga yang pernah kumiliki.

Teruntuk orang tua keduaku selama berada di bangku kuliah, pak Anton Prasetyo, bu Nur Aini, bu Lulu'atul Hamidatu Ulya dan Bu Eny Yulianti. Bersama beliau-beliau aku belajar banyak hal tentang kehidupan.

Teruntuk sahabat-sahabatku, yang bersama berjuang meraih impian. Saling menguatkan ketika ada yang berada di titik lemah, dan membantu berdiri ketika ada yang terjatuh dan ingin menyerah.

Juga teruntuk diriku di masa lalu yang pernah bermimpi menempuh perjalanan mengais ilmu di kota orang. Akhirnya kamu bisa meraihnya Anna. Untuk diriku di masa sekarang, langkahmu tak boleh berhenti. Impian-impianmu tak boleh tersisih. Dan untuk diriku di masa depan, ingatlah perjuanganku di masa yang silam.

Dan untuk Allah, terimakasih untuk setiap kesempatan dalam melangkah.

PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda	atangan di bawah ini:
Nama	: Siti Nur Jannah
NIM	: 14630091
Jurusan	: Kimia
Fakultas	: Sains dan Teknologi
Judul Penelitian	: "Sintesis dan Karakterisasi TiO ₂ /Karbon Aktif menggunakan Metode Sol-Gel"

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang laim yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

> Malang, 08 Januari 2019 Yang Membuat Pernyataan, METERSITAFF486375181 CRANE DEADOOR Siti Nur Jannah NIM. 14630081

3

KATA PENGANTAR

بِسْمِ ٱللَّهِ ٱلرَّحْمَٰنِ ٱلرَّحِيمِ

Alhamdulillahirabbil'alamin, segala puji bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, hidayah serta inayah-Nya sehingga penulis dapat menulis skripsi ini dengan semaksimal mungkin, meskipun masih jauh dari kesempurnaan. Allahummasholli'ala sayyidina Muhammad, sholawat dan salam selalu tercurahkan kepada Nabi pembawa cahaya dalam kehidupan, pembawa petunjuk berlandaskan al-Qur'an, suri tauladan setiap insan, Nabi besar Muhammad SAW.

Penulis bersyukur atas terselesaikannya skripsi dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi TiO₂/Karbon Aktif Menggunakan Metode Sol-Gel". Ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan maupun spiritual demi suksesnya penyusunan proposal ini kepada:

- Orang tua tercinta Bapak Mochammad Yahya dan Ibu Khaula Markhumah yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin mampu terbalaskan.
- Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
- Ibu Nur Aini, M.Si, selaku pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini.

- Ibu Eny Yulianti, M.Si sebagai penguji utama atas segala saran dan pertanyaan selama proses penyusunan dan ujian sehingga penulis dapat berusaha memahami penelitian dengan lebih baik lagi
- 6. Secara umum kepada 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 penyusun.
- Laboratorium Central Universitas Negeri Malang atas bantuan jasa analisa Difraksi Sinar-X bubuk (XRD).
- Laboratorium Jasa Kimia Universitas Indonesia atas bantuan jasa analisa UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy.
- 9. Laboratorium Instrumen Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang atas bantuan jasa analisa spektroskopi UV-Vis dan spektroskopi IR.
- 10. Bapak Dr. Veinardi Suendo dari Prodi Kimia Institut Teknologi Bandung atas uji pengukuran spektroskopi Raman.
- 11. Semua anggota "Abah Anton Squad" yaitu Nurul Rodhiyah, Risa Handayani, Siti Nur Lina Aprilia, Ervina Dwi, Annisa Nur Ilahi dan Tasya Januari serta anggota riset anorganik yang telah bersama berjuang dalam penelitian.
- 12. Semua Laboran PJ. Laboratorium Kimia UIN Malang yakni Rika Dian N., S.Si; Mei Rhomawati, S.Si; Isnaeni H., S.Si; M. Chalid Al Ayubi, S.Si; Susilowati, S.Si; Moh. Taufiq, S.Si; M. Royanudin, S.Si atas bantuan pemakaian instrumen dan jasa analisa selama proses penelitian untuk penyusunan laporan ini.

 Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Aamiin.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan. Amiin.

Malang, 08 Januari 2019 Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
MOTTO	iv
PERSEMBAHAN	v
PERNYATAAN ORISINILITAS	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xvi
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
الملخص	vvii
	A V II
BABI PENDAHULUAN	1
1 1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1 3 Tujuan Penelitian	5
1 4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
	5
BAB II TINIAUAN PUSTAKA	6
2.1 Material Semikonduktor TiO ₂ sebagai Fotokatalis	6
2.2. Karbon Aktif	9
2.3 Karbon Aktif sebagai Material Penyangga	10
2.4 Sintesis Nanopartikel dengan Metode Sol-Gel	12
2.5 Pandangan Islam tentang TiO ₂ /Karbon Aktif sebagai Metode	
Pengolahan Limbah	17
BAB III METODE PENELITIAN	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan	19
3.3 Rancangan Penelitian	19
3.4 Tahapan Penelitian	20
3.5 Prosedur Keria	$\frac{-0}{20}$
3.5.1 Sintesis Material TiO ₂ /Karbon Aktif dengan Metode Sol-Gel.	20
3.5.2 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X	21
3.5.3 Karakterisasi dengan SEM-EDS	21
3.5.4 Karakterisasi menggunakan Spektroskopi IR	22
3.5.5 Karakterisasi menggunakan Spektroskopi Raman	22
3.5.6 Karakterisasi Daerah Seranan Sinar dan Energi Celah Pita	${22}$
3.5.7 Uji Aktivitas Fotokatalis	22
3.5.7.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru	$\frac{-2}{23}$
	_0

3.5.7.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen	22
3.5.7.3 Pembuatan Kurva Standar untuk Spektroskopi	23
UV-Vis	23
3.5.7.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis	24
3.6 Analisis Data	24
3.6.1 Analisa Data XRD	24
3.6.2 Analisis Data SEM-EDS	24
3.6.3 Analisis dengan Spektroskopi IR	25
3.6.4 Analisis dengan Spektroskopi Raman	25
3.6.5 Analisis Data DRS	25
3.6.6 Analisis Aktivitas Fotokatalitik	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif Menggunakan Metode Sol-Gel	27
4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif dengan XRD	30
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif dengan SEM	31
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif dengan EDS	33
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif dengan IR	34
4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO ₂ /Karbon Aktif dengan Spektroskopi	
Raman	36
4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis 110_2 /Karbon Aktif dengan DRS	38
4.8 Uji Aktivitas Fotokatalitik 110 ₂ /Karbon Aktif Menggunakan Metiler	10
Biru	42
4.8.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Methen biru	42
4.8.2 Pendudian Kurva Standar Methen oli	42
4.8.5 Fengujian Aktivitas Fotokatans 1102/Karbon Aktir ternadap	11
4.9 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	44
4.9 Hash i chentran dalam i erspektit Islam	45
BAB V PENUTUP	48
5.1 Kesimpulan	48
5.2. Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	53

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir Penelitian	53
Lampiran 2	Perhitungan dalam Sintesis Material	54
Lampiran 3	Pembuatan Larutan Metilen Biru	56
Lampiran 4	Hasil Karakterisai XRD	58
Lampiran 5	Gambar Titik Tembak Karakterisasi Raman	62
Lampiran 6	Hasil Data EDS	63
Lampiran 7	Hasil Analisa UV-Vis	67
Lampiran 8	Hasil Analisa DRS	77



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada material semikonduktor	6
Gambar 2.2	Nilai energi celah pita beberapa material semikonduktor	8
Gambar 2.3	Struktur TiO_{2} (a) rutil (b) anatas (c) brookit	8
Gambar 2.4	SEM karbon aktif	10
Gambar 2.5	DRS (a) Plot Kubelka-Munk, (b) plot P25, TiO ₂ , TiO ₂ /karbon	
	aktif	11
Gambar 2.6	Data XRD: (a) P25, (b) TiO ₂ , (c) TiO ₂ /karbon aktif	15
Gambar 2.7	Foto SEM (a) P25, (b) TiO ₂ murni, (c) TiO ₂ /KA, (d) EDS	
	TiO ₂ /KA	15
Gambar 2.8	Spektra Raman (a) TiO ₂ (b) TiO ₂ /karbon aktif (c)karbon aktif	16
Gambar 2.9	Analisa IR dari (a) TiO ₂ (b) TiO ₂ /karbon aktif	17
Gambar 4.1	Proses pembentukan serbuk (a) TiO_2 (b) TiO_2 /karbon aktif	29
Gambar 4.2	Hasil TiO ₂ /karbon aktif menggunakan metode sol-gel (a) TiO ₂	
	(b) $TiO_2/AC95$ (c) $TiO_2/AC90$ (d) $TiO_2/AC80$ (e) $TiO_2/AC70$	29
Gambar 4.3	Pola Difraksi TiO ₂ dengan penambahan karbon aktif 95, 90, 80	
	dan 70 %	30
Gambar 4.4	Morfologi $TiO_2/karbon$ aktif (a) karbon aktif (b) TiO_2 (c)	
	$TiO_2/AC95$ (d) $TiO_2/AC90$ (e) $TiO_2/AC80$ (f) $TiO_2/AC70$	32
Gambar 4.5	Spektra IR TiO ₂ /karbon aktif	36
Gambar 4.6	Spektra Raman TiO ₂ /karbon aktif pada rentang panjang	
	gelombang 100-800 cm ⁻¹	37
Gambar 4.7	Spektra Raman TiO ₂ /karbon aktif pada rentang panjang	
	gelombang 900-2000 cm ⁻¹	37
Gambar 4.8	Hasil UV-Vis <i>Diffuse Reflectance</i> TiO ₂ /karbon aktif antara %	•
G 1 40	reflektansi dengan panjang gelombang	39
Gambar 4.9	Hasil UV-Vis <i>Diffuse Reflectance</i> TiO ₂ /karbon aktif antara	40
G 1 410	absorbansi dengan panjang gelombang	40
Gambar 4,10	Hasil UV-Vis <i>Diffuse Reflectance</i> 110 ₂ /karbon aktif antara faktor	
0 1 1 11	Kubelka-Munk dengan panjang gelombang	40
Gambar 4.11	Hasil penentuan nilai <i>band gap energy</i>	41
Gambar 4.12	Titik tembel angling Demon (a) Titik 1 TiO (ACO5 (b) Titik 2	44
Gambar L.6	This tempak analisa Kaman (a) Titik I $110_2/AC95$, (b) Titik 2 Tio $(AC95, (c))$ Titik 1 Tio $(AC90, (d))$ Titik 2 Tio $(AC90, (d))$	
	$110_2/AC93$, (c) $1101K = 110_2/AC90$, (d) $1101K = 110_2/AC90$, (e) Tivil 1 Tio $1/4$ C20 (b) Tivil 2 Tio $1/4$ C20	
	$\frac{1111111102}{4C80} = \frac{1102}{4C80} = \frac{1102}{4C80} = \frac{1102}{4C70} = 1102$	\sim
	(II) 11UK Z 11U2/AC/U	62

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida	9
Tabel 2.2 Waktu degradasi tetrasilin	11
Tabel 2.3 Data sifat TiO_2 dan TiO_2 / karbon aktif	12
Tabel 3.1 Perbandingan massa TiO ₂ dan karbon aktif	21
Tabel 3.2 Karakteristik vibrasi Raman TiO ₂ dan karbon aktif	25
Tabel 3.3 Karakteristik vibrasi TiO ₂ dan karbon aktif	25
Tabel 4.1 Data hasil EDS TiO ₂ /karbon aktif	33
Tabel 4.2 Modus vibrasi IR TiO ₂ /karbon aktif	35
Tabel 4.3 Modus vibrasi Raman TiO ₂ /karbon aktif	38
Tabel 4.4 Hasil penentuan nilai band gap energy	42
Tabel 4.5 Hasil uji aktivitas TiO ₂ /karbon aktif terhadap metilen biru	45
Tabel L.2.1 Hasil perhitungan jumlah karbon aktif	55



ABSTRAK

Jannah, N. Siti. 2019. Sintesis dan Karakterisasi TiO₂/Karbon Aktif menggunakan Metode Sol-gel. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, Konsultan: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci : TiO₂, karbon aktif, fotokatalis, sol-gel

Solusi permasalahan aglomerasi pada aplikasi material fotokatalis adalah dengan diembankan pada material berpori semisal karbon aktif. Dalam penelitian ini dilakukan sintesis TiO₂/karbon aktif dengan variasi komposisi TiO₂:karbon aktif (%): 100:0, 5:95, 10:90, 20:80, 30:70 dan 0:100 menggunakan metode sol-gel. TiO₂/karbon aktif disintesis dari titanium isopropoksida dengan pelarut isopropanol dan serbuk karbon aktif. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk menentukan fasa TiO₂, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur dalam senyawa, *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui nilai celah pita senyawa hasil sintesis, Spektroskopi Raman dan IR untuk mengetahui modus vibrasi produk hasil sintesis, serta dilakukan uji aktivitasnya dalam mendegradasi metilen biru.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwaTiO₂/karbon aktif memiliki fasa anatas dan rutil. Semakin banyak konsentrasi karbon aktif yang ditambahkan, intensitas fasa TiO₂ rutil semakin tinggi. Morfologi TiO₂/karbon aktif menunjukkan bahwa karbon aktif memiliki ukuran pori yang tidak seragam dan TiO₂ yang menyebar tidak merata di permukaan karbon aktif. Spektra IR TiO₂/karbon aktif menunjukkan modus vibrasi TiO₂ pada bilangan gelombang 585, 1560, 1634, dan 3436 cm⁻¹. Dari spektra Raman TiO₂/karbon aktif ditemukan bahwa TiO₂/karbon aktif dengan komposisi karbon aktif 0, 70, 80, dan 90 % terdapat fasa anatas sedangkan pada komposisi karbon aktif 95 % terdapat fasa anatas dan rutil. Reflektansi TiO₂ lebih tinggi dibandingkan TiO₂/karbon aktif. Namun reflektansi TiO₂/karbon aktif relatif berkurang seiring dengan bertambahnya konsentrasi karbon aktif. Nilai energi celah pita TiO₂/karbon aktif menjadi semakin kecil pada penambahan aktif 70% yaitu 2,85 eV. Semakin bertambahnya konsentrasi karbon aktif, kemampuan mendegradasi metilen biru juga semakin besar yang dikarenakan terbentuk dua fasa TiO₂ (anatas dan rutil).

ABSTRACT

Jannah, N. Siti. 2019. Synthesis and Characterization TiO₂/Activated Carbon Using Sol-gel. Department of Chemistry Science and Technology Faculty Maulana Malik Ibrahim Islamic State University. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords : *TiO*₂, activated carbon, photocatalyst, sol-gel

The solution to the problem of agglomeration in the application of photocatalyst material is to be applied to porous material such as activated carbon. In this study the synthesis of TiO₂/activated carbon was carried out with variations in the composition of TiO₂: activated carbon (%): 100: 0, 5:95, 10:90, 20:80, 30:70 and 0: 100 using the sol-gel method. TiO₂/activated carbon is synthesized from titanium isopropoxide with isopropanol as solvent and activated carbon powder. The synthesized compound was characterization by X-Ray Diffraction (XRD) to determine phase of TiO₂, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) to determine the morphology and content of the compounds, Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) to determine the band gap, Raman and IR Spectroscopy to determine the vibrational mode of the synthesized product, and photocatalist activity to degradating methylene blue.

Characterization result of XRD showed that $TiO_2/activated$ carbon has anatas and rutile phases. The more concentration of activated carbon is added, the higher the phase intensity of rutile TiO₂. The morphology of TiO₂/activated carbon shows that activated carbon has an uneven pore size and TiO₂ which spreads unevenly on the surface of activated carbon. The IR spectra of TiO₂/activated carbon show the vibrational mode of TiO₂ at wave numbers 585, 1560, 1634, and 3436 cm⁻¹. From the Raman TiO₂/activated carbon spectra it was found that TiO₂/activated carbon with the composition of activated carbon 0, 70, 80, and 90% contained an anatase phase while the composition of 95% activated carbon. But the TiO₂/activated carbon reflectance is relatively reduced as the concentration of activated carbon. But the TiO₂/activated carbon reflectance is relatively reduced as the concentration of activated carbon increases. The value of TiO₂/activated carbon band gap energy in the active addition of 70% is 2.85 eV. The increasing concentration of activated carbon, the ability to recover methylene blue is also greater due to the formation of two phases of TiO₂ (anatas and rutile).

الملخص

جنة، سيتي نور. ٢٠١٩. **تركيب وتصنيف الكربون المنشط/TiO باستخدام طريقة sol-gel. البحث** العلمي. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول : الدكتور أنتون براسيتيو الماجستير، المشرف الثاني : لؤلؤة الحميدة العلي الماجستير، المستشار: نور عيني الماجستير.

الكلمات الرئيسية : الكربون المنشط، TiO2 ، فوتوكاتاليتاس، sol-gel

يتم تطبيق حل مشكلة التكتل في تطبيق المواد الحفازة الضوئية على المواد المسامية مثل الكربون المنشط. في هذا البحث تم إجراء تخليق الكربون المنشط/ TiO2 مع الاختلافات في تكوين TiO2: الكربون المنشط (٪): ١٠٠: ١، موجره ويتم تركيب الكربون المنشط/2ot من التيتانيوم إيسوبروبوكسيدب مع المذيب الأيزوبروبانول ومسحوق الكربون المنشط. ووصفت المركبات التي تكون ن عملية التركيب بمالتات الأيزوبروبانول ومسحوق الكربون المنشط. مرحلة TiO2، المسح الطيفي المجهري للكشف عن الطاقة المجهرية الإلكترونية (SEM-EDS) من أجل تعيين مورفولوجيا ومحتويات المركبات في المركبات، طيف الانعكاس المنتشر (DRS) معرفة SEM-EDS) لمعرفة التي تكون عملية التركيب، مطيافية رامان و IR لتحديد الوضع الاهتزازيات التي تكون عملية التركيب، والقيام باختبار نشاطها في انحطاط الماتيلين الأزرق.

أشارت نتائج عملية التوصيف XRD إلى أن سم - ايحتوي على مرحلة أناتاس وروتيل. وكلما زاد تركيز الكربون المنشط زادت أيضا شدة TiO2 لمرحلة روتيل. وتوضح مورفولوجيا الكربون المنشط/TiO2 أن للكربون المنشط حجم مسام غير متساو وأن TiO2 النتشر بشكل غير متساو على سطح الكربون المنشط. وبجانب ذلك أن نمط لاهتزاز الكربون المنشط/TiO2 قمة في عدد الموجات ٥٨٥، ٢٥٦، ٢٦٢، وبجانب ذلك أن نمط لاهتزاز الكربون المنشط/TiO2 قمة في عدد الموجات ٥٨٥، ٢٥٦، ٢٥٢، ٢٦٢، وترتب مرحلة مس ما من الكربون المنشط/TiO2 قمة في عدد الموجات ٥٨٥، ٢٥٦، ٢٦٤، ترتب و ٩٥٪ من الكربون المنشط يحتوي على مرحلة أناتاس وروتيل. انعكاس TiO2 أعلى من الكربون أناتاس و ٩٥٪ من الكربون المنشط يحتوي على مرحلة أناتاس وروتيل. انعكاس TiO2 أعلى من الكربون تركيز الكربون المنشط إن قيمة طاقة فجوة نطاق الكربون المنشط/TiO2 في الإضافة النشطة بنسبة ٢٠٪ هي تركيز الكربون المنشط إن قيمة طاقة فجوة نطاق الكربون المنشط/TiO2 في الإضافة النشطة بنسبة ٢٠٪ هي مرحلتين من TiO2 رامع زيادة تركيز الكربون المنشط ، ٢٠ م ٢٠، ما مرحلة من الكربون

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri di Indonesia yang cepat, selain memberikan efek positif juga mempunyai efek negatif yaitu bertambahnya jumlah limbah yang salah satunya adalah limbah cair organik. Beberapa limbah cair organik di antaranya metilen biru, senyawa turunan fenol, tetrasilina dan klorobenzena. Pencemaran air akibat limbah organik kerap kali menjadi permasalahan yang tidak ada habisnya, sehingga diperlukan upaya-upaya untuk menanggulanginya. Berbagai cara telah dilakukan untuk mengurangi limbah cair organik misalnya dengan menggunakan netralisasi, koagulasi, adsorben ataupun fotokatalis (Abdullah, 2011). Fotokatalis adalah salah satu metode penanganan limbah dengan beberapa kelebihan yaitu sumber energi yang digunakan berupa cahaya matahari dan dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi.

Manusia sebagai khalifah diberikan tugas oleh Allah untuk mengelola bumi. Salah satu tugas manusia sebagai khalifah misalnya menjaga lingkungan dan mengatasi permasalahannya. Permasalahan pencemaran air akibat limbah organik, menjadi tanggung jawab manusia untuk mencari penyelesaiannya. Sebagaimana firman Allah dalam surat ar-Ro'du ayat 19 yang berbunyi:

افَمَنْ يَعْلَمُ أَنَّمَا أُنْزِلَ إِلَيْكَ مِنْ زَبِّكَ الْحَقُّ كَمَنْ هُوَ أَعْمى أَلِمَّا يَتَذَكّرأُ ولُواالأ أبتاب (١٩)

artinya: "Adakah orang yang mengetahui bahwasannya apa yang diturunkan kepadamu dan Tuhanmu itu benar sama dengan orang yang buta? Hanyalah orang-orang berakal saja yang dapat mengambil pelajaran." Ayat diatas menganjurkan manusia untuk berfikir atas apapun yang diturunkan oleh Allah ke bumi. Tidak ada yang dapat mengerti kebenaran dan merenungkan kebesaran Allah selain orang yang berakal dan berfikir. Oleh sebab itu, penelitian material fotokatalis merupakan salah satu upaya yang dapat dilakukan untuk menyelesaikan masalah pencemaran lingkungan akibat limbah organik.

Material fotokatalis dapat mendegradasi limbah cair organik melalui reaksi redoks. Menurut Arutanti (2009) jika semikonduktor dikenai cahaya (hv) dengan energi yang sesuai, maka elektron akan pindah ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif (hole) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan maupun dalam fasa ruah (bulk) partikel dan ada sebagian pasangan lain dari e^- dan h^+ dapat bertahan sampai permukaan semikonduktor, dimana pada akhirnya h^+ dan e^- dapat menginisiasi reaksi redoks zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor.

Beberapa material fotokatalis yang digunakan di antaranya adalah: TiO₂, SrTiO₃, ZnO, Fe₂O₃, CdS. TiO₂ dikenal sebagai material fotokatalis yang murah, memiliki kestabilan kimia yang tinggi, dan menghasilkan *hole* yang mempunyai daya oksidasi tinggi ketika disinari dengan ultraviolet (UV) (Fujishima, 2006). TiO₂ memiliki energi celah pita yang relatif tinggi (anatas: 3,2 eV; rutil: 3,0 eV) sehingga bekerja pada daerah UV (Ragupathy, 2015). Kelemahan TiO₂ yang lain sebagai material fotokatalis adalah laju rekombinasi elektron *hole* yang tinggi (Surenjan, 2017). Selain itu, TiO₂ serbuk memiliki kelemahan dalam aplikasi pada teknologi fotokatalis di antaranya adalah kesulitan dalam memisahkan TiO₂ dari larutan, kecenderungan menggumpal pada konsentrasi tinggi, dan kesulitan untuk mendaur ulang material (Asiltürk dan Şener, 2012).

Usaha yang dilakukan untuk mengatasi kelemahan TiO₂ terkait dengan nilai energi celah pita adalah melakukan pendopingan dengan unsur logam atau non logam yang bertujuan untuk menggeser nilai energi celah pita ke daerah sinar tampak, misalnya TiO₂ doping dengan logam La, Cu atau V (Scepanovic, dkk., 2009; Dahlan, dkk., 2017; Motola, dkk., 2018), sedangkan untuk mengatasi kelemahan terkait laju rekombinan yang tinggi dilakukan dengan sintesis material *heterojunction*. Kelemahan terkait penggumpalan partikel sehingga luas permukaan semakin tinggi, maka TiO₂ diembankan dengan material penyangga seperti zeolit atau karbon aktif (Sarno, dkk., 2015).

Salah satu bahan yang mempunyai potensi digunakan sebagai material penyangga TiO₂ adalah karbon aktif. Keunggulan karbon aktif sebagai material pendukung pada berbagai aplikasi karena memiliki pori yang seragam dan kemampuan absorpsi yang tinggi. Penggunaan karbon aktif sebagai material penyangga, diharapkan mampu meningkatkan luas permukaan TiO₂, ketahanan dan kestabilan struktur serta komposisi TiO₂. Martin, dkk. (2016) menyatakan bahwa TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dengan perbandingan karbon aktif sebanyak 25% dapat meningkatkan luas permukaan dan menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil. Penambahan karbon aktif juga dapat meningkatkan sifat fotokatalitik material dengan memberikan nilai energi celah pita yang lebih rendah daripada TiO₂ tanpa penambahan karbon aktif. TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif hanya membutuhkan waktu 16 menit untuk mendegradasi tetracilin 50 mg/L dibandingkan TiO₂ murni yang membutuhkan waktu 23 menit. Sintesis TiO₂/karbon aktif dilakukan dalam beberapa metode misalnya (a) reaksi keadaan padatan (SSR) (Arsita, 2016) (b) sol-gel (Martin, dkk., 2016) (c) *solvothermal* (Wu, 2013). Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis yang cukup sederhana dan mudah penerapannya. Selain itu metode sol-gel juga dapat mengontrol ukuran partikel dan homogenitasnya (Mao, 2005). Menurut Purwantoro (2008), pada metode sol-gel, larutan mengalami perubahan fasa menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetap mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol.

Berdasarkan uraian di atas maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO₂/karbon aktif menggunakan metode sol-gel pada variasi komposisi. TiO₂/karbon aktif dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) yang bertujuan untuk mengetahui fasa senyawa yang dihasilkan, sedangkan morfologi partikel dikarakterisasi dengan menggunakan *scanning electron microscopy* (SEM). Kandungan unsur pada material hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *energy dispersive spectroscopy* (EDS). Identifikasi lokal struktur TiO₂/karbon aktif menggunakan spektroskopi Infra Merah (IR) dan Raman. Karakterisasi selanjutnya menggunakan *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui nilai energi celah pita material hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

a. Bagaimana karakterisasi struktur, lokal struktur, morfologi dan nilai energi celah pita dari senyawa TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dengan

menggunakan metode sol-gel pada perbandingan TiO₂/karbon aktif (% massa) 100:0, 5:95, 10:90, 15:85, 20:80, dan 0:100?

b. Bagaimana aktivitas fotokatalis TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dengan menggunakan metode sol-gel pada perbandingan TiO₂/karbon aktif (% massa) 100:0, 5:95, 10:90, 15:85, 20:80, dan 0:100?

1.3 Tujuan Masalah

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- a. Untuk identifikasi struktur, lokal struktur, morfologi dan nilai celah pita hasil sintesis TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dengan menggunakan metode sol-gel pada perbandingan TiO₂/karbon aktif (% massa) 100:0, 30:70, 20:80, 10:90, 5:95, dan 0:100.
- b. Untuk mengetahui aktivitas fotokatalis TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dengan menggunakan metode sol-gel pada perbandingan TiO₂/karbon aktif (% massa) 100:0, 5:95, 10:90, 15:85, 20:80, dan 0:100.

1.4 Batasan Masalah

- 1. Sintesis TiO₂/karbon aktif menggunakan metode sol-gel.
- Variasi TiO₂ /karbon aktif dengan perbandingan komposisi (% massa): 100:0, 30:70, 20:80, 10:90, 5:95, dan 0:100.

1.5 Manfaat penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi-informasi baru tentang karakteristik material TiO₂/karbon aktif dengan perbandingan komposisi (% massa) 100:0, 30:70, 20:80, 10:90, 5:95, dan 0:100 yang disintesis dengan metode sol-gel dan potensinya sebagai fotokatalis.

BAB II

TINJUAN PUSTAKA

2.1 Material Semikonduktor TiO2 sebagai Fotokatalis

Fotokatalis, secara umum didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan katalis padat yang dalam langkah reaksinya melibatkan pasangan elektron-*hole* (e^{-} dan h^{+}) (Arutanti dan Khairurrijal, 2009). Mekanisme perpindahan e^{-} dan terbentuknya *hole* ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2. 1 Peristiwa eksitasi dan de-eksitasi pada material semikonduktor TiO₂ (Fujishima dan Zhang, 2006)

Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya (hv) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^{-}) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (hole) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^{-} dan h^{+} ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan ataupun di dalam *bulk* partikel, sedangkan sebagian lain dari pasangan e^{-} dan h^{+} dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, di mana pada akhirnya, h^{+} dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^{-} akan mereduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Arutanti dan Khairurrijal, 2009). Pembentukan hole di

(2.2)

pita valensi dapat mengoksidasi molekul, misalnya air. Gugus hiidroksil yang dihasilkan pada oksidasi air, dapat mengoksidasi sebagian besar zat organik menjadi air, asam mineral dan karbodioksida (Arutanti dan Khairurrijal, 2009). Mekanisme reaksi pada material fotokatalis ditunjukkan pada persamaan 2.1-2.6.

$\mathrm{TiO}_2 + h\nu \rightarrow e^- + h^+$	(2.1)

 $TiO_2(h^+) + H_2O_{ad} \rightarrow HO \cdot + H^+$ (2.3)

 $\operatorname{TiO}_2(e^{-}) + \operatorname{O}_2 \rightarrow \operatorname{O}_2^{--}$

O_2 · $+ H^+ \rightarrow HO_2$ ·	(2.4)

 $\text{HO-}_2 + \text{Pollutant}_{ad} \rightarrow \text{Intermediet} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ (2.5)

Polutan Organik + TiO₂ +
$$hv \rightarrow CO_2 + H_2O$$
 (2.6)

TiO₂ merupakan senyawa dioksida berwarna putih yang tahan karat, tidak beracun dan merupakan salah satu fotokatalis yang paling stabil dan sering digunakan dibandingkan katalis lainnya (Abdullah, 2011). TiO₂ mempunyai tiga jenis struktur kristal dari yaitu rutil, anatas dan brookit seperti ditampilkan pada Gambar 2.2. Struktur TiO₂ yang berbeda-beda, mempengaruhi aktivitas fotokatalis. Struktur anatas dan rutil sama-sama mengkristal dalam tetragonal, namun struktur anatas mengalami distorsi yang mengakibatkan ukurannya lebih besar sedangkan struktur brookit memiliki struktur kristal orthorombik. Ukuran TiO₂ fasa anatas yang lebih kecil daripada rutil dan brokit, akan memperbesar luas area sehingga aktivitas fotokatalis juga meningkat.

Nilai energi celah pita struktur rutil adalah 3,02 eV, anatas adalah 3,23 eV sedangkan brookit adalah 3,14 eV (Di Paola, Bellardita dan Palmisano, 2013). Dari nilai celah energi dapat diketahui bahwa anatas, rutil dan brookit mampu menyerap sinar ultraviolet sehingga dapat memungkinkan terjadinya banyak eksitasi elektron dari pita valensi dan pembentukan *hole* pada pita konduksi. Gambar 2.2 menunjukkan kemampuan oksidasi dan reduksi beberapa material semikonduktor berdasarka nilai energi celah pita. Semakin negatif nila pita valensi, maka daya oksidasi akan semakin kuat sedangkan semakin positif nilau pita konduksi, maka daya reduksi semakin kuat. Anatas dan rutil memiliki daya oksidasi yang tidak jauh berbeda, namun anatas memiliki daya reduksi yang lebih besar dibandingkan rutil. Sehingga TiO₂ dengan fasa anatas memiliki aktifitas fotokatalis yang lebih baik daripada rutil. Menurut Nolan (2011), struktur anatas dapat diperoleh menggunakan suhu kalsinasi dari 120-500 °C, sedangkan struktur rutil dimulai dari suhu 600 °C.



Gambar 2. 2 Nilai energi celah pita beberapa material semikonduktor (Li, Li, Hou, dan Wang, 2005)



Gambar 2. 3 Struktur TiO₂: (a) rutil (b) anatas (c) brookit (Gates, 1991)

~	
البير	
>	
-	
\square	
\sim	
•	
>	
1	
- i	
10	
U)	
Ň	
111	
~	
_	
\mathbf{O}	
-	
>	
(n	
1.1.1	
1.0	
(n	
~	
>	
- T.	
- C.	
4	
2	
2	
3RA	
BRA	
IBRA	
IBRA	
(IBRA	
K IBRA	
IK IBRA	
IK IBRA	
LIK IBRA	
NLIK IBRA	
ALIK IBRA	
1ALIK IBRA	
MALIK IBRA	
MALIK IBRA	
MALIK IBRA	
A MALIK IBRA	
IA MALIK IBRA	
NA MALIK IBRA	
NA MALIK IBRA	
ANA MALIK IBRA	
ANA MALIK IBRA	
LANA MALIK IBRA	
ILANA MALIK IBRA	
ULANA MALIK IBRA	
ULANA MALIK IBRA	
AULANA MALIK IBRA	
AULANA MALIK IBRA	
AAULANA MALIK IBRA	
MAULANA MALIK IBRA	
MAULANA MALIK IBRA	
F MAULANA MALIK IBRA	
F MAULANA MALIK IBRA	
JF MAULANA MALIK IBRA	
OF MAULANA MALIK IBRA	
OF MAULANA MALIK IBRA	
7 OF MAULANA MALIK IBRA	
Y OF MAULANA MALIK IBRA	
3Y OF MAULANA MALIK IBRA	
RY OF MAULANA MALIK IBRA	
ARY OF MAULANA MALIK IBRA	
ARY OF MAULANA MALIK IBRA	
ZARY OF MAULANA MALIK IBRA	
RARY OF MAULANA MALIK IBRA	
3RARY OF MAULANA MALIK IBRA	
BRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
JBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
. LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
L LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
AL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
AL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
2AL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
RAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
TRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
TRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
NTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	
INTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRA	

Sifat	Rutil	Anatas	Brokit
Struktur Kristal Tetragonal		Tetragonal	Orthorombik
Tetapan Geometris (Å)	<i>a</i> = <i>b</i> = 4,5936	a=b=3,784	<i>a</i> = 9,184
	c = 2,9587	c = 9,515	b = 5,447
			c = 5,154
Space Group	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	Pbca
Molekul	2	2	4
Volume Molekul (Å ³)	31,2160	34,061	32,172
Berat Jenis (gcm ⁻³)	4,13	3,79	3,99
Panjang Ikatan Ti-O (Å)	1,949 (4)	1,937(4)	1,87-2,04
3 0	1,980 (2)	1,965(2)	
Sudut Ikatan O-Ti-O (°)	81,2	77,7	77,0-105
	90,0	92,6	

Tabel 2.1	Sifat struktur	kristal	titanium ((IV) oksida (Baur	. 1961)	
I GOOI AII	onde ou anear	minouu	ci conti conti i	(, onorad ,	Daar	,	

2.2 Karbon Aktif

Karbon yang ditingkatkan dayanya melalui aktivasi disebut karbon aktif. Karbon aktif memiliki luas permukaan yang cukup besar sehingga dikenal sebagai adsorben yang cukup baik dan sifat ini dapat membantu proses adsorbsi katalitik (Septiani, 2015). Morfologi permukaan dan pori karbon aktif ditampilkan pada Gambar 2.3.

Karbon aktif merupakan suatu padatan berpori yang mengandung 85-95% karbon dan dihasilkan dari bahan-bahan yang mengandung karbon dengan pemanasan pada suhu tinggi. Kvech (1998) menyatakan bahwa karbon aktif adalah suatu bahan padat yang berpori dan merupakan hasil pembakaran dari bahan yang mengandung karbon melalui proses pirolisis. Sebagian dari pori-porinya masih tertutup hidrokarbon, tar dan senyawa organik lain. Komponennya terdiri dari karbon terikat (fixed carbon), abu, air, nitrogen dan sulfur. Karbon aktif memiliki luas permukaan yang sangat besar yaitu 1,95x106 m² kg⁻¹ dengan total volume poriporinya sebesar 10,28x10⁻⁴ m³mg⁻¹ dan diameter pori rata-rata 21,6 Å, sehingga sangat memungkinkan untuk menyerap adsorbat dalam jumlah yang banyak.

/ B

Semakin luas permukaan dari karbon aktif, maka daya serapnya semakin tinggi (Allport, 1997).



Gambar 2. 4 SEM karbon aktif (Asiltürk dan Şener, 2012)

2.3 Karbon Aktif sebagai Material Penyangga

TiO₂ serbuk memiliki kelemahan dalam aplikasi pada teknologi fotokatalis di antaranya adalah kesulitan dalam memisahkan TiO₂ dari larutan, kecenderungan menggumpal pada konsentrasi tinggi, dan kesulitan untuk mendaur ulang material (Asiltürk dan Şener, 2012). Penambahan karbon aktif sebagai material penyangga dapat memperluas permukaan TiO₂ dengan mendistribusikan TiO₂ secara merata di permukaan karbon aktif (Leary dan Westwood, 2011).

Penggunaan senyawa karbon aktif sebagai material penyangga TiO₂ telah dilaporkan beberapa pihak. Martin, dkk. (2016), melaporkan bahwa TiO₂/karbon aktif mempunyai ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO₂ murni. TiO₂ murni memiliki ukuran 10,3 nm sedangkan pengembanan pada karbon aktif menghasilkan TiO₂ dengan ukuran 8,53 nm. Ukuran material semakin kecil menghasilkan luas permukaan yang semakin besar sehingga aktivitas fotokatalis juga meningkat. Data DRS yang ditampilkan pada Gambar 2.4 menunjukkan bahwa nilai energi celah pita TiO₂/karbon aktif lebih kecil dibandingkan nilai energi celah pita TiO₂. Energi celah pita TiO₂ murni yaitu 3,07 eV, sedangkan setelah diembankan pada karbon aktif menghasilkan energi celah pita sebesar 3,04 eV. Martin, dkk. (2016) juga menyatakan bahwa aktifitas fotokatalis TiO₂ meningkat ketika diembankan pada karbon aktif. Hal ini ditunjukkan pada Tabel 2.1 yang menyatakan bahwa TiO₂ murni mampu mendegradasi tetrasilin selama 23,7 menit

menjadi 16,1 menit.



sedangkan setelah penambahan karbon aktif mempercepat proses degradasi

Gambar 2. 5 DRS (a) Plot Kubelka-Munk, (b) plot P25, TiO₂, TiO₂/karbon aktif (Martins dkk., 2017)

Tabel 2.2 Waktu degradasi tetrasilin (Martins, dkk., 2017				
Fotokatalis	Waktu Degradasi (min)			
P25	19,6			
TiO ₂ murni	23,7			
TiO ₂ /AC	16,1			
Tanpa katalis	260			

Penambahan karbon aktif sebagai material penyangga juga dilakukan oleh Slimen, dkk. (2015) dengan metode sol-gel yang dikalsinasi dengan dialiri nitrogen dan udara. Ukuran TiO₂ murni yang dikalsinasi menggunakan N₂ adalah 6,34 nm dan setelah penambahan karbon aktif menghasilkan ukuran yang lebih kecil yaitu 5,74 nm. Ukuran TiO₂ juga mempengaruhi luas permukaan material. Luas permukaan TiO₂ murni adalah 110,20 m²/g setelah ditambahkan karbon aktif semakin besar yaitu 184,90 m²/g. Ukuran kristal TiO₂ yang dikalsinasi dengan aliran udara juga semakin kecil ketika diembankan pada karbon aktif dengan luas permukaan yang lebih besar. Ukuran TiO2 murni adalah 14,88 nm sedangkan setelah penambahan karbon aktif dihasilkan ukuran 7,68 nm. Luas permukaan TiO₂ murni adalah 95,20 m²/g dan setelah penambahan karbon aktif menjadi 112,40 m^2/g . Data *crystallite size* dan luas permukaan TiO₂/AC dirangkum dalam Tabel 2.2.

Tabel 2.5 Data shat 110_2 dan 110_2 / karbon aktil (Shimen, dkk., 2015)						
Matarial	$T(O_{1}(hard 0/1))$	Anata	Sbet			
Material	$110_2 (\text{derat \%})$	Crystallite size (nm)	Kandungan (%)	(m²/g)		
Dikalsinasi den	ngan aliran N ₂	11 To				
TiO ₂	100	6,34	74,4	110,20		
TiO_2 / AC	90	5,74	76,00	184,90		
Dikalsinasi d	lengan aliran udara					
TiO ₂	100	14,88	79,30	95,20		
TiO ₂ / AC	90	7,68	76,60	112,40		

2.4 Sintesis Nanopartikel dengan Metode Sol–Gel

Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini banyak digunakan karena proses reaksinya menggunakan suhu rendah dan baik dalam tingkat homogenitasnya (Ibrahim dan Sreekantan, 2010). Pada proses ini, larutan mengalami perubahan fasa menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol).

Tahapan dalam proses sol-gel ada 2, yaitu hidrolisis dan kondensasi (Yuwono, 2010). Menurut Singnal dan Skandan (2006), hidrolisis dan kondensasi pada proses solgel sangat cepat, sehingga kemungkinan diperoleh ukuran yang haus dan seragam sangat sulit. Sebaliknya, hidrolisis yang terjadi lebih lambat dan terkontrol akan menghasilkan partikel yang lebih kecil, dan sebagai katalis untuk terjadinya kondensasi yang akan menghasilkan partikel yang lebih halus. Tahapan secara detail dari proses sol-gel adalah sebagai berikut:

1. Hidrolisis Alkoksida Logam

Pada tahap pertama alkoksida dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat. Reaksi hidrolisis ini dapat terjadi karena adanya serangan atom oksigen dari molekul air, sehingga gugus (- OR) pada prekusor digantikan dengan gugus hidroksil (- OH) seperti ditunjukkan pada persamaan 2.7 - 2.10 (Yuwono, 2010),

$M(OR)_4$ +	F	H ₂ O	$(\mathrm{HO})M(\mathrm{OR})_3$	+ <i>R</i> -OH (2.7)
$(OH)M(OR)_3$ +	+	H ₂ O	 $(\mathrm{HO})_2 M(\mathrm{O}R)_2$	+ <i>R</i> -OH (2.8)
$(OH)_2 M(OR)_2 +$	F	H ₂ O	 (HO) ₃ <i>M</i> (OR)	+ <i>R</i> -OH (2.9)
$(OH)_3M(OR)$ +	F _	H ₂ O	 <i>M</i> (OH) ₄	+ <i>R</i> -OH (2.10)

2. Kondensasi

Pada tahap kondensasi, prekusor alkoksida yang telah terhidrolisis dalam bentuk grup-grup hidroksida (*M*-OH) akan saling terhubung membentuk molekul yang lebih besar melalui reaksi berantai. Bentuk molekul yang dihasilkan mirip dengan molekul polimer, sehingga tahap kondensasi ini sering disebut dengan reaksi polimerisasi. Yuwono (2010) juga

menyatakan, bahwa pada tahap kondensasi terdapat dua sub reaksi, yaitu *olation* dan *oxolation*. Pada sub-reaksi *olation*, sebuah hidroksi atau *"jembatan ol"* (-OH-) menghubungkan dua atom logam, sedangkan pada sub-reaksi *oxolation*, yang terbentuk adalah *"jembatan oxo"* (-O-). Mekanisme reaksinya ditunjukkan pada persamaan 2.11-2.12

a. Kondensasi alkohol

$$M - OR + HO - M \longrightarrow M - O - M + R - OH$$
 (2.11)

a. Kondensasi air

$$M - OH + HO - M \longrightarrow M - O - M + H - OH (2.12)$$

Keuntungan menggunakan metode sol-gel menurut Asilturk dan Sener (2012) adalah proses sol-gel membutuhkan suhu yang rendah dan dapat diatur kristalinitas, ukuran partikel dan luas permukaannya tergantung pada air, rasio alkoksida, suhu reaksi dan pH reaksi. Selain itu, Widodo (2010) juga menyatakan bahwa metode sol-gel memiliki homogenitas yang baik dengan pencemaran yang lebih rendah.

Data XRD senyawa TiO₂ yang dilakukan oleh Martins, dkk. (2016) ditampilkan pada Gambar 2.6. Berdasarkan data yang diperoleh, Gambar 2.6.a merupakan difraktogram dari P25 (75% anatas dan 25% rutil) menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa anatas dan rutil. Fasa anatas ditunjukkan pada puncak 20 (°): 25.34; 37,94; 48,14 dan 54,04, sedangkan fasa rutil ditunjukkan pada puncak 20 (°): 27,42; 35,88 dan 35,03. Gambar 2.6.b merupakan difraktogram dari TiO₂ hasil sintesis sedangkan 2.6.c adalah difraktogram sampel TiO₂ yang

15

diembankan pada karbon aktif dan menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa anatas.



Gambar 2. 6 Data XRD: (a) P25, (b) TiO₂, (c) TiO₂/karbon aktif (Martins, dkk., 2017)



Gambar 2. 7 Foto SEM (a) P25, (b) TiO₂ murni, (c) TiO₂/KA, (d) EDS TiO₂/KA (Martins, dkk., 2017)

Data SEM-EDS yang ditampilkan pada Gambar 2.7 yang menunjukkan bahwa morfologi P25, TiO₂ dan TiO₂/karbon aktif terlihat sama dan ditemukan partikel yang teraglomerasi, tetapi pada TiO₂ dan TiO₂/karbon aktif partikel terdispersi. Gambar 2.7.d menunjukkan spektrum EDS dari TiO₂/karbon aktif yang mengindikasikan adanya unsur Ti, O dan C pada permukaan material. Penelitian yang dilakukan oleh Singh, dkk. (2016) pada sintesis TiO₂/karbon aktif dengan metode sol-gel menunjukkan bahwa penambahan karbon aktif tidak merubah modus vibrasi TiO₂ anatas. Berdasarakan data raman yang ditampilkan pada Gambar 2.8, puncak pada bilangan gelombang 130, 190, 386 , 506, dan 630 cm⁻¹ merupakan modus vibrasi TiO₂ anatas. Adanya karbon aktif ditunjukkan pada bilangan gelombang 1332 dan 1585 cm⁻¹ yang mengindikasikan vibrasi ikatan C-C pada karbon aktif. Spektra Raman TiO₂/karbon aktif pada Gambar 2.8.b memiliki puncak pada bilangan gelombang yang sama dengan spektra TiO₂ sedangkan perbedaan intensitas menandakan bahwa TiO₂ berhasil diembankan pada karbon aktif. Karakteristik bilangan gelombang akan berbeda jika TiO₂ didoping dengan karbon. Menurut He, dkk. (2013) TiO₂ yang didoping menggunakan karbon tidak akan memunculkan puncak pada bilangan gelombang 1332 dan 1585 cm⁻¹.



Gambar 2. 8 Spektra Raman (a) TiO₂ (b) TiO₂/karbon aktif (c) Karbon aktif (Singh, dkk., 2016)

Data IR ditampilkan pada Gambar 2.9. Terdapat puncak pada panjang gelombang 3415 dan 1620 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya *stretching* dan *bending*

gugus hidroksil dari titanol (Ti-OH). Puncak pada 757 cm⁻¹ merupakan *stretching* Ti-O yang menjadi karakteristik terbentuknya TiO₂.



Gambar 2. 9 Spektra IR dari (a) TiO₂ (b) TiO₂/karbon aktif (Singh, dkk., 2016)

2.5 Pandangan Islam tentang TiO₂/Karbon Aktif sebagai Metode Pengolahan Limbah TiO₂/Karbon aktif merupakan material fotokatalis yang dapat digunakan

sebagai pengolahan limbah cair organik. Metode fotokatalis ini mampu mengubah zat limbah cair organik yang berbahaya bagi kesehatan manusia menjadi senyawa yang tidak berbahaya. Oleh karena itu, metode ini perlu dikembangkan agar manusia dapat memenuhi tugas dari Allah SWT sebagai khalifah dalam mengelolah bumi sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat al-Baqoroh ayat 30 yang berbunyi:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الأَرْضِ حَلِيفَةً قَالُوا أَبَحْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لا تَعْلَمُونَ (٣٠)

Artinya: "Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan khalifah di muka bumi." Mereka berkata: "Apakah Engkau hendak menjadikan di bumi itu siapa yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Allah berfirman: "Sesungguhnya Aku me-ngetahui apa yang tidak Engkau ketahui." Al-Qarni (2007) juga menjelaskan tentang larangan Allah SWT kepada manusia agar tidak berbuat kerusakan di bumi setelah Allah SWT memperbaikinya dengan keimanan yang dibawa oleh para Rasul. Selain itu, Allah SWT juga memerintahkan manusia untuk berdoa kepada Allah dalam keadaan cemas terhadap siksa-Nya sekaligus berharap mendapat pahala-Nya serta beramal sebaik-baiknya dengan ikhlas. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam al-Qur'an surat Al-A'raf ayat 56 yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ (٥٦)

Artinya: "Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaiki dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik.

Berdasarkan al-Qur'an surat al-Baqoroh ayat 30 dan al-A'rof ayat 56 dapat diketahui bahwa manusia tidak diperbolehkan untuk membuat kerusakan di bumi dan diutus oleh Allah SWT untuk mengelolah bumi dengan baik. Sintesis material fotokatalis merupakan salah satu upaya manusia sebagai khalifah dalam menjaga bumi dan merupakan bentuk amal baik yang dilakukan manusia sebagai wujud penghambaan manusia kepada Tuhannya.
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada rentang bulan April 2018 sampai dengan September 2018 di Laboratorium Riset Kimia Anorganik, jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, mortar agate, tanur, krusibel alumina, oven, seperangkat alat XRD, seperangkat alat IR, seperangkat alat spektroskopi Raman, seperangkat alat SEM-EDS, seperangkat alat DRS dan seperangkat alat spektroskopi UV-Vis.

3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain titanium (**IV**) isopropoksida, isopropanol, metilen biru, akuades dan karbon aktif.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk mengetahui karakteristik struktur dan serapan TiO₂ yang dilapiskan pada karbon aktif dengan variasi perbandingan komposisi TiO₂/karbon aktif (% massa) 100:0, 30:70, 20:80, 10:90, 5:95, dan 0:100 menggunakan metode sol-gel dengan suhu kalsinasi 500°C. TiO₂/karbon aktif yang dihasilkan akan dikarakterisasi struktur dan serapan sinarnya dengan XRD, SEM-EDS, IR, Raman dan DRS yang kemudian akan diuji aktifitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi metilen biru.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini adalah:

- 1. Sintesis TiO₂/karbon aktif
- Karakterisasi hasil sintesis menggunakan : XRD, SEM-EDS, Spektroskopi IR, Spektroskopi Raman dan DRS
- 3. Uji fotokatalitik dengan menggunakan metilen biru
- 4. Analisis data

3.5 Prosedur Kerja3.5.1 Sintesis Material TiO₂/karbon aktif dengan Metode Sol-Gel

Dalam penelitian ini akan disintesis TiO₂/karbon aktif dengan perbandingan (% massa) 100:0, 5:95, 10:90, 20:80, 30:70, dan 0:100. Jumlah perkusor yang dibutuhkan didasarkan pada perhitungan stokiometri yang dirangkum pada Tabel 3.1, sedangkan perhitungan detailnya ditampilkan pada Lampiran 2. TTIP dan isopropanol dilarutkan dengan diaduk menggunakan stirrer selama 30 menit pada suhu ruang. Lalu ditambahkan karbon aktif sesuai jumlah. Kemudian air ditambahkan dalam campuran dan diaduk selama 1 jam hingga terbentuk gel. Setelah pengadukan, sol yang terbentuk dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam. Material padat dikalsinasi pada suhu 550°C selama 4 jam dengan laju pemanasan 1°C min⁻¹ pada tanur.

3.5.2 Karakterisasi dengan Teknik Difraksi Sinar-X

Teknik difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi dan menentukan fasa sampel. Karakterisasi yang dilakukan menggunakan monokromator sinar-X Cu dengan voltase 30 kV. Sedangkan, *scanning* dilakukan pada sudut 2θ (°) = 5 - 90 dengan kecepatan 3° per menit. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar database yang ada pada *International Crystallography Standard Data* (ICSD). Standar TiO₂ yang digunakan berasal dari ICSD dengan nomor 4482 sebagai standar anatas dan nomor 23697 sebagai standar rutil.

Perbandingan TiO ₂ /karbon aktif (%)	TTIP (mL)	Isopropanol (mL)	Air (mL)	Karbon Aktif (g)
100:0	7,36	25,76	14,72	0
5:95	7,36	25,76	14,72	38
10:90	7,36	25,76	14,72	18
20:80	7,36	25,76	14,72	8
30:70	7,36	25,76	14,72	4,67
0:100	7,36	25,76	14,72	20

Tabel 3. 1 Perbandingan massa TiO₂ dan karbon aktif

3.5.3 Karakterisasi dengan SEM-EDS

Karakterisasi dengan SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui morfologi material dan distribusi ukuran pasrtikel dari material hasil sintesis. Sampel diletakkan pada sampel holder kemudian diukur dengan menggunakan SEM pada rentang perbesaran 3000x dan dilanjutkan pengukuran menggunakan EDS untuk mengetahui komposisi unsur pada sampel.

3.5.4 Karakterisasi menggunakan Spektroskopi IR

Karakterisasi menggunakan Spektroskopi IR bertujuan untuk mengetahui puncak khas dari TiO₂ anatas. Pengukuran IR dilakukan dengan melapisi serbuk TiO₂/karbon aktif dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortar agate dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan di*press*/ditekan dengan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan IR.

3.5.5 Karakterisasi menggunakan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas material. Pengukuran spektroskopi Raman menggunakan sumber sinar laser hijau dengan panjang gelombang 532 nm dengan rentang pengukuran antara 50-1500 cm⁻¹. Perubahan lokal struktur diamati dari perubahan modus vibrasi Raman senyawa produk sintesis.

3.5.6 Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita

Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* dilakukan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektannya pada rentang panjang gelombang 200-1000 nm.

3.5.7 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji aktivitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan karbon aktif terhadap kemampuan degradasi katalis pada metilen biru dengan kondisi penyinaran ultraviolet. Jenis katalis dan sumber sinar radiasi digunakan sebagai variabel bebas, sedangkan persentase penurunan konsentrasi metilen biru sebagai variabel terikat. Penurunan konsentrasi metilen didapatkan dari data absorbansi larutan metilen biru sebelum dan setelah proses fotodegradasi yang dihitung berdasarkan kurva standar yang telah dibuat.

3.5.7.1 Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru

Dilarutkan 10 mg metilen biru (MB) murni dengan menambahkan akuades dalam labu ukur 100 mL hingga tepat tanda batas dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan induk 100 ppm. Kemudian disimpan larutan induk metilen biru di dalam lemari pendingin untuk mengurangi biodegradasi.

3.5.7.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metilen Biru

Larutan metilen biru 10 ppm diukur serapannya antara 400 – 800 nm dengan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan panjang gelombang maksimumnya. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar atau panjang gelombang yang paling banyak diserap oleh metilen biru kemudian dari data panjang gelombang maksimum digunakan untuk membuat kurva standar.

3.5.7.3 Pembuatan Kurva Standar Untuk Spektroskopi UV-Vis

Larutan metilen biru dengan variasi 1-10 ppm (dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk dengan akuades) sebanyak 10 ml diukur absorbansinya dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Hasil dari pengukuran kurva standar akan diperoleh hubungan absorbansi (A) dengan konsentrasi (c) yang akan didapatkan persamaan regresi liniernya sehingga bisa ditentukan A_0 yang merupakan konsentrasi terukur dari larutan induk.

3.5.7.4 Pengujian Aktivitas Fotokatalis

Larutan metilen biru (MB) 10 ppm sebanyak 100 mL kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan katalis TiO₂/karbon aktif sebanyak 0,1 gram. Campuran tersebut diaduk menggunakan stirrer selama 1 jam pada kondisi gelap agar tercapai kesetimbangan adsorbsi. Setelah itu, dimasukkan dalam reaktor fotokatalis. Pengukuran dilakukan pada menit ke-30 dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Hasil degradasi di *centrifuge* selama 5 menit untuk memisahkan larutan dan katalis lalu ditempatkan pada kuvet UV-Vis untuk dilakukan pengukuran banyaknya senyawa metilen biru yang terdegradasi. Aktivitas fotodegradasi metilen biru dilakukan dengan membandingkan absorbansi awal dan absorbansi setelah limbah didegradasi secara spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Pengujian dilakukan pada seluruh sampel TiO₂/karbon aktif dengan perbandingan komposisi (% massa) 100:0, 5:95, 10:90, 20:80, 30:70 dan 0:100. Hasil data pengukuran degradasi akan diperoleh hubungan komposisi katalis, dengan % degradasi selama 30 menit.

3.6 Analisis Data 3.6.1 Analisa Data XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang selanjutnya akan dibandingkan dengan standar TiO₂ anatas dengan menggunakan *database* yang tersedia di ICSD.

3.6.2 Analisis Data SEM-EDS

Hasil karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) berupa morfologi sampel. Hasil EDS berupa persentase unsur dalam sampel hasil sintesis.

3.6.3. Analisis dengan Spektroskopi IR

Data yang diperoleh dari spektroskopi IR adalah spektra yang menunjukkan vibrasi TiO₂ dan karbon aktif. Karakteristik vibrasi TiO₂ dan karbon aktif ditunjukkan pada Tabel 3.2. Spektra yang diperoleh akan dicocokkan pada data Tabel 3.2.

Tabel 3. 2 Karakteristik vibrasi TiO₂ dan karbon aktif (Slimen, dkk., 2015, Singh, dkk., 2016)

Jenis Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)
Ti-O (<i>strectching</i>)	757
Ti-OH streching	3420
Ti-OH bending	1620

3.6.4 Analisis dengan Spektroskopi Raman

Data yang diperoleh dari spektroskopi Raman adalah spektra yang menunjukkan modus vibrasi TiO₂ dan karbon aktif. Jenis modus vibrasi TiO₂ dan karbon aktif dirangkum dalam Tabel 3.3. Spektra yang diperoleh akan dicocokkan pada data Tabel 3.3.

Tabel 3. 3 Karakteristik vibrasi Raman TiO₂ dan karbon aktif (Singh, dkk., 2016)

Jenis Vibrasi/Ikatan	Panjang Gelombang (cm ⁻¹)
TiO ₂ single crystal	133, 190, 386, 506 dan 630
Karbon aktif (C-C)	1332 dan 1585

3.6.5 Analisa Data DRS

Analisa data DRS menggunakan teori Kubelka-Munk yang ditampilkan pada persamaan 3.1. Data persentase reflektansi (%*R*) yang diperoleh diubah menjadi reflektansi (*R*).

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s}$$
(3.1)

Dimana, F(*R*) adalah faktor Kubelka-Munk, *k* adalah koefisien adsorbsi molar, S adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Energi celah pitas ampel ditentukan dari spektra tersebut dengan membuat plot anatra (*F* (*R*) *hv*)^{0.5} sebagai sumbu *Y* dan energi foton sebagai sumbu *X*. Energi foton (*hv*) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana *hv* = *hc*/ λ , dimana *c* adalah kecepatan cahaya dan *h* adalah ketetapan plank. Kemudian ditentukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaan linearnya. Persamaan linear selanjutnya dicari nilai *x* sebagai energy celah pita ketika *y* = 0.

3.6.6. Analisis Aktivitas Fotokatalitik

Analisa fotokatalitik dilakukan dengan menghitung absorbansi larutan standar menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Setelah didapatkan nilai absorbansi, dibuat kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi larutan standar dan sumbu y adalah absorbansi. Melalui kurva, akan diperoleh persamaan regresi linear y = ax + b dengan y sebagai absorbansi dan x konsentrasi.

Konsentrasi awal metilen biru didefinisikan sebagai *Co* sedangkan konsentrasi akhir metilen biru setelah dilakukan proses fotokatalis dilambangkan dengan *Ct*. Persen degradasi metien biru diketahui dengan memasukkan nilai absorbansi ke dalam regresi linier metilen biru yang kemudian dihitung menggunakan persamaan 3.2

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis senyawa TiO₂/karbon aktif menggunakan metode sol-gel dengan komposisi TiO₂/karbon aktif (%): (a) 5:95 (TiO₂/AC95), (b) 10:90 (TiO₂/AC90), (c) 20:80 (TiO₂/AC80), (d) 30:70 (TiO₂/AC70) dan 100: 0 (TiO₂). Hasil sintesis dikarakterisasi dengan (a) teknik difraksi sinar-X untuk menentukan fasa yang terbentuk, (b) *Scanning Electron Microscopy–Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) untuk mengetahui morfologi dan unsur yang terdapat dalam sampel, (c) Spektroskopi IR dan Raman untuk mengetahui modus vibrasi ikatan yang terbentuk, (d) *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui reflektansi dan nilai energi celah pita sampel dan (e) Uji fotokatalitik untuk mengetahui kemampuan sampel dalam mendegradasi metilen biru.

4.1 Sintesis TiO₂/Karbon Aktif Menggunakan Metode Sol-Gel

TiO₂ dalam penelitian ini disintesis menggunakan metode so-gel dengan prekusor yang digunakan yaitu *titaniumtetraisopropoksida* (TTIP) dengan pelarut isopropanol. Proses sintesis ditampilkan pada Gambar 4.1. Prinsip dasar metode sol-gel adalah hidrolisis dan kondensasi (Yuwono, 2010). Tahap hidrolisis terjadi ketika TTIP berekasi dengan H₂O dalam pelarut isopropanol. H₂O yang bertindak sebagai nukleofil akan menyerang atom pusat Ti⁴⁺ dalam TTIP yang bersifat elektropositif sehingga melepaskan gugus isopropoksida dan akhirnya membentuk Ti(OH)4. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Persamaan 4.1-4.4.

$Ti(OR)_4$ +	H ₂ O		$(HO)Ti(OR)_3$	+ <i>R</i> -OH (4.1)
(OH)Ti(OR) ₃ +	H ₂ O	>	$(\mathrm{HO})_2\mathrm{Ti}(OR)_2$	+ <i>R</i> -OH (4.2)
$(OH)_2Ti(OR)_2 +$	H ₂ O		$(HO)_3Ti(OR)$	+ <i>R</i> -OH (4.3)
$(OH)_3Ti(OR) +$	H ₂ O		Ti(OH)4	+ <i>R</i> -OH (4.4)

Isopropanol digunakan sebagai pelarut juga digunakan sebagai nukleofil. Namun menurut Fessenden dan Fessenden (1986), kekuatan nukleofil air lebih besar daripada alkohol, sehingga yang bertindak sebagai nukleofil adalah air dengan laju hidrolisis yang lebih cepat. Tahap kondensasi terjadi ketika Ti(OH)₄ membentuk Ti-O-Ti terus menerus hingga mengalami polimerisasi dan menghasilkan gel. Yuwono (2010) juga menyatakan bahwa pada tahap kondensasi terdapat dua sub reaksi, yaitu *olation* dan *oxolation*. Pada sub-reaksi *olation*, sebuah hidroksi atau *"jembatan ol"* (-OH-) menghubungkan dua atom logam, sedangkan pada sub-reaksi *oxolation*, yang terbentuk adalah *"jembatan oxo"* (-O-). Mekanisme reaksinya ditunjukkan pada Persamaan 4.5-4.6.

a. Kondensasi alkohol

 $Ti - OR + HO - Ti \longrightarrow Ti - O - Ti + R - OH (4.5)$

b. Kondensasi air

 $Ti - OH + HO - Ti \longrightarrow Ti - O - Ti + H - OH (4.6)$

Hasil gel yang diperoleh dioven dan dikalsinasi untuk menghilangkan air dan mengubah struktur gel menjadi serbuk. Sifat fisik TiO₂/karbon aktif ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.1 Proses pembentukan serbuk (a) TiO₂(b) TiO₂/karbon aktif



Gambar 4.2 Hasil TiO₂/karbon aktif menggunakan metode sol-gel (a) TiO₂ (b) TiO₂/AC95 (c) TiO₂/AC90 (d) TiO₂/AC80 (e)TiO₂/AC70

4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO2/Karbon Aktif dengan XRD

Sampel dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk. Pola difraksi sinar-X sampel TiO₂/karbon aktif ditunjukkan pada

Gambar 4.3. Identifikasi fasa dilakukan dengan membandingkan data eksperimen dengan data standar TiO₂ fasa anatas (ICSD no 44882) dan fasa rutil (ICSD no 23697). Berdasarkan perbandingan tersebut didapatkan hasil bahwa sampel (a) TiO₂ mempunyai fasa anatas, (b) TiO₂/AC95 mempunyai fasa anatas dan rutil, (c) TiO₂/AC90 memiliki fasa anatas dan rutil, (d) TiO₂/AC80 memiliki fasa anatas dan rutil dan (e) TiO₂/AC70 memiliki fasa anatas. Fasa anatas ditandai dengan puncak khas anatas pada $2\theta(^{\circ}) = 25$, 37, 48, 53, 55, 62, 6, 70, 75 dan 82 sedangkan fasa rutil ditandai dengan puncak khas pada $2\theta(^{\circ}) = 27$ dan 36.



Gambar 4.3 Pola difraksi TiO₂/karbon aktif

Berdasarkan pola difraksi diperoleh hasil bahwa intensitas TiO_2 rutil semakin tinggi seiring dengan bertambahnya konsentrasi karbon aktif. Hal ini mengindikasikan bahwa jumlah konsentrasi karbon aktif juga menyebabkan perubahan struktur TiO_2 yang diperoleh. Hasil ini juga bersesuaian dengan hasil penelitian Loryuenyoung, dkk. (2012) yang menyatakan bahwa penambahan karbon aktif mendorong transformasi fasa TiO₂ dari anatas ke rutil. Menurut Li, dkk. (2007), hal ini dikarenakan besarnya energi antarmuka yang diberikan oleh permukaan karbon aktif pada TiO₂ sehingga memberikan pengaruh pada pertumbuhan kristal yang dihasilkan. Pada sampel TiO₂/AC 95 puncak khas TiO₂ (anatas dan rutil) mempunyai intensitas yang rendah. Hal ini dikarenakan massa karbon aktif yang terlampau banyak dan distribusi TiO₂ tidak merata sehingga sinyal data difraksi sinar-X TiO₂ tertutupi dengan sinyal karbon aktif. Sedangkan fasa amorf yang teridentifikasi pada data difraksi berasal dari karbon aktif.

4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO₂/Karbon Aktif dengan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi sampel TiO₂/karbon aktif yang terbentuk. Gambar 4.4 merupakan morfologi dari TiO₂/karbon aktif hasil sintesis. Berdasarkan Gambar 4.4 diketahui bahwa bentuk partikel karbon aktif tidak seragam dan memiliki pori yang tidak sama. Sedangkan material TiO₂ ditunjukkan pada Gambar 4.4b yang berupa material berwarna putih. Berdasarkan Gambar 4.4c – 4.4f dapat diketahui bahwa TiO₂ menyebar tidak merata di permukaan karbon aktif.



Gambar 4.4 Morfologi TiO₂/ AC (a)AC (b)TiO₂ (c)TiO₂/karbonAC95 (d)TiO₂/AC90 (e)TiO₂/AC80 (f)TiO₂/AC70

4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO2/Karbon Aktif dengan EDS

Karakterisasi menggunakan EDS dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur sampel hasil sintesis. Pengukuran EDS dilakukan pada dua titik, yang ditunjukkan pada Lampiran 6 sedangkan data EDS dirangkum pada Tabel 4.1. Persentase unsur dalam setiap titik adalah berbeda. Pada analisis titik yang berwarna putih diperoleh kandungan Ti, sedangkan pada titik berwarna hitam tidak diperoleh kandungan Ti. Hal ini menunjukkan bahwa TiO₂ tersebar tidak merata di permukaan karbon aktif.

Tab	el 4.1 Data hasil ED	S TiO ₂ /karbon a	ktif
Sampel	Titik tembak	Unsur	% Massa Atom
Karbon aktif (AC)	1	С	87.53
		0	12.47
TiO ₂		С	32.89
		0	50.19
		Ti	16.91
TiO ₂ /AC95	1	С	90.17
		0	9.61
		Ti	0.22
	2	С	55.12
		0	37.21
		Si	5.53
		Fe	1.76
		Ti	0.38
TiO ₂ /AC90	1	C	60.56
		0	33.84
		Ti	5.02
		K	0.57
TiO ₂ /AC80	1	C	86.09
		0	13.91
	2	С	80.41
		0	18.48
		Ti	1.10
TiO ₂ /AC70	1	С	89.85
		0	13.07
	2	0	44.59
		С	41.91
		Ti	10.06
		Si	1.76
		Ca	0.60
		Al	0.20

4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO₂/Karbon Aktif dengan IR

Karakterisasi menggunakan spektroskopi IR dilakukan untuk mengetahui vibrasi IR sampel TiO₂/Karbon aktif. Spektra IR sampel TiO₂/Karbon aktif ditampilkan pada Gambar 4.5. Identifikasi modus vibrasi IR dirangkum Tabel 4.2. Menurut Septian, dkk. (2015) vibrasi Ti-O akan muncul pada bilangan gelombang antara 400-1000 cm⁻¹. Dari data spektra IR diketahui bahwa modus vibrasi Ti-O berada pada posisi puncak 580 cm⁻¹ ditemukan juga pada spektra IR sampel TiO₂/AC 95, 90, 80 dan 70. Hal ini mengindikasikan bahwa TiO₂ telah berhasil diembankan pada karbon aktif. Selain itu jumlah konsentrasi karbon aktif yang mempengaruhi fasa TiO₂ juga akan mempengaruhi vibrasi dari ikatan Ti-O sehingga terjadi pergeseran pada bilangan gelombang puncak TiO₂/karbon aktif. Puncak khas karbon aktif ditemukan pada posisi puncak 1560 cm⁻¹ dan intensitasnya semakin rendah ketika konsentrasi TiO₂ semakin bertambah. Puncak pada bilangan gelombang 1634 dan 3464 cm⁻¹ merupakan *bending* dan streching Ti-OH, sedangkan pada bilangan gelombang 1384 cm⁻¹ menunjukkan adanya *bending* CH₂ yang mengindikasikan bahwa sisa prekusor yang berupa isopropanol masih belum hilang.

Sampel	Modus vibrasi (cm ⁻)	Jenis modus vibrasi
Karbon aktif (AC)	3464	Stretching OH
	1560	Stretching C-C
	1123	Stretching C-O
TiO ₂	3436	Stretching OH
	1634	Bending Ti-OH
	1384	Bending CH ₂
	585, 501	Ti-O
TiO ₂ /AC 95	3464	Stretching OH
	1646	Bending Ti-OH
	1384	Bending CH ₂
	1558	Streching C-C
	1065	Streching Si-O-Si
	778, 670, 556	Ti-O
TiO ₂ /AC90	<mark>3</mark> 467	Stretching OH
	1647	Bending Ti-OH
	1541	Streching C-C
	1384	Bending CH ₂
	1059	Streching Si-O-Si
	667, 552, 465	Ti-O
TiO ₂ /AC80	3465	Stretching OH
	1652	Bending Ti-OH
	1556	Stretching C-C
	1384	Bending CH ₂
	1111	Streching Si-O-Si
	668	Ti-O
TiO ₂ /AC70	3441	Stretching OH
	1642	Bending Ti-OH
	1509	Streching C-C
	1384	Bending CH ₂
	1029	Streching Si-O-Si
	670, 578, 470	Ti-O

Tabel 4.2 Modus vibrasi IR TiO₂/karbon aktif (Omri, dkk. (2012)., Al-Qodah, Z dan Shawabkah, R. (2009)., Attia, dkk. (2006)., Singh, dkk. (2016)., Slimen., dkk. (2015)., Septiani, dkk. (2015)



Gambar 4.5 Spektra IR TiO₂/karbon aktif

4.6 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO₂/Karbon Aktif dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi dengan spektra Raman dilakukan untuk mengidentifikasi modus vibrasi Raman senyawa TiO₂/karbon aktif. Spektra Raman senyawa TiO₂ ditampilkan pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 Identifikasi modus vibrasi Raman ditampilkan pada Tabel 4.3. Titik pengukuran spektroskopi Raman ditampilkan pada Lampiran 5. Dari hasil analisis spektroskopi Raman diperoleh hasil bahwa sampel mempunyai fasa TiO₂ anatas sedangkan fasa rutil teridentifikasi pada TiO₂/AC95 yaitu puncak 236 cm⁻¹. Hal ini berkesusaian dengan XRD yang menyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi karbon aktif yang ditambahkan maka fasa rutil menjadi semakin tinggi. Sedangkan pada TiO₂/AC90 dan TiO₂/AC80 tidak ditemukan fasa rutil yang mengindikasikan bahwa distribusi fasa rutil tidak homogen.



Gambar 4.7 Spektra Raman TiO_2/karbon aktif pada rentang bilangan gelombang 900-2000 $\rm cm^{-1}$

Sampel	Titik tembak	Pergeseran Raman (cm ⁻¹)	Mode Vibrasi
Karbon aktif (AC)	1	1339 dan 1595	C-C
TiO_2	1	144, 196, 638	E _g Symmetry
		398	B _{1g} Symmetry
		516	A _{1g} Symmetry
TiO ₂ /AC95	1	142	E _g Symmetry
		236	Multi-phot on
			process
		1337 dan 1589	C-C
	2	1339 dan 1589	C-C
TiO ₂ /AC90	1	142	E _g Symmetry
		1336 dan 1587	C-C
	2	150, 202, 630	E _g Symmetry
		530	A _{1g} Symmetry
		393	B _{1g} Symmetry
TiO ₂ /AC80	1	146, 199, 639	E _g Symmetry
		398	B _{1g} Symmetry
		518	A _{1g} Symmetry
	2	151	E _g Symmetry
		1336 dan 1591	C-C
TiO ₂ /AC70	1	146, 199, 639	E _g Symmetry
		398	B _{1g} Symmetry
		518	A _{1g} Symmetry
	2	151	E _g Symmetry
		1334 dan 1594	C-C

Tabel 4.3 Modus vibrasi Raman TiO₂/karbon aktif (Ma, dkk. (2007)., Singh, dkk. (2016))

4.7 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO₂/Karbon Aktif dengan Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)

Karakterisasi DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dan nilai *band gap energy* sampel hasil sintesis. Hasil karakterisasi DRS, ditampilkan pada Gambar 4.8. Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa terdapat perubahan yang sangat signifikan terhadap nilai reflektansi antara TiO₂ dengan TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif. Pada TiO₂ murni, reflektansi menjadi sangat tinggi pada daerah serapan sinar tampak di daerah pengukuran 400-800 nm. Sedangkan pada TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif, nilai reflektansinya rendah pada daerah sinar tampak. Semakin besar konsentrasi karbon aktif yang ditambahkan, nilai reflektansi yang dihasilkan semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa sinar yang dipantulkan menjadi lebih sedikit.



Gambar 4.8 Hasil UV-Vis *Diffuse Reflectance* TiO₂/karbon aktif antara % reflektansi dengan panjang gelombang

Huda, dkk. (2008) menyatakan bahwa warna hitam memiliki intensitas cahaya yang sangat rendah karena cenderung menyerap sinar. Nilai reflektansi yang semakin kecil, sesuai dengan warna sampel yang semakin hitam seiring dengan bertambahnya konsentrasi karbon aktif. Gambar 4.9 juga menunjukkan bahwa nilai absorbansi TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif menjadi lebih tinggi dibandingkan TiO₂ yang tidak diembankan pada karbon aktif. Semakin banyak konsentrasi karbon aktif, nilai absorbansi juga semakin tinggi.

Analisa lebih lanjut pada data reflektansi, dilakukan pendekatan teori Kubelka-Munk. Faktor Kubelka-Munk yang didefinisikan sebagai F(R), sebanding dengan nilai koefisien absorbsi per *scattering* (k/s). Hubungan antara faktor Kubelka-Munk dengan panjang gelombang ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Hasil UV-Vis *Diffuse Reflectance* TiO₂/karbon aktif antara faktor Kubelka-Munk dengan panjang gelombang

Berdasarkan Gambar 4.10 dapat diketahui bahwa faktor Kubelka-Munk yang menunjukkan koefisien absorpsi optik mengalami perubahan yang sangat signifikan. Pada TiO₂ murni, nilai F(R) naik pada sinar UV dan menurun pada daerah sinar tampak. Hal ini menunjukkan bahwa sinar yang diserap pada daerah sinar tampak semakin rendah dibandingkan daerah UV. Sedangkan pada TiO₂/karbon aktif, nilai F(R) sangat rendah pada daerah UV dan semakin tinggi pada daerah sinar tampak sebanding dengan peningkatan konsentrasi karbon aktif Hal ini menunjukkan bahwa sinar yang diserap pada daerah sinar tampak lebih besar dibandingkan pada daerah UV ketika TiO₂ diembankan pada karbon aktif. Sinar yang diserap semakin berkurang seiring dengan berkurangnya konsentrasi karbon aktif yang ditambahkan.



Gambar 4.11 Hasil penentuan nilai band gap energy

Penentuan nilai *band gap energy* dilakukan dengan memplotkan grafik hubungan antara $(F(R)*hv)^{1/2}$ terhadap hv (eV), lalu ditarik garis lurus memotong sumbu *x*. Penentuan nilai *band gap energy* hanya bisa dilakukan pada sampel yang memiliki koefisien determinasi (R^2) mendekati satu.

Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diketahui bahwa yang memiliki nilai *R*² mendekati satu hanya sampel TiO₂ dan TiO₂/AC70, sehingga yang bisa diketahui nilai *band gap energy* hanyalah TiO₂ dan TiO₂/AC70. Berdasarkan data yang diperoleh, dapat diketahui bahwa penambahan karbon aktif dapat menurunkan *band gap energy* TiO₂. Namun semakin banyak konsentrasi karbon aktif yang ditambahkan, nilai *band gap energy* tidak dapat diketahui karena nilai reflektansi yang sangat rendah. Dari perhitungan panjang gelombang pada Lampiran 8, diketahui bahwa *band gap energy* sampel TiO₂ dan TiO₂/AC70 memiliki panjang gelombang berturut-turut 408 dan 435 nm. Hal ini menunjukkan bahwa katalis juga dapat bekerja di daerah sinar tampak. Hasil penentuan nilai *band gap energy* ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4	4 Nilai <i>band gap ener</i>	gy TiO ₂ /karbon aktif
No	Fotokatalis	Band Gap (eV)
1	TiO ₂	3,04
2	TiO ₂ /AC95	Tidak diketahui
3	TiO ₂ /AC90	Tidak diketahui
4	TiO ₂ /AC80	Tidak diketahui
5	TiO ₂ /AC70	2,85

4.8	Uji A	Aktivitas	Fotoka	talitik	TiO ₂ /ar	bon A	Aktif	Meng	gunakan	Metilen	Biru
4.8.	1 Pe	netuan P	anjang	Gelon	bang M	laksi	mum	Metil	en Biru		

Penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-700 nm menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Hal ini dikarenakan menurut Ulfi, dkk. (2014), metilen biru memiliki warna komplementer merah yang terdapat pada panjang gelombang antara 610-750 nm (Triyati, Etty, 1985). Hasil dari penentuan panjang gelombang maksimum metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm adalah 663,0 nm. Menurut Day dan Underwood (2002), senyawa metilen biru tersusun atas gugus alifatik dan benzene yang terkonjugasi. Gugus ini memiliki pasangan elektron π yang mudah tereksitasi ke orbital yang lebih tinggi. Energi yang dihasilkan oleh elektron yang tereksitasi dari orbital π – π^* lebih besar dibandingkan transisi dari orbital σ – σ^* pada metilen biru. Hal ini menyebabkan pemisahan energi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi berkurang sehingga sistem menyerap pada panjang gelombang yang lebih panjang.

4.8.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Pembuatan kurva standar dilakukan dengan membuat larutan metilen biru dengan variasi konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 ppm. Kemudian pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 633,0 nm. Pembuatan kurva standar dilakukan untuk menentukan konsentrasi terukur dari metilen biru. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap akan berbanding lurus dengan larutan.

Gambar 4.12 menunjukan bahwa semakin besar konsentrasi metilen biru, maka absorbansinya juga semakin besar. Hal ini dikarenakan warna yang diserap juga semakin pekat. Dari kurva baku diperoleh rergresi linear y = 0,1769x - 0,1647dengan $R^2 = 0,9956$ dimana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi. Berdasarkan nilai R^2 yang hampir mendekati 1 menunjukkan bahwa hubungan antara absorbansi dan konsentrasi hampir linear dan sesuai dengan hukum Lambert-Beer.





Gambar 4.12 Grafik penentuan kurva standar larutan metilen biru

4.8.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalis TiO₂/Karbon Aktif terhadap Metilen Biru

Pengujian aktivitas fotokatalis TiO₂/karbon aktif dalam mendegradasi metilen biru dilakukan menggunakan sinar UV *blacklight* 365 nm selama 30 menit. Konsentrasi zat warna metilen biru yang digunakan adalah 10 ppm dengan berat katalis yang ditambahkan 0,1 gram. Kontrol yang digunakan adalah larutan metilen biru tanpa katalis dengan penyinaran dan larutan metilen biru tanpa katalis dengan penyinaran. Hasil fotodegradasi metilen biru dengan fotokatalis TiO₂/karbon aktif dirangkum pada Tabel 4.5. Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa penambahan karbon aktif mampu menurunkan konsentrasi metilen biru. TiO₂ merupakan material fotokatalis yang mudah teraglomerasi, sehingga penambahan karbon aktif menyebabkan TiO₂ terdispersi di permukaan karbon aktif dan dapat mempengaruhi luas permuakaan material fotokatalis.

44

Taber 4.5 Hash uji akuvnas		ernadap memen ond
Fotokatalis	Waktu Degradasi	Penurunan Konsentrasi
	(menit)	Metilen Biru (%)
Tanpa katalis tanpa lampu	30	0,76
Tanpa katalis dengan lampu	30	3,89
Karbon aktif	30	57,89
TiO_2	30	71,48
TiO ₂ /AC95	30	8317
TiO ₂ /AC90	30	83,11
TiO ₂ /AC80	30	80,62
TiO ₂ /AC70	30	72,84

|--|

Menurut Martin, dkk. (2016), penambahan karbon aktif dapat memperluas permukaan material fotokatalis sehingga kontak dengan reaktan semakin besar dan aktivitas fotokatalis juga semakin besar. Selain itu, penambahan karbon aktif yang semakin banyak juga dapat mempengaruhi fasa TiO₂ menjadi campuran anatas dan rutil. Siah, dkk. (2016) menyatakan bahwa campuran anatas dan rutil memiliki aktifitas fotokatalis yang lebih dibandingkan fasa anatas saja. Hal ini dikarenakan campuran anatas dan rutil menyebabkan adanya dua pasang *hole*. Band gap rutil yang lebih kecil daripada anatas, dapat membuat elektron berpindah terlebih dahulu ke pita konduksi milik fasa rutil sebelum kembali ke pita valensi milik anatas. Sehingga laju rekomendasi elektron juga semakin lambat dan aktifitas fotokatalis meningkat. Selain itu, TiO₂ yang tersebar di permukaan karbon aktif membuat kontak antar partikel TiO₂ dengan metilen biru semakin besar sehingga kemungkinan dalam mendegradasi juga semakin besar.

Nasikhudin, dkk (2018) menyatakan bahwa proses degradasi metilen biru menggunakan TiO₂ pada kondisi basa lebih cepat dibandingkan pada kondisi netral. Sedangkan proses degradasi yang dilakukan pada kondisi asam lebih rendah dibandingkan kondisi netral. Hal ini dikarenakan pada kondisi netral, radikal hidroksil (OH^*) terbentuk dari reaksi yang ditunjukkan pada persamaan 4.7. Pada kondisi basa, radikal hidroksil juga bisa dihasilkan langsung dari interaksi antara ion hidroksi (*OH*⁻) dengan *hole* yang ditunjukkan pada persamaan 4.8 sehingga aktivitas fotokatalis lebih baik. Sedangkan pada kondisi asam terdapat ion H^+ yang akan bereaksi dengan elektron bebas membentuk radikal H^* . Radikal H^* akan berinteraksi dengan *OH*^{*} membentuk H₂O seperti pada persamaan 4.9-4.10. Akan tetapi dalam penelitian ini tidak dilakukan pengaruh kondisi pH sehingga pengaruh pH terhadap aktifitas fotokatalitik belum diketahui.

$$h^+ + H_2O \longrightarrow H^+ + OH^*$$
 (4.7)

$$h^+ + OH^- \longrightarrow OH^*$$

$$(4.8)$$

$$+e^{-} \longrightarrow H^{*}$$
 (4.9)

$$H^* + OH^* \longrightarrow H_2O$$
 (4.10)

4.9 Hasil Penelitian dalam Perpesktif Islam

 H^+

Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi metilen biru. Ciri dari seorang Ulul al-Albab adalah berpikir dan merenungkan keagungan dan kebesaran Allah dalam hati di manapun mereka berada, termasuk penciptaan langit dan bumi serta ilmu yang terkandung di dalamnya. Sintesis TiO₂/karbon aktif yang dapat digunakan sebagai pendegradasi limbah cair berbahaya merupakan salah satu buah hasil dari perenungan dan pemikiran manusia yang selanjutnya perlu lebih dikembangkan lagi seperti firman Allah SWT dalam surat Ali Imron ayat 190-191. Selain itu, TiO₂/karbon aktif juga selaras dengan firman Allah dalam surat al-Baqoroh ayat 11-12 yang menyuruh manusia untuk tidak membuat kerusakan di bumi.

Artinya: 190. "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang yang berakal. 191. (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 siasia. Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka."

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ قَالُوا إِنَّمَا نَحْنُ مُصْلِحُونَ (١١) أَلَا إِنَّهُمْ هُمُ الْمُفْسِدُونَ وَلَكِن لَّا يَشْعُرُونَ (١٢)

Artinya: 11. "Dan bila dikatakan kepada mereka: "Janganlah kamu membuat kerusakan di bumi". Mereka menjawab: "Sesungguhnya kami orang-orang yang megadakan perbaikan". 12. "Ingatlah, sesungguhnya mereka itulah orang-orang yang membuat kerusakan tapi mereka tidak sadar."

Hal ini menunjukkan bahwa menjaga lingkungan di bumi merupakan kewajiban manusia. Hadits yang diriwayatkan oleh Tirmidzi juga menunjukkan bahwa Rasulullah sangat mengapresiasi manusia yang menjaga bumi dan kelestariannya seperti hadits yang berbunyi:

قال رسول الله ص.م مَنْ أَحْيي أَرْضًا مَيِّنَةً فَهِيَ لَهُ (رواه الترميذي)

Artinya: "Rasulullah SAW bersabda: barangsiapa menghidupkan bumi yang mati maka (bumi) itu menjadi miliknya." (HR. Tirmidzi)

Sebagai khalifah, manusia memiliki kewajiban untuk memperbaiki dan meminimalisir hal-hal yang dapat merusak bumi. Manusia memiliki peranan penting dalam pemeliharaan lingkungan. Peranan manusia ini merupakan amal ibadah seorang hamba kepada Tuhannya.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Telah terbentuk TiO₂/karbon aktif dengan (a) TiO₂ mempunyai fasa anatas, (b) TiO₂/AC95 mempunyai fasa anatas dan rutil, (c) TiO₂/AC90 memiliki fasa anatas dan rutil, (d) TiO₂/AC80 memiliki fasa anatas dan rutil dan (e) TiO₂/AC70 memiliki fasa anatas.
- Jumlah konsentrasi karbon aktif mempengaruhi fasa TiO₂ yang terbentuk, dimana semakin banyak karbon aktif yang ditambahkan, fasa rutil menjadi semakin tinggi.
- 3. Aktifitas fotokatalitik TiO₂ yang diembankan pada karbon aktif lebih baik dibandingkan TiO₂ murni. TiO₂/karbon aktif 95% memiliki aktifitas fotokatalitik yang paling baik dikarenakan TiO₂ yang terbentuk memiliki campuran fasa anatas dan rutil.

5.2 Saran

Sintesis TiO₂/karbon aktif menggunakan metode sol-gel telah berhasil dilakukan. Pada proses sintesis perlu dilakukan variasi penambahan karbon aktif lagi agar bisa diketahui pengaruh penambahan karbon aktif dengan kosentrasi yang lebih kecil. Pada uji aktifitas perlu dilakukan pengukuran pH. Hal ini dikarenakan pH dapat mempengaruhi aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi metilen biru.

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, dan Khairurrijal, 2008. Review: Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nano Saintek*, 1 (2): 33-57.

Allport, H. B. 1997. *Activated Carbon. Encyclopedia of Science and Technology*. New York: Mc Graw Hill Book Company.

- Al Qarni, Aidh. 2007. Tafsir Muyassar. Jakarta: Qisthi Press.
- Al Qodah, Z dan Shawabkah, R. 2009. Production and characterization of granular activated carbon from activated sludge. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 26 (2009): 127-136.
- Amemiya, S. 2004. *Titanium Oxide Photocatalyst*. Tokyo: Three Bond.
- Andayani, W. 2006. Karakterisasi Katalis TiO₂ dan TiO₂/Karbon Aktif yang Diimobilisasi pada Pelat Titanium dan Uji Aktivitasnya sebagai Fotokatalisis. *Jurnal Riset Kimia*, 1 (2): 54–58.
- Arsita, Y. 2016. Sintesis TiO₂/Karbon Aktif Berbasis Bambu Betung (Dendrocalamous asper) dengan Menggunakan Metode Solid State Reaction. Jurnal Fisika Unand, 5 (3): 268–272.
- Arutanti, O., dan Khairurrijal, A., M. 2009. Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, (2009): 2–4.
- Attia A. A., Rashwan W. E. dan Khedr S. A. 2006. Capacity of activated carbon in the removal of acid dyes subsequent to its thermal treatment. *Dyes and Pigments*, 69 (2006): 128-136.
- Asiltürk, M., dan Şener, Ş. 2012. TiO₂-activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. *Chemical Engineering Journal*, 180 (2012): 354–363.
- Baur, V.W.H. 1961. Atomabstände und Bindungswinkel im Brookite, TiO₂. *Acta Crystallography*, 14 (1): 56-67.
- Dahlan, D., Md Saad, S. K., Berli, A. U., Bajili, A., dan Umar, A. A. 2017. Synthesis of two-dimensional nanowall of Cu-Doped TiO₂ and its application as photoanode in DSSCs. *Physica E: Low-Dimensional Systems* and Nanostructures, 91 (2017): 185–189.
- Day, R.A dan A.L Underwood. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam. Jakarta : Erlangga.

- Di Paola, A., Bellardita, M., dan Palmisano, L. 2013. Brookite, the Least Known TiO₂ Photocatalyst. *Catalysts*, 3 (2013): 36-73
- Fessenden, J.R dan Fessenden, S.J. 1986. *Kimia Organik, Edisi Ketiga*. Terjemahan oleh Pudjaatmaka A.H. 2006. Jakarta: Erlangga.
- Fujishima, A., dan Zhang, X. 2006. Titanium dioxide photocatalysis: present situation and future approaches. *Comptes Rendus Chimie*, 9 (5–6): 750–760.
- Gates, B. 1991. Catalytic Chemistry. USA: John Wiley & Sons.
- He, Zuoli., Que, Wenxiu., Chen, Jing., He, Yucheng dan Wang, Gangfeng. 2013. Surface chemical analysis on the carbon-doped mesoporous TiO₂ photocatalyst after post-thermal treatment: XPS and FTIR characterization. *Journal of Physic and Chemistry of Solids*, 74 (2013): 924-928.
- Huda, A.N., Armynah, B dan Mahmud, S. 2008. Analisis Intensitas Pencahayaan pada Bidang Kerja terhadap Berbagai Warna Ruangan. Animal Genetic, 39 (5): 561-563.
- Ibrahim,S.A., dan Sreekantan, S. 2010. Effect of pH on TiO₂ Nanoparticles via Sol-Gel Method. *Advanced Materials Research*, 173 (2010): 184–189.
- Kvech, S. dan Tull, E. 1998. Activated Carbon in Water Treatment Primer, Environmental Information Management Civil Engineering Dept, Virginia Tech, http://wtprimer/carbon/sketcarb.html.
- Leary, R dan Westwood, A. 2011. Carbonaceous nanomaterials for the enhancement of TiO₂ photocatalysis. *Carbon N. Y*, 49 (2011): 741–772.
- Li, Y., Zhang, S., Yu, Q., dan Yin, W. 2007. The effects of activated carbon supports on the structure and properties of TiO 2 nanoparticles prepared by a sol gel method. *Applied Surface Science*, 253 (2007): 9254–9258.
- Loryuenyong, V., Buasri, A., Srilachai, C dan Srimuang, H. 2012. The synthesis of microporous and mesopopous titania with high specific suface area using sol-gel method and avtivated carbon templates. *Material Letters*, 87 (2012): 47-50.
- Ma, H., Yang, J., Dai, Y., Zhang, B., Lu, G., dan Ma, G.H. 2007. Raman study of phase transformation of TiO₂ rutile single crystal irradiated by infrared femtosecond laser. *Applied Surface Science*, 253 (2007): 7497-7500.
- Mao, L., Li, Q., Dang, H., dan Zhang, Z. 2005. Synthesis of nanocrystalline TiO₂ with high photoactivity and large specific surface area by sol-gel method. *Materials Research Bulletin*, 40 (2): 201–208.

- Marimuthu, T., dan Anandhan, N. 2017. Growth and characterization of ZnO nanostructure on TiO₂-ZnO films as a light scattering layer for dye sensitized solar cells. *Materials Research Bulletin*, 95 (2017): 616-624.
- Martins, A. C., Cazetta, A. L., Pezoti, O., Souza, J. R. B., Zhang, T., Pilau, E. J., dan Almeida, V. C. 2017. Sol-gel synthesis of new TiO₂/activated carbon photocatalyst and its application for degradation of tetracycline. *Ceramics International*, 43 (5): 4411–4418.
- Motola, M., Satrapinskyy, L., Čaplovicová, M., Roch, T., Gregor, M., Grančič, B., dan Plesch, G. 2018. Enhanced photocatalytic activity of hydrogenated and vanadium doped TiO2nanotube arrays grown by anodization of sputtered Ti layers. *Applied Surface Science*, 434 (2018): 1257–1265.
- Nasikhudin., Diantoro, M., Kusumaatmaja, A., dan Triyana, K. 2018. Study of photocatalytic properties of TiO₂ nanopartikel in various pH condition. *Journal of Physic: Converence Series*, 1011 (2018): 012069.
- Nolan, N., Seery, M., Photocatalysts, T., Nolan, N. T., Seery, M. K., dan Pillai, S. C. 2009. Spectroscopic Investigation of the Anatase to Rutile Transformation of Sol-Gel Synthesised TiO₂. Journal of Physical Chemistry. 113 (2009): 16151-16157.
- Omri, Abdessalem dan Benzina, Mourad. 2012. Characterization of activated carbon prepared from a new lignocellulosic material: *ziziphus spina-christi* seed. *Journal de la Societe Chimique de Tunisie*, 14 (2012): 175-183.

Purwanto. 2008. Metodologi Penelitian Kuantitatif. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

- Ragupathy, S., Raghu, K., dan Prabu, P. 2015. Synthesis and characterization of TiO₂ loaded cashew nut shell activated carbon and photocatalytic activity on BG and MB dyes under sunlight radiation. *Spectrochimica Acta - Part* A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 138 (2015): 314–320.
- Sarno, G., Vaiano, V., Sannino, D., dan Ciambelli, P. 2015. Photocatalytic applications with TiO₂/zeolites composites anchored on ceramic tiles. *Chemical Engineering Transactions*, 43 (2015): 985–990.
- Scepanovic, M. S., Askrabic, V., Berec, A., Golubovic, Z., Dohcevic-Mitrovic, A., Kremanovic dan Popovic, Z. V. 2009. Characterization of La-Doped TiO₂ Nanopowders by Raman Spectroscopy. *Acta Physica Polonica A*, 4 (2009): 115.
- Septiani, U., Gustina, M dan Safni. 2015. Pembuatan dan karakterisasi katalis TiO₂/karbon aktif dengan metode solid state. Padang: Jurnal Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas.

- Siah, Wai Ruu., Lintang, Hendrik O., Shamsuddin, Mustaffa dan Yuliati, Leny. 2016. High photocatalytic activity of mixed anatase-rutile phases on comercial TiO₂nanoparticles. *Materials Science and Engineering*, 107 (2016): 012005
- Singh, P., Vishnu, M. C., Sharma, K. K., Borthakur, A., Srivastava, P., Pal, D. B dan Mishra, P. K. 2016. Photocatalytic degradation of Acid Red dye stuff in the presence of activated carbon-TiO₂ composite and its kinetic enumeration. *Journal of Water Process Engineering*, (2016): 20–31.
- Slimen, H., Lachheb, H., Qourzal, S., Assabbane, A., dan Houas, A. 2015. The effect of calcination atmosphere on the structure and photoactivity of TiO₂ synthesized through an unconventional doping using activated carbon. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 3 (2): 922–929.
- Surenjan, A., Sambandam, B., Pradeep, T., dan Philip, L. 2017. Synthesis, characterization and performance of visible light active C-TiO₂ for pharmaceutical photodegradation. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5 (1): 757–767.
- Triyati, Etty. 1985. Spektrofotometer ultra-violet dan sinar tampa serta aplikasinya dalam oseanologi. *Oseana*, 10 (1985): 39-47.
- Ulfi, A., Setyo, A dan Mutiara, E. 2014. Biodegradasi metilen biru oleh jamur coklat fomitopsis pincicola. *Jurnal Seni dan Sains*, 2 (2014): 1-4.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas. Jurnal disajikan dalam Seminar Rekayasa Kimi Dan Proses. Bandung: PPET-LIPI Bandung. 2010.
- Wu, X., Yin, S., Dong, Q., Guo, C., Li, H., Kimura, T., dan Sato, T. 2013. Synthesis of high visible light active carbon doped TiO₂ photocatalyst by a facile calcination assisted solvothermal method. *Applied Catalysis B: Environmental*, 142–143 (2013): 450-457.
- Yuwono, A.H., 2010. Teknik Sintesis Bottom-Up: Fabrikasi Nanopartikel Oksida Inorganik dengan Proses Sol-Gel dan Surfactant Templating, In Workshop MNI. Departement Metalurgi dan Material. Universitas Indonesia.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

L.1 Sintesis TiO₂/karbon aktif dengan metode sol gel



Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material L.2.1 Perhitungan volume TTIP

Target sintesis $TiO_2 = 2$ gram

Perbandingan mol TTIP : Isopropanol : Air (1 : 3,5 : 2)

Mr TTIP = 284,26 g/molp TTIP = 0,967 m/cm³ Ar Ti = 47,9 g/mol Massa TTIP = $\frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr TiO2}} x \frac{\text{Mr TIP}}{\text{ArTi}} x 2 g$ = $\frac{47,9 \text{ g/mol}}{79,86 \text{ g/mol}} x \frac{284,26 \text{ g/mol}}{47,9 \text{ g/mol}} x 2 g$ = 7,118 g V TTIP = $\frac{\text{massa TTIP}}{\text{V TTIP}}$

$$=\frac{7,118 g}{0,967 \text{ m/cm}^3} = 7,36 mL$$

L.2.2 Perhitungan volume isopropanol dan air

Perbandingan mol TTIP : Isopropanol : Air (1 : 3, 5 : 2)

Volume TTIP = 7,36 mL

Volume isopropanol = 7,36 mL x 3,5 = 25,76 mL

Volume air = 7,36 mL x 2 = 14,72 mL

L.2.3 Perhitungan % karbon aktif

Pada penelitian ini digunakan komposisi TiO₂/karbon aktif dengan perbandingan (% massa) 5:95, 10:90, 20:80 dan 30:70 dengan massa TiO₂ sebanyak 2 gram.
95 % karbon aktif = 100% x $\frac{massa \ karbon \ aktif}{massa \ karbon \ aktif+2 \ gram}$

95 (massa karbon aktif + 2) = 100 massa karbon aktif

95 massa karbon aktif + 190 = 100 massa karbon aktif

190 = (100-95) massa karbon aktif

190 = 5 massa karbon aktif

 $\frac{190}{5}$ =massa karbon aktif

38 = massa karbon aktif

Tabel L.2.1 Hasil perhitungan jumlah karbon aktif					
TiO ₂ /karbon aktif (%)	TiO ₂	Karbon aktif			
100: 0	2	0			
5:95	2	38			
10:90	2	18			
20:80	2	8			
30:70	2	4,67			

Lampiran 3. Pembuatan Larutan Metilen biru L.3.1 Pembuatan Larutan Induk

Pemuatan larutan metilen biru 100 ppm dengan cara melarutkan serbuk metilen biru sebanyak 0,05 gram dengan aquades kemudian diencerkan sampai 500 mL menggunakan labu ukur 500 mL. Perhitungannya sebagai berikut:

1 ppm = 1 mg/L

100 ppm = 100 mg/L, artinya 1000 mg (1 gram) metilrn biru dalam 1 L aquades. Jika daam 500 mL aquades, maka

100 ppm = 50 mg/0.5 L

L.3.2 Pembuatan Larutan Standar

Larutan induk 100 ppm sebanyak 500 mL diencerkan menjadi 1-10 ppm sebanyak 10 mL, perhitungan larutan standar menggunakan rumus sebagai berikut,

$$\mathbf{V}_1 \mathbf{x} \mathbf{M}_1 = \mathbf{V}_2 \mathbf{x} \mathbf{M}_2$$

Dengan V_1 adalah volume larutan sebelum pengenceran, M_1 adalah konsentrasi laruta sebelum pengenceran, V_2 adalah volume larutan setelah pengenceran, M_2 adalah konsentrasi larutan setelah pengenceran.

1. Larutan 1 ppm

 $\mathbf{V}_1 \ge \mathbf{M}_1 = \mathbf{V}_2 \ge \mathbf{M}_2$

 $V_1 \ge 100 \text{ ppm} = 10 \text{ mL} \ge 1 \text{ ppm}$

 $\mathbf{V}_1 = \frac{10 \, ppm}{100 \, ppm}$

 $V_1 = 0,1 \text{ mL}$

57

Perhitungan ini juga digunakan untuk pembuatan larutan 1-10 ppm, sehingga volume larutannya 100 ppm yang dibutuhkan untuk membuat masing-masing larutan standar tersebut adalah 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0.9; dan 1 mL





L.4.2 TiO₂/karbon aktif 95 %

13.63

Peak List

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
10.6383	6.47	0.9446	8.31618	36.90
35.5778	17.52	0.4723	2.52344	100.00
47.8529	11.61	0.5760	1.89933	66.26

0.7680

1.16479

3.77

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD





Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
17.4166	40.66	0.2362	5.09193	35.39
25.3094	114.89	0.2362	3.51905	100.00
27.7383	76.64	0.1968	3.21619	66.71
36.1523	44.55	0.1574	2.48464	38.77
37.8424	20.32	0.3149	2.37747	17.68
40.4068	21.91	0.2755	2.23231	19.07
48.0071	51.15	0.2362	1.89516	44.52
54.0641	26.18	0.3149	1.69627	22.79
54,9709	15.06	0.4723	1.67042	13.11
57,9168	22.93	0.3149	1.59227	19.96
62.7264	18.63	0.3936	1,48126	16.21
66.7774	11.77	0.4723	1,40090	10.25
75.2801	9.01	0.4723	1.26238	7.84
82.3187	39.67	0.0960	1.17039	34.52

L.4.4 TiO₂/karbon aktif 80 %



Peak List

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
25.3334	127.65	0.2755	3.51578	100.00
27.9140	46.25	0.1181	3.19634	36.23
37.9727	27.31	0.4723	2.36961	21.40
48.0818	34.05	0.6298	1.89239	26.67
54.0855	24.20	0.7085	1.69565	18.96
54.9981	21.51	0.6298	1.66966	16.85
62.7556	19.24	0.9600	1.47941	15.07

L.4.5 TiO₂/karbon aktif 70 %



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	<mark>d</mark> -spacing [Å]	Rel. Int. [%]
10.3637	20.52	0.8029	8.53588	5.60
25.1159	366.43	0.7360	3.54573	100.00
27.9083	28.27	0.2007	3.19698	7.72
37.8163	81.45	0.3346	2.37905	22.23
47.8387	96.66	0.5353	1.90143	26.38
54.0109	72.38	0.2007	1.69782	19.75
55.1318	64.59	0.4684	1.66592	17.63
62.4754	41.97	0.8029	1.48660	11.45
69.0039	22.34	0.4015	1.36104	6.10
69.8966	19.75	0.6691	1.34582	5.39
74.8752	24.70	0.4015	1.26820	6.74



Lampiran 5. Gambar Titik Tembak Karakterisasi Raman

Gambar L.6 Titik tembak analisa raman (a) Titik 1 TiO₂/AC95, (b) Titik 2 TiO₂/AC95, (c) Titik 1 TiO₂/AC90, (d) Titik 2 TiO₂/AC90, (e) Titik 1 TiO₂/AC80 (f)Titik 2 TiO₂/AC80, (g) Titik 1 TiO₂/AC70 (h) Titik 2 TiO₂/AC70

Lampiran 6. Hasil Data EDS L.6.1. TiO₂ L.6.1.1 Titik 1



FOV: 89.5 $\mu m,$ Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 17:24

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
8	0	Oxygen	50.19	40.00
6	С	Carbon	32.89	1 9 .68
22	Ti 🚽	Titanium	1 <mark>6</mark> .91	40.33

L.6.2 Karbon Aktif



FOV: 134 µm, Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:13

Element Number	Element Symbol	Element Name	Atomic Conc.	Weight Conc.
6	С	Carbon	87.53	84.05
8	0	Oxygen	12.47	15.95

L.6.3.1 Titik 1



FOV: 105 µm, Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:15

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	90.17	86.83
8	0	Oxygen	9.61	12.33
22 -	Ti	Titanium	0.22	0.85

L.6.3.1 Titik 2





Disabled elements: As, B, Ca, Dy, Mg, Sb, Sr, **Tb**, Te, W

FOV: 105 $\mu m,$ Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:15

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	55.12	43.29
8	0	Oxygen	37.21	38.93
14	Si	Silicon	5.53	10.15
26	Fe	Iron	1.76	6.44
22	Ti	Titanium	0.38	1.19

L.6.4 TiO₂/Karbon Aktif 90 % L.6.4.1 Titik 1





Disabled elements: B



Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	60. <mark>5</mark> 6	47.49
8	0	Oxygen	33.84	35.35
22	Ti	Titanium	5.02	15.70
19	К	Potassium	0.57	1.46

L.6.4.2 Titik 2



Disabled elements: B

FOV: 67.1 µm, Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:19

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	89.38	86.34
8	0	Oxygen	10.62	13.66

L.6.5 TiO₂/Karbon Aktif 80 % L.6.5.1 Titik 1



Disabled elements: B

FOV: 67.1 μm , Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:22

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	86.09	82.29
8	0	Oxygen	1 <mark>3</mark> .91	1 7 .71

L.7.6.2 Titik 2



Disabled elements: B

FOV: 67.1 μm,	Mode: 15kV	- Image,	Detector:	BSD Full,	, Time: SEP	13 2018	19:22
	1						

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	80.41	73.48
8	0	Oxygen	18.48	22.50
22	Ti	Titanium	1.10	4.02



Disabled elements: B

FOV: 67.1 $\mu m,$ Mode: 15kV - Image, Detector: BSD Full, Time: SEP 13 2018 19:27

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
6	С	Carbon	89.85	86.93
8 -	0	Oxygen	10.15	13.07

L.6.6.1 Titik 2





Disabled elements: B

FOV: 67.1 μm, Mode: 15k\	- Image, Detector: BSI	D Full, Time: SEP	13 2018 19:27

Element	Element	Element	Atomic	Weight
Number	Symbol	Name	Conc.	Conc.
8	0	Oxygen	44.59	39.54
6	С	Carbon	41.91	27.89
22	Ti	Titanium	10.06	26.69
14	Si	Silicon	1.76	2.74
20	Са	Calcium	0.60	1.33
13	Al	Aluminium	0.20	0.30

Lampiran 7. Hasil Analisa UV-Vis

L.7.1 Lamdha Maks Methylen Blue

Tanggal Analisa : 28 September 2018



Scan Analysis Report

Report Time : Fri 28 Sep 04:10:17	PM 2018
Method:	
Batch: D:\Siti Nur Jannah\Lamdha	Maks Methylene Blue (28-09-2018).DSW
Software version: 3.00(339)	
Operator: Rika	
Sample Name: Methylene Blue 1	loppm
Collection Time	9/28/2018 4:10:43 PM
Peak Table	
Peak Style	Peaks
Peak Threshold	0.0100
Range	800.0nm to 400.1nm
Wavelength (nm) Abs	
663.0 1.578	

sq 1-	-
0 2	4 6 8 10 Concentration (mg/L)
Concentration Analy	sis Report
Report time Method	9/28/2018 4:14:27 PM
Batch name	D:\Siti Nur Jannah\Kurva Standar Methylene Blue (28-09-2018).BCN
Application	Concentration 3.00(339)
Operator	Rika
Instrument Settings	
Instrument	Cary 50
Instrument version <mark>no.</mark>	3.00
Wavelength (nm)	663.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R ²	0.95000
Concentration units	mg/L
Comments:	
Zero Report	
Pead The	nm

L.7.2 Kurva Standar Methylen Blue

Calibration

Collection time	g	0/28/2018	4:14:51	PM			
Standard	Concentrati mg/L	on F	Mean	SD	%RSD	Readings	
Std 1						0.0401	-
						0.0402	
	1	0	0.0403	0.0002	0.56	0.0405	
Std 2						0.1990	
						0.1989	
	2	2.0	0.1990	0.0001	0.04	0.1991	
Std 3						0.3031	
						0.3029	
	3	8.0	0.3030	0.0001	0.04	0.3031	
Std 4						0.5283	
						0.5280	
	4	.0	0.5279	0.0005	0.09	0.5273	
Std 5						0.7017	
						0.7026	
	5	5.0	0.7023	0.0005	0.07	0.7026	
Std 6						0.9275	
						0.9265	
	6	5.0	0.9263	0.0014	0.15	0.9248	
						1 10.00	
Std /						1.1069	
	-		1 1004	0 0000	0 05	1.1065	
	1	.0	1.1004	0.0008	0.05	1.1057	
Std 8						1.2682	
						1.2645	
	8	8.0	1.2667	0.0019	0.15	1.2673	
Std 9						1.4578	

1.4626 9.0 1.4581 0.0044 0.30 1.4538 std 10 1.5520 1.5496 10.0 1.5504 0.0013 0.09 1.5498

Calibration	eqn	Abs = 0.17686*Conc -0.16471
Correlation	Coefficient	0.99559
Calibration	time	9/28/2018 4:17:28 PM

Results Flags Legend

U = Uncalibrated O = Overrange N = Not used in calibration R = Repeat reading



L.7.3 Absorbansi Methylen Blue Kontrol, Karbon Aktif, TiO₂, TiO₂/AC95

Tanggal Analisa : 28 September 2018

Advanced Reads Report

Report time	9/28/2018 4:21:30 PM
Method	
Batch name	D:\Siti Nur Jannah\Absorbansi MB Kontrol TiO2
	Karbon Aktif 95 (28-09-2018).BAB
Application	Advanced Reads 3.00(339)
Operator	Rika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	663.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Sample averaging	OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1146)	663.0

Analysis

Collection	time	9/28	/2018	4:21:30	PM
COTTECCTON	CINC	5/20/	2010	1.21.00	T 1.1

	Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
1 A0						1.2986
						1.2992
			1.2997	0.0014	0.11	1.3013

0.4363 0.4362 0.0004 0.4366 0.10 1 A2 0.4855 0.4844 0.4846 0.0008 0.4840 0.16 1 A3 0.4350 0.4346 0.4350 0.0004 0.09 0.4354 2 A0 1.5279 1.5267 1.5280 0.0013 0.09 1.5294 2 A1 0.3682 0.3682 0.3681 0.0002 0.07 0.3678 0.3040 2 A2 0.3040 0.3041 0.0001 0.04 0.3042 0.2815 2 A3 0.2822 0.2816 0.0005 0.19 0.2811 1.5044 3 A0 1.5126 1.5099 0.0048 0.32 1.5128 3 A1 0.1238 0.1228 0.1226 0.0013 1.05 0.1212 3 A2 0.0857 0.0859 0.0860 0.0003 0.40 0.0863



Results Flags Legend

R = Repeat reading

L.7.4 Absorbansi Methylen Blue Kontrol 2, TiO₂/AC90, TiO₂/AC80, TiO₂/AC70

Tanggal Analisa : 01 Oktober 2018

Advanced Reads Report

Report time	10/1/2018 1:27:06 PM
Method	
Batch name	D:\Siti Nur Jannah\Absorbansi MB TiO AC 70-90 &
	Kontrol 2 (01-10-2018).BAB
Application	Advanced Reads 3.00(339)
Operator	Rika

74

Instrument Settings

Cary 50
3.00
663.0
Abs
0.1000
3
OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1284)	663.0

Analysis

Collection time 10/1/2018 1:27:06 PM					
Sample	F	Mean	SD	%RSD F	Readings
4A0	10				1.6236
					1.6278
		1.6249	0.0025	0.16	1.6233
4A1					0.1525
					0.1512
		0.1518	0.0007	0.45	0.1515
4A2					0.1872
					0.1854
		0.1857	0.0014	0.75	0.1845
4A3					0.0751
					0.0752
		0.0753	0.0002	0.32	0.0756
5A0					1.6499
					1.6546

1.6542 0.0041 0.25 1.6580 5A1 0.1271 0.1272 0.1271 0.0001 0.08 0.1270 5A2 0.2038 0.2037 0.2036 0.0003 0.2033 0.14 0.2325 5A3 0.2324 0.2326 0.0002 0.08 0.2328 6A0 1.7198 1.7197 1.7182 0.0026 0.15 1.7152 0.3824 6A1 0.3804 0.3809 0.0014 0.37 0.3797 6A2 0.4890 0.4883 0.4883 0.0008 0.15 0.4875 6A3 0.1698 0.1705 0.1706 0.0008 0.47 0.1714 Kontrol 2 A0 1.3742 1.3689 1.3722 0.0029 0.21 1.3736 0.9708 Kontrol 2 Al 0.9715 0.9707 0.0008 0.08 0.9699

Results Flags Legend

R = Repeat reading

76

Lampiran 8 Hasil Analisa DRS L.8.1 Grafik perhitungan *band gap* TiO₂



L.8.2 Grafik perhitungan band gap TiO₂/karbon aktif 70%



