

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{TiO}_2$  PADA PENAMBAHAN  
SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL  
DENGAN VARIASI SUHU**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NELLY SAFITRI ANWARI**  
**NIM. 14630038**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{TiO}_2$  PADA PENAMBAHAN  
SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL  
DENGAN VARIASI SUHU**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NELLY SAFITRI ANWARI**  
**NIM. 14630038**

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**

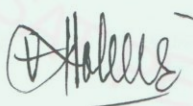
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{TiO}_2$  PADA PENAMBAHAN  
SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL  
DENGAN VARIASI SUHU**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NELLY SAFITRI ANWARI  
NIM. 14630038**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 8 Mei 2019**

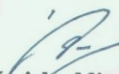
**Pembimbing I**



**Nur Aini, M.Si**

**NIDT. 19840608 20160801 2 070**

**Pembimbing II**



**A. Nasiehuddin, M.A**

**NIP. 19730705 200604 1 003**



**Mengetahui,  
Ketua Jurusan**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI  $\text{TiO}_2$  PADA PENAMBAHAN  
SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL  
DENGAN VARIASI SUHU**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NELLY SAFITRI ANWARI**  
NIM. 14630038

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 8 Mei 2019

Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 010

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

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

Anggota Penguji : A. Nasichuddin, M.A  
NIP. 19730705 200604 1 003



Mengesahkan,  
Ketua Jurusan

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



**PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nelly Safitri Anwari

NIM : 14630038

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  pada Penambahan  
Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Solvotermal  
dengan Variasi Suhu

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

Malang, 8 Mei 2019

Yang membuat pernyataan



Nelly Safitri anwari  
NIM. 14630038

## PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan syukur Alhamdulillah, skripsi ini adalah salah satu bentuk ibadahku kepada Allah SWT karena hanya kepadaNya kami menyembah dan hanya kepadaNya kami memohon pertolongan. Sekaligus sebagai ungkapan terima kasihku kepada:

1. Bapak dan ibuku (Sadirun Anwar dan Baiq Rohani) yang selalu memberikan do'a, dukungan, dan motivasi dalam hidup. Saudara-saudara (Kandiawan R., Triansyah Andra W., dan Nayla NA.) dan segenap keluarga besarku yang selalu memberikan warna dalam hidup dan menemani hari-hari disaat suka maupun duka.
2. Semua guru yang telah mengajarkanku berbagai ilmu dengan ikhlas semenjak aku menginjak bangku sekolah dasar hingga saat ini.
3. Teman-teman angkatan 2014, FATCAS, dan MHB yang selalu memberikan dukungan dan semangat hingga dapat menyelesaikan skripsi ini.

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, atas segala nikmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  pada Penambahan Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Solvothermal dengan Variasi Suhu”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW, sosok teladan dalam membangun peradaban dan budaya pemikiran. Iringan doa dan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Bapak, ibu, kakak dan istri, adek-adek serta keluarga besar penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si dan Bapak A. Nasichuddin, M.A selaku dosen pembimbing dengan penuh kesabaran dan kearifan yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku konsultan dan penguji utama dengan penuh kesabaran dan kearifan telah memberikan arahan dan pengetahuan.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, dan wawasannya sebagai pedoman serta bekal bagi penulis.

6. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2014 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, khususnya Widiya, Dian, Vina, Qory, Risa, Roma, Diah, Nairil, Cicik, Bobby, dan Puja. Teman-teman Fatcas, khususnya Nidaul, Jinan, Dewi, Kiki, Ocha, dan Dzakiroh. Teman-teman MHB, khususnya Fika, Fira, mbak Ais, dan Zul. Kehadiran mereka yang selalu membawa canda tawa dan memberikan dukungan hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
7. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan laporan penelitian ini sampai selesai disusun, yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian penelitian ini diridhoi oleh Allah SWT dan dicatat sebagai amal sholeh Bapak/Ibu/Saudara sekalian. Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun. Akhir kata, penulis berharap semoga hasil penelitian ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak. Aamiin ya robbal alamin.

Malang, 8 Mei 2019

Penulis



## DAFTAR ISI

|                                                                                                                        |             |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| <b>HALAMAN JUDUL .....</b>                                                                                             | <b>i</b>    |
| <b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>                                                                                        | <b>ii</b>   |
| <b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>                                                                                       | <b>iii</b>  |
| <b>LEMBAR ORISINILITAS .....</b>                                                                                       | <b>iv</b>   |
| <b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>                                                                                       | <b>v</b>    |
| <b>KATA PENGANTAR .....</b>                                                                                            | <b>vi</b>   |
| <b>DAFTAR ISI .....</b>                                                                                                | <b>viii</b> |
| <b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>                                                                                           | <b>x</b>    |
| <b>DAFTAR GAMBAR.....</b>                                                                                              | <b>xi</b>   |
| <b>DAFTAR TABEL .....</b>                                                                                              | <b>xii</b>  |
| <b>ABSTRAK .....</b>                                                                                                   | <b>xiii</b> |
| <b>ABSTRACT .....</b>                                                                                                  | <b>xiv</b>  |
| <b>الملخص.....</b>                                                                                                     | <b>xv</b>   |
| <br><b>BAB I PENDAHULUAN</b>                                                                                           |             |
| 1.1 Latar Belakang .....                                                                                               | 1           |
| 1.2 Rumusan Masalah .....                                                                                              | 6           |
| 1.3 Tujuan Penelitian .....                                                                                            | 6           |
| 1.4 Batasan Masalah .....                                                                                              | 6           |
| 1.5 Manfaat Penelitian .....                                                                                           | 7           |
| <br><b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>                                                                                     |             |
| 2.1 Material Semikonduktor sebagai Fotokatalis .....                                                                   | 8           |
| 2.2 Menjaga Lingkungan dalam al-Qur'an .....                                                                           | 9           |
| 2.3 Material Semikonduktor dari Senyawa $\text{TiO}_2$ .....                                                           | 12          |
| 2.4 Pengaruh Surfaktan Terhadap Karakteristik Semikonduktor $\text{TiO}_2$ .....                                       | 14          |
| 2.5 Sintesis $\text{TiO}_2$ Menggunakan Metode Solvothermal.....                                                       | 23          |
| <br><b>BAB III METODE PENELITIAN</b>                                                                                   |             |
| 3.1 Pelaksanaan Penelitian .....                                                                                       | 28          |
| 3.2 Alat dan Bahan .....                                                                                               | 28          |
| 3.2.1 Alat .....                                                                                                       | 28          |
| 3.2.2 Bahan .....                                                                                                      | 29          |
| 3.3 Tahapan Penelitian.....                                                                                            | 29          |
| 3.4 Prosedur Kerja .....                                                                                               | 29          |
| 3.4.1 Sintesis $\text{TiO}_2$ pada Penambahan Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Solvothermal dengan Variasi Suhu ..... | 29          |
| 3.4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis .....                                                                         | 30          |
| 3.4.2.1 Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD) .                                                      | 30          |
| 3.4.2.2 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR).....                                                    | 30          |
| 3.4.2.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Raman.....                                                              | 31          |
| 3.4.2.4 Karakterisasi Menggunakan <i>Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX) .....          | 31          |
| 3.4.2.5 Karakterisasi Menggunakan Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) .....                                            | 31          |

|                           |    |
|---------------------------|----|
| 3.4.3 Analisis Data ..... | 32 |
|---------------------------|----|

#### **BAB IV PEMBAHASAN**

|                                                                                                                                                                                                       |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.1 Sintesis TiO <sub>2</sub> Termodifikasi CTAB Menggunakan Metode Solvothermal.....                                                                                                                 | 34 |
| 4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Material TiO <sub>2</sub> -CTAB .....                                                                                                                                | 35 |
| 4.2.1 Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD) .....                                                                                                                                   | 35 |
| 4.2.2 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR) .....                                                                                                                                    | 39 |
| 4.2.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Raman .....                                                                                                                                              | 41 |
| 4.2.4 Karakterisasi Morfologi TiO <sub>2</sub> -CTAB pada Variasi Suhu Solvothermal<br>Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive</i><br><i>X-Ray Spectroscopy</i> (SEM-EDX) ..... | 44 |
| 4.2.5 Karakterisasi Luas Permukaan Menggunakan Metode Brunauer-<br>Emmett-Teller (BET) .....                                                                                                          | 46 |
| 4.3 Sintesis Material TiO <sub>2</sub> -CTAB pada Variasi Suhu Menggunakan Metode<br>Solvothermal Berdasarkan Perspektif Islam .....                                                                  | 47 |

#### **BAB V PENUTUP**

|                      |    |
|----------------------|----|
| 5.1 Kesimpulan ..... | 50 |
| 5.2 Saran .....      | 50 |

|                             |           |
|-----------------------------|-----------|
| <b>DAFTAR PUSTAKA</b> ..... | <b>51</b> |
|-----------------------------|-----------|

|                       |           |
|-----------------------|-----------|
| <b>LAMPIRAN</b> ..... | <b>57</b> |
|-----------------------|-----------|

## DAFTAR LAMPIRAN

|                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Lampiran 1 Diagram alir dan karakterisasi fotokatalis .....                                   | 57 |
| Lampiran 2 Perhitungan pada sintesis material .....                                           | 59 |
| Lampiran 3 Hasil karakterisasi XRD .....                                                      | 60 |
| Lampiran 4 Hasil perhitungan <i>crystallite size</i> dengan persamaan<br>Debye-Scherrer ..... | 65 |
| Lampiran 5 Hasil proses <i>refinement</i> .....                                               | 66 |
| Lampiran 6 Hasil karakterisasi IR.....                                                        | 70 |
| Lampiran 7 Hasil karakterisasi BET luas permukaan.....                                        | 73 |

## DAFTAR GAMBAR

|             |                                                                                                                                                                                                                                      |    |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 2.1  | Pita energi pada semikonduktor .....                                                                                                                                                                                                 | 8  |
| Gambar 2.2  | Mekanisme fotokatalitik pada material semikonduktor .....                                                                                                                                                                            | 9  |
| Gambar 2.3  | Struktur kristal TiO <sub>2</sub> (a) rutil, (b) anatase, dan (c) brookite .....                                                                                                                                                     | 13 |
| Gambra 2.4  | Spektrum Raman TiO <sub>2</sub> anatase .....                                                                                                                                                                                        | 14 |
| Gambar 2.5  | Kumpulan surfaktan membentuk misel.....                                                                                                                                                                                              | 15 |
| Gambar 2.6  | Misel dari surfaktan CTAB .....                                                                                                                                                                                                      | 16 |
| Gambar 2.7  | Grafik ukuran kristal vs konsentrasi CTAB .....                                                                                                                                                                                      | 16 |
| Gambar 2.8  | Interaksi elektrostatis atau ikatan hidrogen antara TiO <sub>2</sub> dan CTAB dalam keadaan asam .....                                                                                                                               | 17 |
| Gambar 2.9  | Ilustrasi skematik fabrikasi dari susunan anatase TiO <sub>2</sub> mesopori ...                                                                                                                                                      | 18 |
| Gambar 2.10 | Pola XRD dari TiO <sub>2</sub> (a) tidak termodifikasi CTAB, (b) TiO <sub>2</sub> -CTAB pH 2, dan (c) TiO <sub>2</sub> -CTAB pH 12 menggunakan metode sol-solvothermal.....                                                          | 19 |
| Gambar 2.11 | Rata-rata degradasi senyawa Rhodamin B oleh sampel (a) TiO <sub>2</sub> , (b) TiO <sub>2</sub> -CTAB pH 12, (c) TiO <sub>2</sub> -CTAB pH 2 dan (d) TiO <sub>2</sub> -Br <sup>-</sup> ...                                            | 19 |
| Gambar 2.12 | Hasil SEM sintesis TiO <sub>2</sub> menggunakan berbagai jenis surfaktan (a) CTAB, (b) PEG, dan (c) SDS .....                                                                                                                        | 20 |
| Gambar 2.13 | Spektra IR TiO <sub>2</sub> dengan penambahan surfaktan yang berbeda yaitu a) TiO <sub>2</sub> non modifikasi, b) TiO <sub>2</sub> -CTAB, c) TiO <sub>2</sub> -SDBS, d) TiO <sub>2</sub> -DEA .....                                  | 22 |
| Gambar 2.14 | Mekanisme pembentukan fasa anatase dan rutil dengan variasi panjang rantai pelarut alkohol .....                                                                                                                                     | 25 |
| Gambar 2.15 | Pengaruh tipe alkohol yang digunakan dalam sintesis TiO <sub>2</sub> pada degradasi fotokatalitik Oranye II (◇) metanol, (□) etanol, dan (Δ) isopropanol .....                                                                       | 27 |
| Gambar 4.1  | Sampel hasil sintesis menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu (a) 150, (b) 175, (c) 200, dan (d) 225°C .....                                                                                                             | 35 |
| Gambar 4.2  | Pola difraksi sinar-X material TiO <sub>2</sub> -CTAB pada variasi suhu .....                                                                                                                                                        | 36 |
| Gambar 4.3  | Difraktogram hasil perbesaran pada puncak tertinggi.....                                                                                                                                                                             | 37 |
| Gambar 4.4  | Hasil proses <i>refinement</i> terhadap difraktogram TiO <sub>2</sub> .....                                                                                                                                                          | 38 |
| Gambar 4.5  | Spektra IR material (a) CTAB (Merck), (b) TiO <sub>2</sub> anatase (sigma aldrich), (c) TiO <sub>2</sub> -CTAB 150°C, (d) TiO <sub>2</sub> -CTAB 175°C, (e) TiO <sub>2</sub> -CTAB 200°C, dan (f) TiO <sub>2</sub> -CTAB 225°C ..... | 40 |
| Gambar 4.6  | Spektra Raman TiO <sub>2</sub> -CTAB pada variasi suhu .....                                                                                                                                                                         | 42 |
| Gambar 4.7  | Hasil perbesaran pada rentang bilangan gelombang 830-3200 cm <sup>-1</sup> .....                                                                                                                                                     | 43 |
| Gambar 4.8  | Hasil SEM pada perbesaran 50.000 TiO <sub>2</sub> -CTAB suhu (a) 150, (c) 175, (e) 200, dan (g) 225°C dan perbesaran 100.000 TiO <sub>2</sub> -CTAB suhu (b) 150, (d) 175, (f) 200, dan (h) 225°C.....                               | 45 |

## DAFTAR TABEL

|           |                                                                                                                                        |    |
|-----------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabel 2.1 | Sifat struktur kristal Titanium (IV) Oksida .....                                                                                      | 13 |
| Tabel 2.2 | Rata-rata ukuran kristal dan BET luas permukaan dari TiO <sub>2</sub><br>variasi surfaktan .....                                       | 22 |
| Tabel 2.3 | Ukuran butir dan luas area permukaan dari TiO <sub>2</sub> hasil<br>sintesis menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu ..... | 24 |
| Tabel 4.1 | Ukuran kristal material TiO <sub>2</sub> -CTAB pada variasi suhu .....                                                                 | 37 |
| Tabel 4.2 | Data kristalografi TiO <sub>2</sub> yang diperoleh dari proses<br><i>refinement</i> menggunakan metode Le Bail.....                    | 39 |
| Tabel 4.3 | Identifikasi modus vibrasi IR pada material TiO <sub>2</sub> -CTAB.....                                                                | 41 |
| Tabel 4.4 | Identifikasi modus vibrasi Raman material TiO <sub>2</sub> -CTAB .....                                                                 | 43 |
| Tabel 4.5 | Persentase unsur-unsur material TiO <sub>2</sub> -CTAB pada variasi suhu .....                                                         | 46 |
| Tabel 4.6 | Luas permukaan material TiO <sub>2</sub> -CTAB pada variasi suhu.....                                                                  | 47 |



## ABSTRAK

Anwari, Nelly Safitri. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  pada Penambahan Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Solvothermal dengan Variasi Suhu.** Hasil Penelitian. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Pembimbing II: A. Nasichuddin, M.A; Konsultan: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

**Kata kunci:** fotokatalis,  $\text{TiO}_2$ , misel, CMC, metode solvothermal

Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  merupakan material yang sering digunakan dalam metode fotokatalitik untuk mendegradasi limbah organik karena memiliki aktivitas fotokatalitik tinggi, murah, dan tidak beracun. Namun,  $\text{TiO}_2$  juga memiliki kelemahan yaitu luas permukaan yang rendah, sehingga perlu dilakukan modifikasi menggunakan material *template* yang berperan sebagai agen pengarah struktur untuk mencetak pori yang dapat meningkatkan luas permukaan. Material *template* yang banyak digunakan yaitu surfaktan melalui pembentukan misel yang merupakan kumpulan dari surfaktan-surfaktan. Surfaktan yang banyak digunakan adalah *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) karena memberikan hasil sintesis dengan kristalinitas tinggi dan distribusi pori merata dibandingkan surfaktan yang lain. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bagaimana karakteristik struktur dan ukuran kristal, modus vibrasi IR, modus vibrasi Raman, morfologi partikel dan komposisi unsur, dan luas permukaan dari material  $\text{TiO}_2$ -CTAB yang disintesis dengan *template* CTAB menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu 150, 175, 200, dan 225°C.

Material  $\text{TiO}_2$  telah disintesis pada penambahan surfaktan CTAB menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu 150, 175, 200, dan 225°C. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Inframerah (IR), spektroskopi Raman, *Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDX), dan Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET). Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$ -CTAB memiliki struktur anatas dengan grup ruang  $I4_1/amd$ . Material  $\text{TiO}_2$  telah terbentuk diketahui melalui munculnya puncak pada spektroskopi IR dengan bilangan gelombang 400-800  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan modus vibrasi khas Ti-O. Hasil spektroskopi Raman juga menunjukkan terbentuknya  $\text{TiO}_2$  anatas dengan munculnya puncak khas pada modus vibrasi 145, 197, 397, 516, dan 639  $\text{cm}^{-1}$ . Morfologi partikel berbentuk *spherical* (bulat) dengan distribusi paling homogen diperoleh pada material  $\text{TiO}_2$ -CTAB 175°C. Luas permukaan paling tinggi diperoleh pada sampel  $\text{TiO}_2$ -CTAB yang disintesis pada suhu 175°C yaitu sebesar 277,043  $\text{m}^2/\text{g}$ .

## ABSTRACT

Anwari, Nelly SAFitri. 2019. **Synthesis and Characterization of TiO<sub>2</sub> on the Addition of CTAB Surfactant using Solvothermal Method with Temperature Variation. Thesis.** Department of Chemistry Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Nur Aini, M.Si, Supervisor II: A. Nasichuddin, M.A, Consultant: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

---

**Keywords :** Photocatalyst, TiO<sub>2</sub>, Michelle, CMC, solvothermal method

TiO<sub>2</sub> photocatalist is a widely used material in photocatalytic method to degrade organic pollutant because of its high photocatalytic activity, inexpensive, and nontoxic characteristic. However, TiO<sub>2</sub> material has a deficiency that is low surface area, so it needs a modification using template material which is acting as structure directing agent to strike pores and then enhance the surface area. The widely used template is surfactant through micelle formation, a set of surfactants. Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) is a tight used surfactant because it provides material synthesis with high crystallinity and homogeneous pore distribution compared to the other surfactants. The purpose of this research is to know the structure characteristic and crystallite size, IR vibration mode, Raman vibration mode, particle morphology and elemental composition, and surface area of TiO<sub>2</sub>-CTAB material which is synthesized by CTAB template using solvothermal method with temperature variations of 150, 175, 200, and 225°C.

TiO<sub>2</sub> material was synthesized by CTAB template using solvothermal method with temperature variations of 150, 175, 200, and 225°C. The samples were studied by X-ray diffraction (XRD), infrared spectroscopy (IR), Raman spectroscopy, Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX), and Brunauer-Emmett-Teller (BET) method. The result of characterizations showed that TiO<sub>2</sub>-CTAB have anatase phase with *I4<sub>1</sub>/amd* space group. Spectroscopy IR showed a peak at 400-800 cm<sup>-1</sup> which was assigned to vibration mode of Ti-O. Raman spectra showed TiO<sub>2</sub> anatase phase was successfully obtained that assigned to peaks at 145, 197, 397, 516, and 639 cm<sup>-1</sup>. The particle morphology was spherical shape with the most homogeneous distribution was obtained by TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C material. The highest surface area was obtained by TiO<sub>2</sub>-CTAB which was synthesized at 175°C that is equal to 277,043 m<sup>2</sup>/g.

## الملخص

انوارى، نبلي شافطر. ٢٠١٩. توليف و توصيف ثاني اكسيدالتيتانيوم علي اضافة الفاعل بالسطحي CTAB باستخدام طريقة سولفوترمال مع اختلافات درجات الحرارة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة ١: نور عيني الماجستير المشرف ٢: احمد ناصح الدين الماجستير، المستشار: الدكتور انتون فاراستيو الماجستير

**الكلمات الرئيسية:** الضوئي، ثاني اكسيدالتيتانيوم، المذيلات، CMC ، طريقة سولفوترمال

الضوئي ثاني اكسيدالتيتانيوم هو الموادالمستخدم في كثيرمن الاحيان في طريقة التحفيزالضوئي لاختطاط النفايات العضوية لانه يحتوى علي النشاط التحفيزالضوئي العالية، غير مكلفة، و غير سامة. و مع ذلك، فان ثاني اكسيدالتيتانيوم لديه ايضا عيب، وهوامساحة السطحية المنخفضة، لذلك يحتاج الى التعديل باستخدام مادة القالب التي يعمل بمثابة وكيل توجيه الهيكل لطباعة المسام يمكن ان يزيد مساحة السطح. و هناك مادة القالب يستخدم علي نطاق واسع هو السطحي من خلال تشكيل المذيلات التي هي مجموعة من السطحي. السطحي الاكثر استخدامه هو *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) لانه يعطي نتائج تخليق البلورات العالية و توزيع المسام بالتساوي مقارنة مع السطحي الاخرى. ويهدف هذا البحث لمعرفة كيفية الخصائص الهيكليةحجم الكريستال، ووضع الاهتزازمن IR، وضع الاهتزاز من رامان، الجسيمة المورفولوجية وتكوين العناصر، والمساحة السطحية للمواد ثاني اكسيدالتيتانيوم-CTAB التي يتم تسعينها بواسطة قوالب CTAB باستخدام طريقة سولفوترمال مع الاختلافات في درجة الحرارة ١٥٠، ١٧٥، ٢٠٠، و ٢٢٥ درجة مئوية.

وقدتم توليف المواد ثاني اكسيدالتيتانيوم علي اضافة السطحي CTAB باستخدام طريقة سولفوترمال مع الاختلافات في درجة الحرارة ١٥٠، ١٧٥، ٢٠٠، و ٢٢٥ درجة مئوية. وتتميزنتائج التوليف باستخدام تقنيتة حيود الاشعة السينية (XRD)، والتحليل الطيفي بلاشعة تحت الحمراء (IR)، والتحليل الطيفي رامان، المسح المجهرى الكترون/الطاقة التشتت الاشعة السينية الطيفي (SEM-EDX)، وطريقة Brunauer-Emmett-Teller (BET). وظهرت النتائج التوصيف ان ثاني اكسيدالتيتانيوم لديه هيكل اناتاس مع مجموعة الفضاء  $I4_1/amd$ . وقد تم تشكيل المواد ثاني اكسيدالتيتانيوم من خلال ظهور قمة في الطيفي الاشعة تحت الحمراء مع ارقام الموجة ٤٠٠-٨٠٠ سم<sup>-1</sup>، وهو وضع الاحتزازالنموذجي Ti - O. نتائج الطيفي رامان يظهر ايضا تشكيل ثاني اكسيدالتيتانيوم اناتاس بظهور قمة مميزة في وضع الاحتزازمن ١٤٥، ١٩٧، ٣٩٧، ٥١٦، و ٦٣٩ سم<sup>-1</sup>. شكل مورفولوجياالجسيمة هي كروية (جولة) مع التوزيع الاكثرتجانسا من المواد ثاني اكسيدالتيتانيوم-CTAB ١٧٥ درجة مئوية. اعلي مساحة السطح التي تم الحصول عليهاهي ثاني اكسيدالتيتانيوم-CTAB ١٧٥ درجة مئوية، وهو ٢٧٧، ٠٤٣ م<sup>2</sup>/ز.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Limbah air dari sektor industri sangat berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan manusia. Permasalahan ini harus segera ditangani untuk mencegah dampak yang lebih buruk. Manusia diciptakan Allah dengan memiliki kedudukan sebagai khalifah atau wakil Allah di muka bumi, bertugas secara adil untuk menjaga dan melestarikan bumi. Khalifah merupakan makhluk Allah yang mendapat kepercayaan untuk menjalankan kehendak Allah dan menerapkan ketetapan-ketetapan-Nya di muka bumi. Allah telah mengajarkan manusia ilmu pengetahuan agar mampu mengatur dan memanfaatkan segala yang diciptakan Allah di bumi sesuai dengan fungsi diciptakannya. Oleh karena itu, menjaga lingkungan merupakan suatu amanah yang diberikan Allah atas semua manusia dan tidak boleh melakukan sebaliknya yaitu berbuat kerusakan di bumi. Berkaitan dengan masalah menjaga lingkungan Allah SWT telah berfirman dalam al-Quran Surat al-Baqarah ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلٰٓئِكَةِ اِنِّىْ جَاعِلٌ فِى الْاَرْضِ خَلِیْفَةً ۚ قَالُوْۤا اَتَجْعَلُ فِیْهَا مَنْ یُّفْسِدُ فِیْهَا  
وَيَسْفِكُ الدِّمَآءَ وَخَنٌۭ نُّسَبِحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ اِنِّىْۤ اَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُوْنَ ﴿۳۰﴾

*Artinya: Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi". Mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui"*



Ayat ini menjelaskan bahwa Allah memberitahukan kepada malaikat bahwa Dia menjadikan di muka bumi ini makhluk yang akan memakmurkan dan menghidupkannya dengan iman. Mereka adalah Adam a.s. dan keturunannya. Mereka akan menghuni bumi secara bergantian sehingga keberlangsungan kemakmuran, pertumbuhan, dan kehidupan ini akan terpelihara (al-Qarni, 2007).

Limbah Industri biasanya mengandung ion logam berat seperti Cr (II), Hg (II), dan polutan organik yang cukup resistan terhadap degradasi, sehingga perlu dilakukan metode untuk mendegradasi limbah tersebut. Beberapa metode telah dilakukan yaitu filtrasi, koagulasi-flokulasi, destilasi, dan lainnya. Namun metode-metode ini belum cukup efisien karena masih menghasilkan produk samping yang perlu diolah lebih lanjut (Asuha, dkk., 2010). Oleh karena itu dibutuhkan metode lain yang lebih efektif salah satunya yaitu metode fotokatalitik.

Metode fotokatalitik yaitu proses yang membutuhkan cahaya dan katalis untuk melangsungkan transformasi kimia, sedangkan sumber cahaya yang digunakan dapat dari matahari maupun lampu UV (Hermann, 1999). Material yang biasa digunakan sebagai fotokatalis yaitu semikonduktor. Bahan semikonduktor dapat mengubah limbah organik menjadi karbon dioksida dan air yang tidak berbahaya bagi lingkungan. Reaksi fotokatalitik terjadi jika semikonduktor menyerap cahaya yang memiliki energi sama atau lebih besar dari energi celah pita, maka elektron ( $e^-$ ) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang positif ( $h^+$ ) pada pita valensi. Lubang positif kemudian berfungsi sebagai pengoksidator kuat yang mampu mendegradasi



limbah organik sehingga menghasilkan  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  sebagai produk akhir (Escobar, dkk., 2010).

Fotokatalis yang banyak digunakan yaitu titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) karena mempunyai celah pita (*band gap*) yang besar (3,2 eV), bersifat stabil terhadap cahaya, tidak beracun, stabilitas termal tinggi, dan kemampuan mengoksidasi yang tinggi (Linsebigler, dkk., 1995). Material  $\text{TiO}_2$  mempunyai tiga struktur kristal yaitu anatase, rutil, dan brookite. Fasa anatase merupakan fasa metastabil yang memiliki fotoaktivitas atau kemampuan fotokatalitik paling tinggi.

Salah satu kelemahan material  $\text{TiO}_2$  yaitu memiliki luas permukaan yang rendah sehingga perlu dilakukan modifikasi yaitu dengan penggunaan material *template* (Linacero, dkk., 2006). Material *template* merupakan suatu agen pengarah struktur yang berfungsi sebagai pencetak pori (Chen dan Mao, 2007) sehingga menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dengan luas permukaan yang lebih tinggi. Salah satu jenis material *template* yaitu surfaktan. Proses pembentukan pori oleh surfaktan yaitu melalui pembentukan misel yang merupakan kumpulan dari surfaktan-surfaktan. Misel akan terbentuk saat surfaktan berada pada kondisi *critical micelle concentration* (CMC). Setelah membentuk misel akan terjadi interaksi antara surfaktan dan  $\text{TiO}_2$  melalui interaksi elektrostatik, sehingga  $\text{TiO}_2$  akan terikat menyebar dan mengelilingi permukaan misel mengikuti bentuk misel. Saat dilakukan pemanasan maka misel ini akan hilang dan meninggalkan struktur  $\text{TiO}_2$  yang berpori (Qu, dkk., 2010).

Surfaktan dapat dibagi menjadi 4 jenis yaitu surfaktan kationik, anionik, nonionik, dan amfoter. Pembagian ini didasarkan pada perbedaan muatan dari masing-masing surfaktan. Surfaktan kationik (bermuatan positif) yaitu

*cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) dan *cetylpyridinium chloride* (CPC), surfaktan anionik (bermuatan negatif) seperti *sodium dodecyl sulfate* (SDS) dan *sodium laureth sulfate*, surfaktan nonionik (tidak bermuatan) seperti *alkyl polyglucosides*, *alkyl polyethylene oxide*, dan surfaktan amfoter (bermuatan positif dan negatif) seperti *dodecyl betaine* dan *dodecyl dimethylamine oxide*.

Sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat dilakukan dengan penambahan berbagai jenis surfaktan. Namun, surfaktan kationik CTAB memberikan hasil yang lebih baik jika dibandingkan dengan surfaktan SDS (surfaktan anionik) dan surfaktan PEG (surfaktan nonionik). Vijayalakshmi dan Rajendran (2010) melaporkan bahwa dalam sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  menggunakan surfaktan CTAB memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan SDS dan PEG.

Sintesis fotokatalis dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti sol-gel, sonokimia, hidrotermal, solvothermal, presipitasi, dan spray pirolisis. Namun diantara banyak metode, hidrotermal dan solvothermal merupakan metode dengan keuntungan yang unik. Beberapa keuntungan metode hidrotermal dan solvothermal yaitu menggunakan suhu rendah dan memiliki kemampuan untuk mengontrol distribusi ukuran partikel dan morfologi (Stride dan Tuong, 2010), serta dapat meningkatkan kristalinitas dari  $\text{TiO}_2$ , biaya murah dan homogenitas tinggi.

Metode solvothermal sangat identik dengan metode hidrotermal, yang membedakan antara keduanya hanya pada pelarut yang digunakan, yaitu pada metode hidrotermal menggunakan pelarut air sedangkan metode solvothermal menggunakan pelarut organik. Namun, metode solvothermal memiliki kontrol distribusi ukuran dan bentuk serta kristalinitas dari  $\text{TiO}_2$  lebih baik dibandingkan metode hidrotermal. Metode solvothermal telah diketahui sebagai metode yang

baik dalam sintesis berbagai nanopartikel dengan distribusi ukuran rendah dan penyebarannya merata (Byranvand, dkk., 2013).

Proses hidrotermal dan solvothermal didefinisikan sebagai reaksi kimia yang terjadi dalam suatu larutan menggunakan wadah tertutup dengan pemanasan pada suhu yang mendekati titik kritis pelarut dan tekanan otogen, yaitu tekanan yang dihasilkan ketika dilakukan pemanasan pada suhu kritis pelarut (Li, dkk., 2015). Reaksi hidrotermal dan solvothermal biasanya terjadi pada kondisi isothermal dalam autoklaf baja kecil (volume internal 50-500 mL) dengan teflon atau *glass lining* untuk mencegah korosi pada bagian dalam alat (Canu dan Buscaglia, 2017). Dalam autoklaf akan terjadi kondisi superkritikal, kondisi khas dalam metode hidrotermal dan solvothermal, yaitu ketika suhu dinaikkan akan menjadikan tekanan didalamnya meningkat sehingga pelarut berada dalam keadaan superkritis dan menjadikan material-material dapat bereaksi.

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan surfaktan CTAB metode sol-solvothermal telah dilakukan pada suhu  $160^\circ\text{C}$  menggunakan pelarut etanol dalam kondisi asam dan basa. Ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh yaitu 5 nm untuk semua sampel. Dan penambahan CTAB akan menghasilkan aktivitas fotokatalitik pada limbah rhodamin B lebih tinggi dibandingkan tanpa penambahan CTAB yaitu pada kondisi asam (pH 2)  $\pm 89\%$ , kondisi basa (pH 12)  $\pm 56\%$ , dan tanpa CTAB  $\pm 21\%$  (Qu, dkk., 2010).

Berdasarkan penelitian-penelitian diatas maka diketahui bahwa surfaktan CTAB dapat menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dengan aktivitas fotokatalitik yang tinggi. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan *template* CTAB menggunakan metode solvothermal pada variasi suhu 150, 175, 200, dan  $225^\circ\text{C}$ , untuk

mengetahui pengaruh suhu terhadap karakteristik struktur, morfologi, komposisi unsur, modus vibrasi inframerah (IR), modus vibrasi Raman, dan luas permukaan dari  $\text{TiO}_2$ -CTAB.

## 1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana karakteristik struktur dan ukuran kristal material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal
2. Bagaimana karakter lokal struktur yang terdiri dari modus vibrasi IR dan modus vibrasi Raman dalam material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal
3. Bagaimana morfologi partikel, komposisi unsur, dan luas permukaan dari material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui:

1. Bagaimana karakteristik struktur dan ukuran kristal material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal
2. Bagaimana karakter lokal struktur yang terdiri dari modus vibrasi IR dan modus vibrasi Raman dalam material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal
3. Bagaimana morfologi partikel, komposisi unsur, dan luas permukaan dari material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu solvothermal

#### 1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini yaitu:

1. Surfaktan yang digunakan yaitu surfaktan CTAB yang merupakan surfaktan kationik.
2. Pelarut yang digunakan yaitu isopropanol.
3. Karakteristik struktur dan ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  dipelajari dengan instrumen teknik difraksi sinar-X (XRD).
4. Karakterisasi modus vibrasi dari gugus fungsi material  $\text{TiO}_2$  dipelajari menggunakan spektroskopi inframerah (IR) dan spektroskopi Raman.
5. Karakteristik morfologi dan komposisi unsur dipelajari dengan instrumen *Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDX).
6. Karakterisasi luas permukaan spesifik dipelajari dengan Adsorpsi-Desorpsi  $\text{N}_2$  Metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET).

#### 1.5 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi mengenai pengaruh sintesis  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan CTAB menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu terhadap karakteristik struktur, modus vibrasi IR, modus vibrasi Raman, morfologi partikel, komposisi unsur, dan luas permukaan  $\text{TiO}_2$ .
2. Memberikan informasi mengenai pemanfaatan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan *template* CTAB untuk menangani masalah limbah cair yang banyak terjadi pada berbagai daerah di Indonesia.



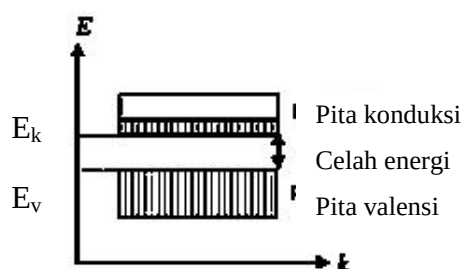
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Material Semikonduktor sebagai Fotokatalis

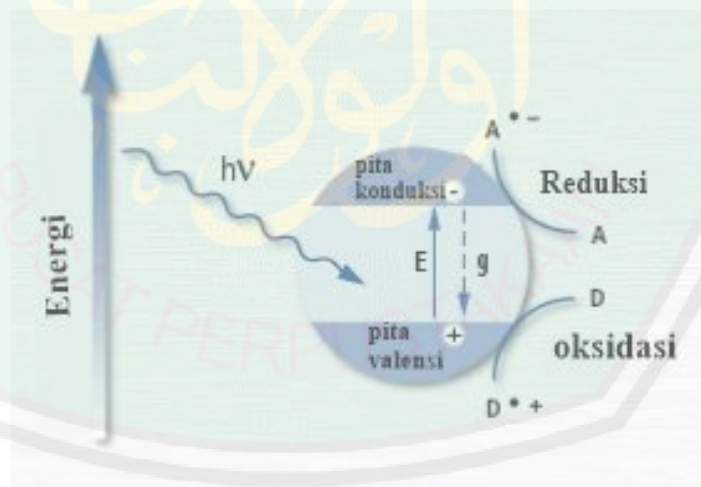
Metode fotokatalitik adalah gabungan dari proses fotokimia dan katalis. Fotokimia merupakan suatu proses kimia yang memerlukan bantuan cahaya sedangkan katalis membantu untuk mempercepat proses kimia, sehingga dapat disimpulkan bahwa metode fotokatalitik merupakan metode dengan proses yang didalamnya membutuhkan sumber cahaya dan katalis. Cahaya yang digunakan bisa berasal dari matahari atau lampu UV (Hermann, 1999).

Material yang biasa digunakan sebagai fotokatalis yaitu bahan semikonduktor. Dilihat dari struktur elektroniknya, semikonduktor memiliki dua buah pita yaitu pita valensi yang penuh dengan elektron dan pita konduksi yang kosong akan elektron. Perbedaan energi antara pita valensi yang energinya lebih tinggi dibanding pita konduksi dengan energi lebih rendah disebut dengan energi *band gap* (energi celah pita). Semikonduktor memiliki energi celah pita berkisar antara 0,5-5,0 eV (Licciuli dan Lisi, 2002). Energi celah pita juga merupakan energi yang diperlukan suatu elektron untuk tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Susunan pita dan celah pita diilustrasikan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Pita energi pada semikonduktor (Pataya, dkk., 2016)

Mekanisme fotokatalitik pada material semikonduktor ditunjukkan pada Gambar 2.2. Material semikonduktor yang menyerap energi foton dengan energi sama atau lebih besar dari energi celah pitanya akan menyebabkan *electron* ( $e^-$ ) tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi dan meninggalkan *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi. *Electron* pada pita konduksi berfungsi sebagai reduktor yang baik dan *hole* yang terbentuk pada pita valensi berfungsi sebagai oksidator kuat. Pasangan *electron-hole* akan bereaksi dengan  $H_2O$  yang melekat pada semikonduktor dan  $O_2$  di udara menghasilkan radikal hidroksil ( $OH^\bullet$ ) dan superoksida ( $O_2^{\bullet-}$ ) yang merupakan agen pengoksidasi kuat. Radikal hidroksil dan superoksida kemudian akan mengoksidasi atau mendegradasi limbah organik menjadi  $CO_2$  dan  $H_2O$  (Hoffmann, dkk., 1995).



Gambar 2.2 Mekanisme fotokatalitik pada material semikonduktor (Licciuli dan Lisi, 2002).

## 2.2 Menjaga Lingkungan dalam al-Qur'an

Agama merupakan sumber nilai, moralitas dan spiritual bagi masyarakat penganutnya dan merupakan salah satu faktor strategis yang dapat mempengaruhi

pandangan masyarakat mengenai lingkungan hidup, sehingga konsep dan ajaran agama mempunyai arti penting bagi pengembangan kesadaran akan kelestarian lingkungan hidup. Berhubungan dengan hal ini, Islam sebagai agama yang dipeluk oleh banyak masyarakat akan turut mempengaruhi pandangan tentang lingkungan hidup (Ilyas, 2008).

Lingkungan hidup adalah pendukung kehidupan dan kesejahteraan bukan hanya bagi manusia tapi makhluk hidup lainnya seperti hewan dan tumbuhan. Isi alam diperuntukkan bagi kehidupan dan kesejahteraan hidup manusia sehingga adanya hewan dan tumbuhan harus dijaga dalam fungsinya sebagai pendukung kehidupan. Lingkungan memiliki hubungan, interaksi, dan korelasi dengan makhluk hidup yang ada didalamnya, sehingga perlu diteliti untuk memperoleh pengetahuan tentang kerumitan dalam lingkungan hidup agar pengelolaan lingkungan hidup dapat dilakukan secara tepat (Ilyas, 2008).

Berdasarkan pemaparan di atas dapat diketahui bahwa lingkungan sangat berperan penting bagi kehidupan di bumi sehingga harus dijaga dan tidak boleh dirusak. Allah SWT telah melarang manusia dari perbuatan merusak lingkungan, sehingga segala yang ada di bumi wajib dijaga, dilestarikan, dan dimanfaatkan. Alam diciptakan sangat imbang sehingga apabila terjadi kerusakan maka manusia yang diberikan akal oleh Allah SWT sudah seharusnya mampu berpikir dalam memperbaiki kerusakan tersebut. Allah berfirman dalam al-Quran surat al-Qashash ayat 77.

وَابْتَغِ فِي مَا آتَاكَ اللَّهُ الدَّارَ الْآخِرَةَ ۚ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا ۚ وَأَحْسِنَ كَمَا  
أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ ۚ وَلَا تَبْغِ الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ ۚ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ ﴿٧٧﴾

*Artinya : Dan carilah pada apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu (kebahagiaan) negeri akhirat, dan janganlah kamu melupakan bahagianmu dari (kenikmatan) duniawi dan berbuat baiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik, kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di (muka) bumi. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan.*

al-Qarni (2007) menjelaskan bahwa hendaknya manusia berbuat baik kepada orang lain dengan memberi manfaat dan pertolongan sebagaimana Allah SWT telah berlaku baik kepadanya dengan karunia yang banyak. Selain itu, manusia tidak boleh berbuat kerusakan baik melalui ucapan, perbuatan dusta, zalim, dan melakukan kekejian serta kemungkaran. Manusia dilarang membuat Allah murka dengan berlaku sombong, melakukan kerusakan, dan permusuhan karena Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan, yaitu orang-orang yang ucapan dan perbuatannya sama sekali tidak mengandung kebaikan. Mereka adalah orang-orang yang melakukan gangguan, kejahatan, dan kezaliman.

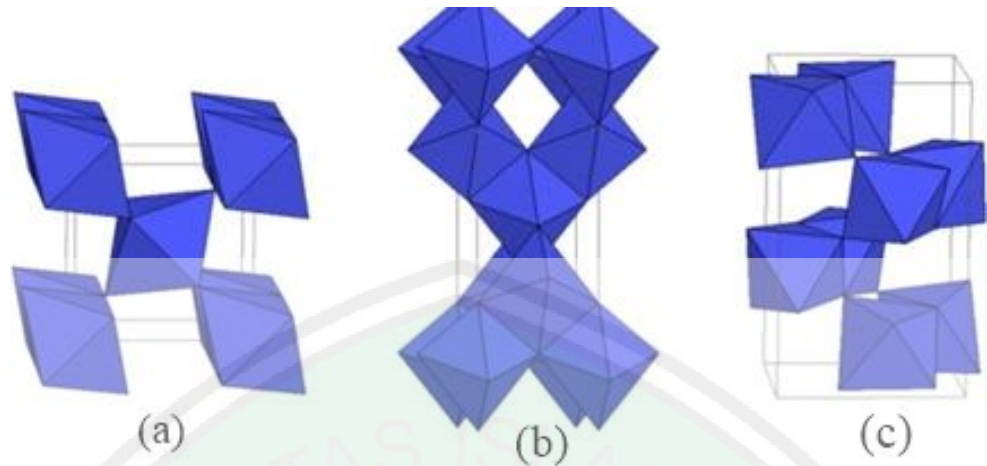
Kalimat *“Wa laa tabghil fasaada fil ardhi = Dan jangan pula kamu mencari kerusakan di bumi”* mengandung makna janganlah kamu mempergunakan kekayaan dan kemegahanmu untuk menimbulkan keresahan di kalangan masyarakat. Dan kalimat *“Innallaaha laa yuhibbul mufsiidin = Sesungguhnya Allah tidak menyukai para perusak”* bermakna Allah tidak akan memuliakan orang-orang yang membuat kesalahan (Ash-Shiddieqy, 2000). Dan al-Jazairi (2008) dalam kitab tafsirnya menjelaskan bahwa janganlah berbuat kerusakan di muka bumi karena sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan. Maka barangsiapa yang tidak mencintai Allah niscaya Allah akan membencinya, dan barangsiapa yang dibenci-Nya akan mendapat azab di dunia dan di akhirat.

### 2.3 Material Semikonduktor dari Senyawa $\text{TiO}_2$

$\text{TiO}_2$  merupakan material semikonduktor yang secara kimia akan teraktivasi dengan adanya sinar ultraviolet dan memiliki nilai energi celah pita sebesar 3,2 eV. Material  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga struktur kristal yaitu anatase (tetragonal), rutil (tetragonal), dan brookite (ortorombik). Berdasarkan ketiga struktur kristal tersebut,  $\text{TiO}_2$  lebih banyak berbentuk anatase dan rutil. Bentuk rutil adalah fasa paling stabil sedangkan bentuk anatase dan brookite adalah metastabil. Fasa anatase memiliki fotoaktivitas paling tinggi dibandingkan fasa rutil dan brookite (Dai, dkk., 2010). Tiga struktur kristal  $\text{TiO}_2$  ditampilkan pada Gambar 2.3 dan sifat-sifatnya dirangkum pada Tabel 2.1.

Aktivitas fotokatalitik dari material  $\text{TiO}_2$  dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain struktur kristal, kristalinitas, dan ukuran partikel. Fasa anatase pada material  $\text{TiO}_2$  menunjukkan aktivitas fotokatalitik paling tinggi dibandingkan dengan fasa rutil dan brookite (Peng, dkk., 2005). Struktur mesopori anatase juga terbukti menjadi suatu material yang menjanjikan pada aktivitas fotokatalitiknya. Hal ini disebabkan oleh luas area permukaan yang tinggi, distribusi ukuran pori rendah, dan memiliki kemampuan tinggi dalam menjaga struktur kristal (stabil) (Kao, dkk., 2010). Ukuran partikel semakin kecil akan menjadikan pemisahan muatan *photogenerated (hole-electron)* semakin efektif dan luas permukaan meningkat sehingga aktivitas fotokatalitik semakin tinggi. Derajat kristalinitas juga memainkan peran penting dalam aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$ . Ohtani, dkk. (1997) menyatakan bahwa pada ukuran partikel yang tetap, aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$  meningkat seiring dengan semakin tinggi kristalinitas. Peningkatan kristalinitas dari  $\text{TiO}_2$  dapat dilakukan dengan penambahan surfaktan.





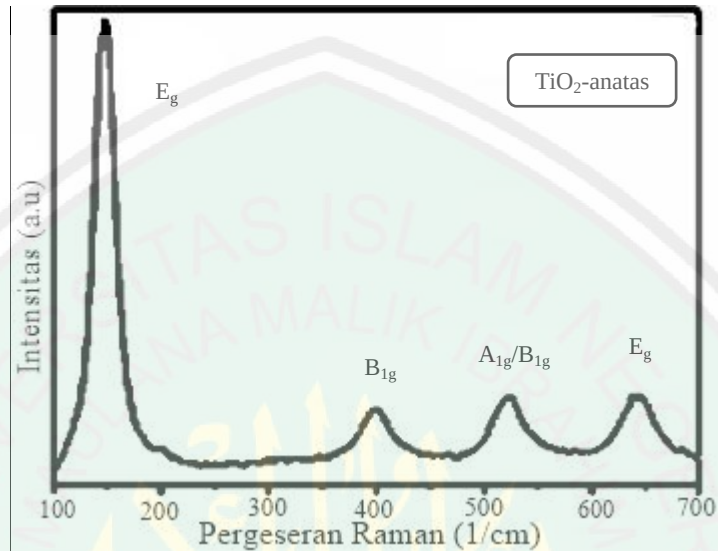
Gambar 2.3 Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  (a) rutil, (b) anatase, dan (c) Brookit (Regonini, dkk., 2013)

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal Titanium (IV) Oksida (Cromer dan Herrington, 1955; Baur, 1961; Mo dan Ching, 1995)

| Sifat                            | Rutil                      | Anatas                   | Brookit                             |
|----------------------------------|----------------------------|--------------------------|-------------------------------------|
| Struktur kristal                 | Tetragonal                 | Tetragonal               | Ortorombik                          |
| Panjang kisi (Å)                 | $a=b=4,5936$<br>$c=2,9587$ | $a=b=3,784$<br>$c=9,515$ | $a=9,184$<br>$b=5,447$<br>$c=5,154$ |
| Grup ruang                       | $P4_2/mnm$                 | $I4_1/amd$               | $Pbca$                              |
| Volume molekul (Å <sup>3</sup> ) | 31,2160                    | 34,061                   | 32,172                              |
| Berat jenis (g/cm <sup>3</sup> ) | 4,13                       | 3,79                     | 3,99                                |
| Panjang ikatan Ti-O (Å)          | 1,949 (4)<br>1,980 (2)     | 1,937(4)<br>1,965(2)     | 1,87–2,04                           |
| Sudut ikatan O-Ti-O              | 81,2°<br>90,0°             | 77,7°<br>92,6°           | 77,0–105°                           |

Anatas memiliki 15 modus optik dengan *irreducible representation*  $1A_{1g} + 1A_{2u} + 2B_{1g} + 1B_{2u} + 3E_g + 2E_u$ . Modus  $A_{1g}$ ,  $B_{1g}$ , dan  $E_g$  adalah aktif Raman, sedangkan  $A_{2u}$  dan  $E_u$  adalah aktif IR. Modus  $B_{2u}$  tidak aktif pada Raman dan IR (Ohsaka, dkk., 1978). Hasil karakterisasi  $\text{TiO}_2$  menggunakan spektroskopi Raman yaitu fasa anatase memiliki struktur tetragonal dengan grup ruang  $D_{4h}$  ( $I4_1/amd$ ). Anatase memiliki enam modus khas aktif Raman  $1A_{1g}$ ,  $2B_{1g}$ ,  $3E_g$  dengan bilangan

gelombang secara urut 144, 197, 399, 513, 519, dan 639  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan rutil  $1A_{1g}$ ,  $2B_{1g}$ ,  $E_g$  yaitu 143, 447, 612, dan 826  $\text{cm}^{-1}$  (Stagi, dkk., 2014)



Gambar 2.4 Spektrum Raman  $\text{TiO}_2$  anatase (Stagi, dkk., 2014)

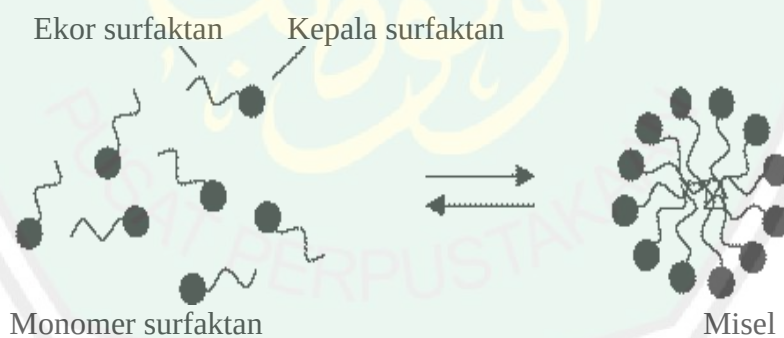
#### 2.4 Pengaruh Surfaktan Terhadap Karakteristik Semikonduktor $\text{TiO}_2$

Surfaktan merupakan *template* yang biasa digunakan sebagai agen pengarah struktur dalam sintesis material  $\text{TiO}_2$ . Surfaktan berfungsi untuk mengontrol morfologi dari kristal  $\text{TiO}_2$  dan mampu menghasilkan senyawa dengan kristalinitas yang tinggi (Sun, dkk., 2002). Surfaktan memiliki dua bagian, yaitu bagian non polar (hidrofobik) dan bagian yang polar (hidrofilik). Berdasarkan muatannya surfaktan terbagi atas 4 jenis (Ghosh, 2009), yaitu :

1. Anionik (gugus polar bermuatan negatif). Contoh :  $\text{RSO}_4^-\text{Na}^+$  (*alkyl sulfate*) ;  
 $\text{RC}_6\text{H}_4\text{SO}_3^-\text{Na}^+$  (*alkylbenzene sulfonat*)
2. Kationik (gugus polar bermuatan positif). Contoh :  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15} \text{-N}^+(\text{CH}_3)_3$   
 $\text{Br}^-$  (*cetyltrimethylammonium bromide*).

3. Nonionik (surfaktan netral). Contoh :  $\text{RC}_6\text{H}_4(\text{OC}_2\text{H}_4)_x\text{OH}$  (*alkyl phenol ethoxylate*)
4. Zwitterionik (gugus polar bermuatan positif dan negatif). Contoh :  $\text{RN}^+\text{H}_2\text{CH}_2\text{COO}^-$  (*amino acid*).

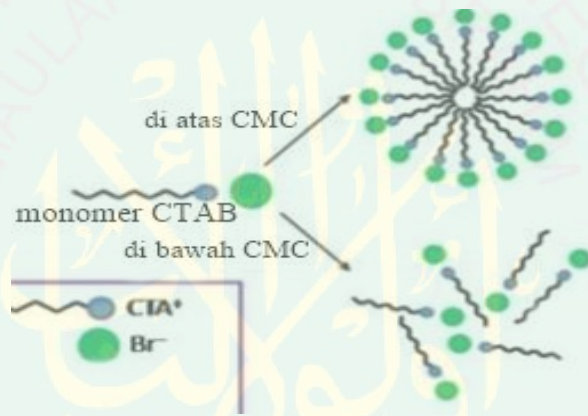
Ketika surfaktan dilarutkan dalam suatu pelarut, maka pelarut tersebut akan mengalami penurunan energi permukaan yang sejalan dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan yang ditambahkan. Pengurangan energi permukaan ini akan berhenti ketika konsentrasi kritis atau CMC pada surfaktan tercapai, maka energi permukaan ini akan cenderung untuk konstan dengan penambahan konsentrasi surfaktan. Saat konsentrasi kritis tercapai maka surfaktan-surfaktan akan membentuk kumpulan surfaktan yang disebut misel. Misel diilustrasikan pada Gambar 2.5.



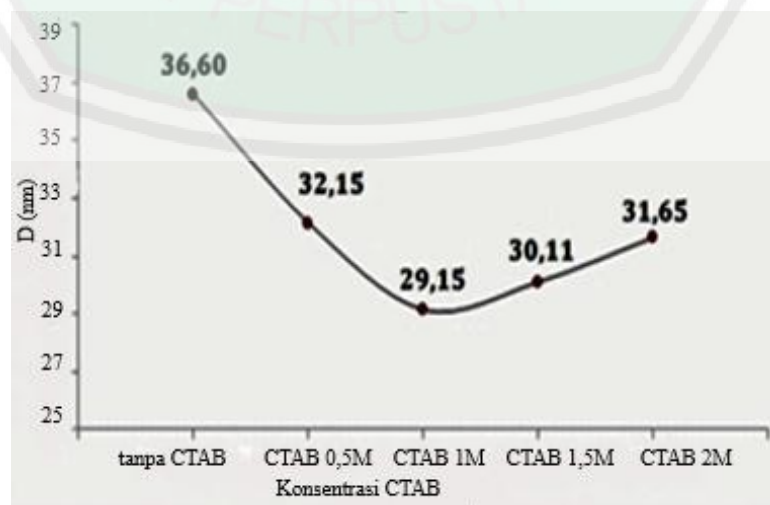
Gambar 2.5 Kumpulan surfaktan membentuk misel (Rangel-yagui, dkk., 2004).

Surfaktan yang banyak digunakan yaitu surfaktan CTAB dan misel dari surfaktan CTAB diilustrasikan pada Gambar 2.6. Menurut Peng, dkk. (2005), CTAB berperan sebagai agen pengarah struktur dan pembentuk pori dengan proses yang mudah dilakukan. Surfaktan CTAB memiliki titik CMC sebesar 0,9

mM (Ceotto, dkk., 2001). Penelitian Fahyuan, dkk. (2012) tentang sintesis  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode sol-gel dengan variasi konsentrasi CTAB 0,5; 1; 1,5; dan 2 mM menunjukkan hasil bahwa ukuran kristal paling kecil diperoleh pada konsentrasi 1 mM. Hal ini dikarenakan 1 mM mendekati nilai CMC dari CTAB, sedangkan pada konsentrasi 0,5; 1,5; dan 2 mM menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar. Hubungan konsentrasi dengan ukuran kristal ditampilkan pada Gambar 2.7.

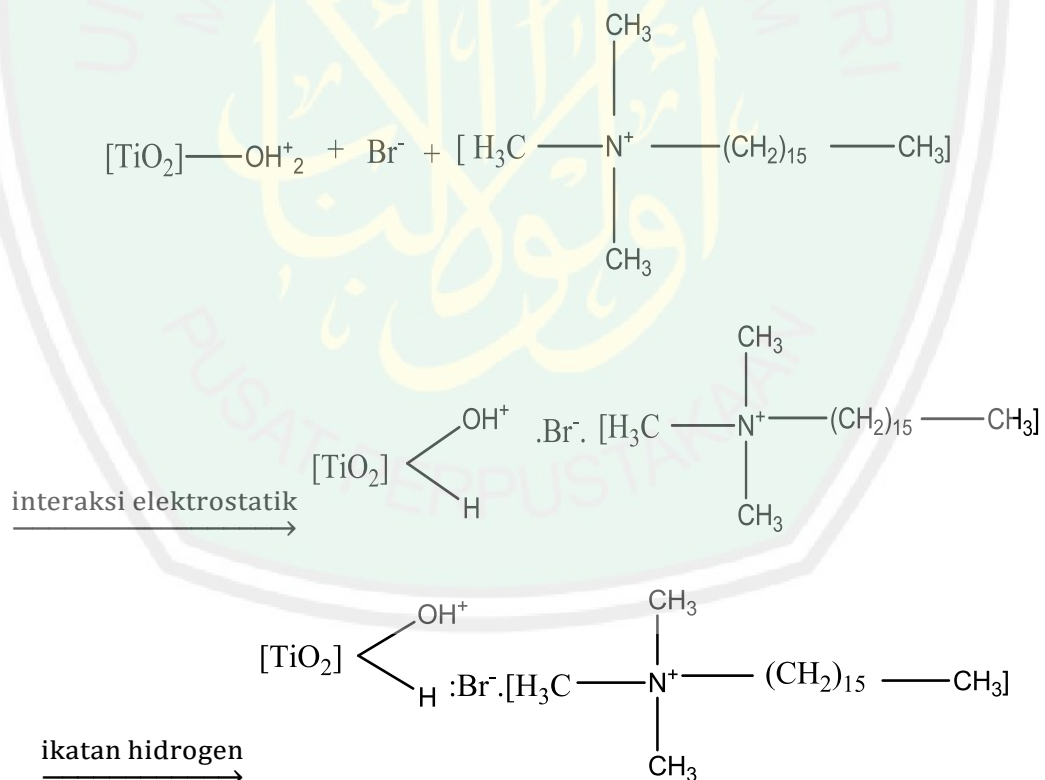


Gambar 2.6 Misel dari surfaktan CTAB (Amirthavalli, dkk., 2017)



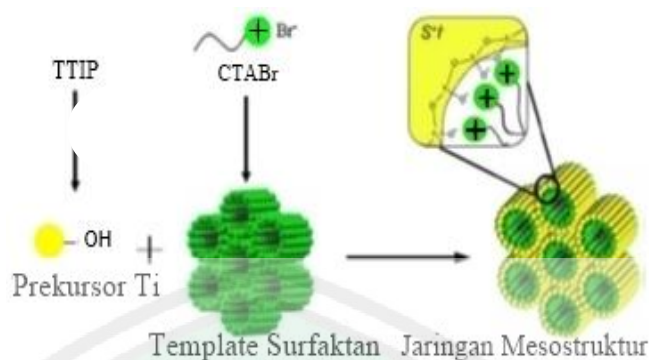
Gambar 2.7 Grafik ukuran kristal vs konsentrasi CTAB (Fahyuan, dkk., 2012)

Qu, dkk. (2010) menyatakan bahwa mekanisme modifikasi  $\text{TiO}_2$  menggunakan CTAB terjadi melalui interaksi elektrostatis atau ikatan hidrogen. Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  memiliki titik isoelektrik (IEP)  $\pm 6,0-6,5$  yang mengakibatkan permukaannya bermuatan positif pada pH lebih rendah dari IEP dan bermuatan negatif pada pH lebih tinggi dari IEP. Oleh karena itu, reaksi  $\text{TiO}_2$  dan CTAB dalam keadaan asam menunjukkan pentingnya peran dari  $\text{Br}^-$ . Material  $\text{TiO}_2$  bermuatan positif dalam keadaan asam sehingga akan mudah berikatan dengan  $\text{Br}^-$  melalui interaksi elektrostatis atau ikatan hidrogen. Reaksi  $\text{TiO}_2$  dan CTAB melalui interaksi elektrostatis atau ikatan hidrogen dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Interaksi elektrostatis atau ikatan hidrogen antara  $\text{TiO}_2$  dan CTAB dalam keadaan asam ( $\text{pH} \leq 4$ ) (Qu, dkk., 2010).



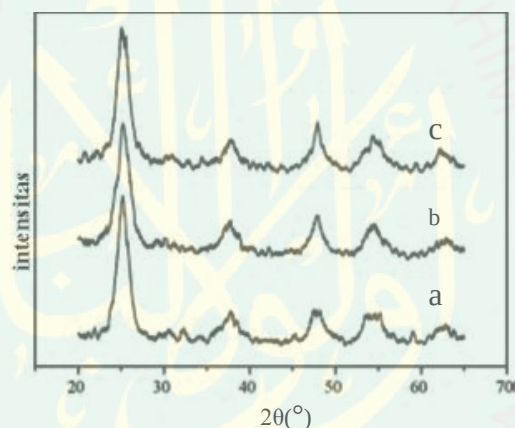


Gambar 2.9 Ilustrasi skematik fabrikasi dari susunan anatase  $\text{TiO}_2$  mesopori (Kao dkk., 2010).

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dalam suasana basa juga telah dilaporkan menggunakan metode sol-hidrotermal, dalam kondisi ini  $\text{TiO}_2$  bermuatan negatif dan berinteraksi dengan surfaktan CTAB bermuatan positif melalui interaksi elektrostatis (Kao, dkk., 2010). Surfaktan CTAB ketika dilarutkan dalam larutan akan mengalami ionisasi sempurna. Interaksi elektrostatis terjadi antara kation  $\text{CTA}^+$  dan anion  $\text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$ , kation  $\text{CTA}^+$  mengalami kondensasi membentuk *aggregate* (kumpulan) dan ion-ion  $\text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$  terhubung pada permukaan *aggregate* melalui kepala surfaktan ( $\text{CTA}^+$ ) membentuk pasangan  $\text{CTA}^+ - \text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$  (Rashad dan Shalan, 2013). Ilustrasi interaksi antara  $\text{TiO}_2$  dan CTAB dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Berdasarkan pemaparan di atas maka diketahui bahwa sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan CTAB dipengaruhi oleh kondisi pH. Abdel-Azim, dkk. (2014) telah melakukan sintesis fotokatalis nanotitania mesopori menggunakan metode sol-gel dengan variasi pH dan surfaktan. Variasi pH yang digunakan yaitu asam (3-4) dan basa (7-9), sedangkan surfaktan yaitu kationik (CTAB), anionik (DBS), dan nonionik (NPE). Hasil menunjukkan bahwa pada kondisi asam dengan adanya surfaktan diperoleh fasa anatase 82-100%, sedangkan pada kondisi basa fasa brookit muncul dan fasa rutil hilang. Penggunaan CTAB pada kondisi

asam diperoleh fasa anatas 100% dan luas area permukaan paling tinggi sebesar  $86,7 \text{ cm}^2/\text{g}$  sehingga aktivitas fotokatalitik juga meningkat (97% setelah 4 jam waktu iradiasi), sedangkan pada kondisi basa terdapat fasa campuran anatas dan brookit dengan luas area permukaan sebesar  $62,11 \text{ cm}^2/\text{g}$  dan aktivitas fotokatalitik 70,5%. Penelitian lain juga telah dilakukan oleh Qu, dkk. (2010) menggunakan metode sol-solvothermal pada sintesis  $\text{TiO}_2$ -CTAB dalam kondisi asam dan basa. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD yang hasilnya ditampilkan pada Gambar 2.10.

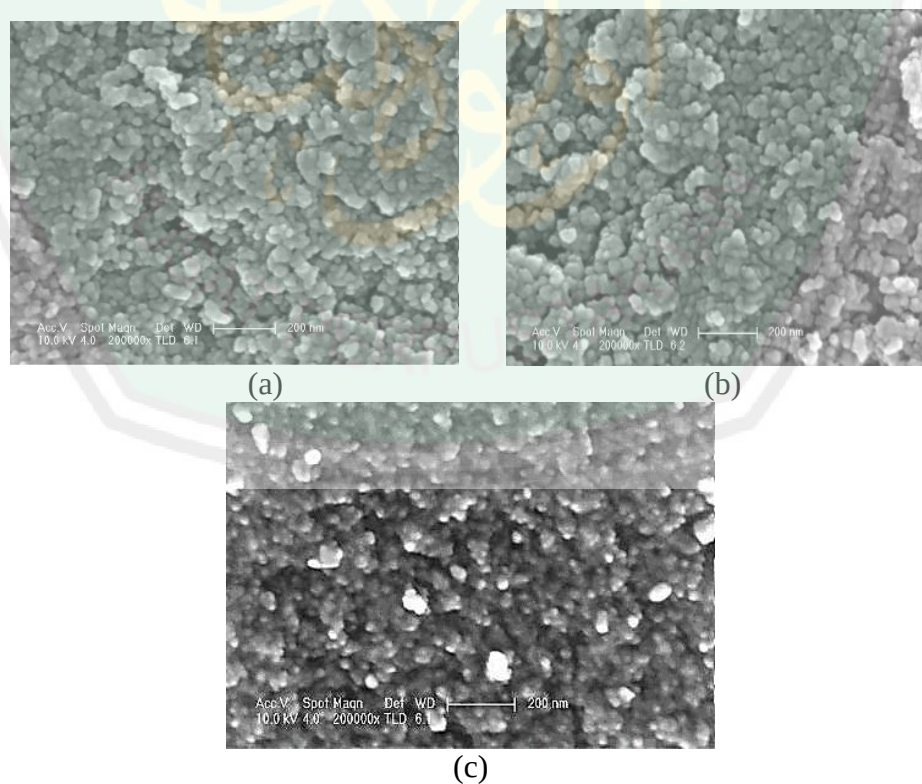


Gambar 2.10 Pola XRD dari  $\text{TiO}_2$  (a) tidak termodifikasi CTAB, (b)  $\text{TiO}_2$ -CTAB pH 2, dan (c)  $\text{TiO}_2$ -CTAB pH 12 menggunakan metode sol-solvothermal (Qu, dkk., 2010).



Gambar 2.11 Rata-rata degradasi senyawa Rhodamin B oleh sampel (a)  $\text{TiO}_2$ , (b)  $\text{TiO}_2$ -CTAB pH 12, (c)  $\text{TiO}_2$ -CTAB pH 2 dan (d)  $\text{TiO}_2$ -Br<sup>-</sup> (Qu, dkk., 2010)

Berdasarkan Gambar 2.10 dapat diketahui bahwa hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  tidak termodifikasi CTAB menunjukkan puncak fasa anatas. Dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  termodifikasi CTAB puncak tidak menunjukkan perubahan atau munculnya puncak baru sehingga dapat disimpulkan bahwa penambahan CTAB tetap menghasilkan fasa anatas murni. Selain itu, hasil uji fotokatalitik ketiga sampel pada degradasi senyawa limbah Rhodamin B (Gambar 2.11) menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  termodifikasi CTAB pH 2 diperoleh nilai degradasi tertinggi dibandingkan  $\text{TiO}_2$ -CTAB pH 12 dan  $\text{TiO}_2$  tidak termodifikasi CTAB, sehingga dapat disimpulkan bahwa dengan metode sol-gel atau sol-solvothermal pada sintesis  $\text{TiO}_2$ -CTAB dalam kondisi asam diperoleh fasa anatas murni dengan luas area permukaan tinggi.



Gambar 2.12 Hasil SEM  $\text{TiO}_2$  yang disintesis menggunakan berbagai jenis surfaktan (a) CTAB, (b) PEG, dan (c) SDS (Vijayalakshmi dan Rajendran, 2010).

Vijayalakshmi dan Rajendran (2010) telah melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan berbagai jenis surfaktan yaitu CTAB, *poly ethylene glycol* (PEG) dan SDS menggunakan metode sol-gel. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan SEM (Gambar 2.12), menunjukkan bahwa hasil sintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dengan berbagai jenis surfaktan memiliki bentuk *spherical* (bulat) dan tersebar merata dengan rata-rata ukuran kristal sekitar 8-20 nm. Pada surfaktan kationik CTAB aglomerasi rendah, tersebar merata dan ukuran partikel seragam disebabkan oleh interaksi elektrostatik antara kation  $\text{CTA}^+$  dan anion  $\text{Ti}(\text{OH})_6^{2-}$ . Pada surfaktan PEG tidak terjadi interaksi elektrostatik akan tetapi interaksi Van Der Waals atau pada suasana asam akan berinteraksi melalui ikatan hydrogen, sedangkan surfaktan SDS tidak menunjukkan perubahan secara nyata pada morfologi.

Wei, dkk. (2018) telah melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan variasi surfaktan menggunakan metode solvothermal. Hasil pengukuran menggunakan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  menunjukkan bahwa BET luas permukaan untuk masing-masing sampel yaitu:  $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$  ( $83,45 \text{ m}^2/\text{g}$ ) >  $\text{TiO}_2\text{-DEA}$  ( $76,31 \text{ m}^2/\text{g}$ ) >  $\text{TiO}_2\text{-SDBS}$  ( $67,64 \text{ m}^2/\text{g}$ ) >  $\text{TiO}_2$  tidak termodifikasi surfaktan ( $49,09 \text{ m}^2/\text{g}$ ) sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 2.2. Surfaktan dalam metode solvothermal berfungsi untuk mencegah pertumbuhan butiran partikel dari  $\text{TiO}_2$  dan mampu meningkatkan penyebaran partikel. Luas permukaan yang tinggi akan menambah sisi aktif permukaan dari material sehingga aktivitas fotokatalitik meningkat.

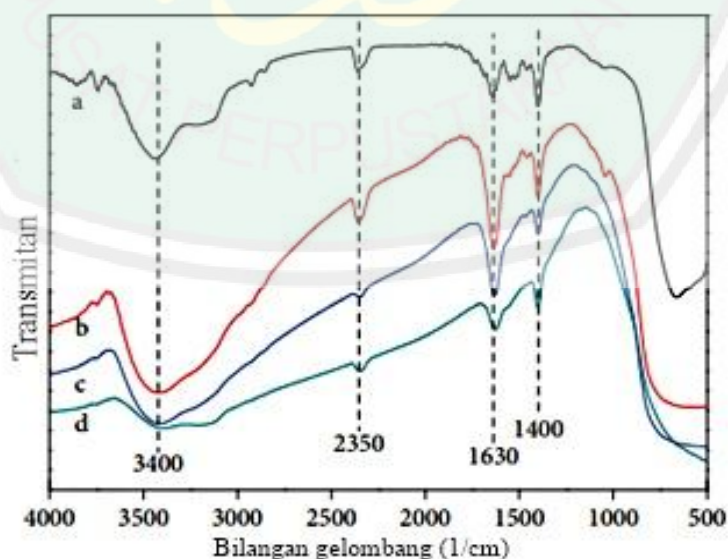
Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Wei, dkk. (2018) dilaporkan bahwa material  $\text{TiO}_2$  memiliki puncak serapan IR pada bilangan gelombang 3400 dan  $1630 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus hidroksil dari air dan  $\text{Ti-OH}$ , sedangkan puncak yang terletak pada bilangan gelombang  $500 \text{ cm}^{-1}$



menunjukkan karakteristik dari Ti-O-Ti. Posisi puncak untuk semua sampel tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan, hal ini mengindikasikan bahwa penambahan surfaktan pada material  $\text{TiO}_2$  dengan metode solvothermal tidak mengubah struktur dari  $\text{TiO}_2$ . Area puncak serapan pada bilangan gelombang 3400 dan  $1630\text{ cm}^{-1}$  secara signifikan meningkat pada sampel  $\text{TiO}_2$ -CTAB yang menunjukkan bahwa penambahan surfaktan CTAB menjadikan permukaan untuk gugus hidroksil material meningkat. Spektra hasil karakterisasi spektroskopi IR ditampilkan pada Gambar 2.13.

Tabel 2.2 Rata-rata ukuran kristal dan BET luas permukaan dari  $\text{TiO}_2$  variasi surfaktan (Wei, dkk., 2018)

| Sampel                        | Rata-rata ukuran Kristal (nm) | BET luas permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) |
|-------------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------|
| $\text{TiO}_2$ non modifikasi | 24,5                          | 49,09                                        |
| $\text{TiO}_2$ -CTAB          | 15,1                          | 83,45                                        |
| $\text{TiO}_2$ -SDBS          | 28,2                          | 67,64                                        |
| $\text{TiO}_2$ -DEA           | 27,2                          | 76,31                                        |



Gambar 2.13 Spektra IR  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan surfaktan yang berbeda yaitu a)  $\text{TiO}_2$  non modifikasi, b)  $\text{TiO}_2$ -CTAB, c)  $\text{TiO}_2$ -SDBS, d)  $\text{TiO}_2$ -DEA (Wei, dkk., 2018)



## 2.5 Sintesis TiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Solvothermal

Sintesis TiO<sub>2</sub> dapat dilakukan dengan beberapa metode, antara lain seperti metode sol-gel (Manseki, dkk., 2003), teknik *sputtering* (Asahi, dkk., 2001), kalsinasi suhu tinggi pada atmosfer yang mengandung nitrogen (Nakamura, dkk., 2004), metode hidrotermal, dan metode solvothermal. Metode hidrotermal dan solvothermal merupakan metode yang lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan metode lainnya. Hal ini dikarenakan hidrotermal dan solvothermal memiliki 2 kelebihan pokok, yaitu 1. Memungkinkan preparasi yang dapat menghasilkan *powder* dengan kemurnian dan luas area permukaan yang tinggi pada satu tahapan tanpa membutuhkan perlakuan lebih untuk menginduksi dan meningkatkan kristalinitas dan 2. Morfologi partikel yang dihasilkan dari metode sintesis solvothermal dapat dikontrol meskipun menggunakan parameter eksperimen yang bervariasi, termasuk tingkat kemurnian prekursor dan konsentrasi yang digunakan, suhu, waktu reaksi, komposisi pelarut, dan agen pemodifikasi pertumbuhan kristal seperti molekul organik polar dan polimer hidrofilik (Canu dan Buscaglia, 2017).

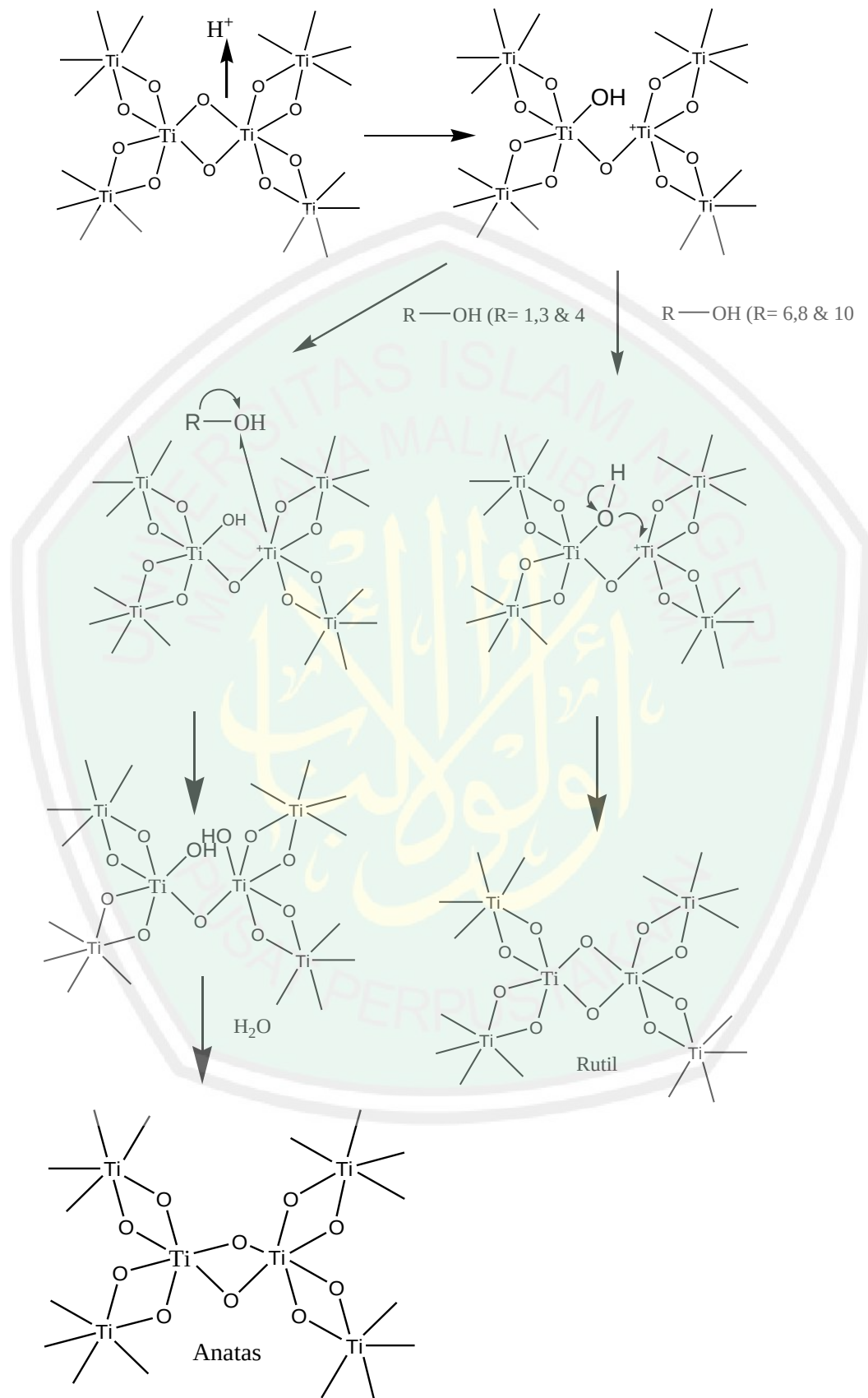
Proses hidrotermal dan solvothermal sangat identik, kecuali pada jenis pelarut yang digunakan. Proses ini disebut proses hidrotermal ketika menggunakan air sebagai pelarut, sedangkan disebut sebagai proses solvothermal ketika menggunakan pelarut organik (Li, dkk., 2015). Namun, metode solvothermal lebih banyak digunakan karena metode ini menggunakan pelarut nonpolar sehingga suhu yang dibutuhkan untuk sintesis jauh lebih rendah dibandingkan dengan metode hidrotermal yang menggunakan air sebagai pelarutnya (Lee, dkk., 2005).

Sintesis solvothermal secara normal dilakukan di dalam bejana baja bertekanan yang disebut autoklaf dengan teflon liner dibawah kontrol suhu dan tekanan menyebabkan reaksi dapat terjadi di dalam larutan. Suhu dapat dinaikkan hingga di atas titik didih pelarut sampai mencapai tekanan uap jenuh. Sejumlah larutan ditambahkan ke dalam autoklaf kemudian dipanaskan sehingga diperoleh tekanan internal dalam proses sintesis. Penelitian menggunakan metode solvothermal telah banyak dilakukan untuk mensintesis nanopartikel  $\text{TiO}_2$  mesopori (Ismail dan Bahnemann, 2011).

Beberapa peneliti menyatakan bahwa sintesis partikel  $\text{TiO}_2$  dengan metode solvothermal dipengaruhi oleh beberapa parameter seperti suhu, waktu eksperimen, tipe pelarut, dan pH (Gupta dan Tripathi, 2012). Wahi, dkk. (2006) melaporkan tentang sintesis  $\text{TiO}_2$  anatas dengan luas area permukaan tinggi yaitu  $\pm 250 \text{ m}^2/\text{g}$  menggunakan metode solvothermal dengan pelarut etanol. Suhu yang digunakan adalah suhu antara  $140\text{-}300^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Nilai ukuran butir dan luas area permukaan dari  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu dirangkum pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Ukuran butir dan luas area permukaan dari  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu (Wahi, dkk., 2006)

| Suhu ( $^\circ\text{C}$ ) | Ukuran butir (nm) | Luas area permukaan ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) |
|---------------------------|-------------------|-----------------------------------------------|
| 140                       | 5,35              | $250,6 \pm 3,4$                               |
| 150                       | 6,69              | $160,7 \pm 0,7$                               |
| 200                       | 7,72              | -                                             |
| 220                       | 8,85              | $127,7 \pm 0,7$                               |
| 250                       | 8,81              | $123,1 \pm 0,9$                               |
| 275                       | 16,70             | -                                             |
| 300                       | 16,17             | $60,8 \pm 1,5$                                |
| 335                       | 19,97             | $55,0 \pm 0,9$                                |
| Degussa P25               | 21                | $50 \pm 15$                                   |
| Altair TiNano             | 30-50             | $50 \pm 10$                                   |

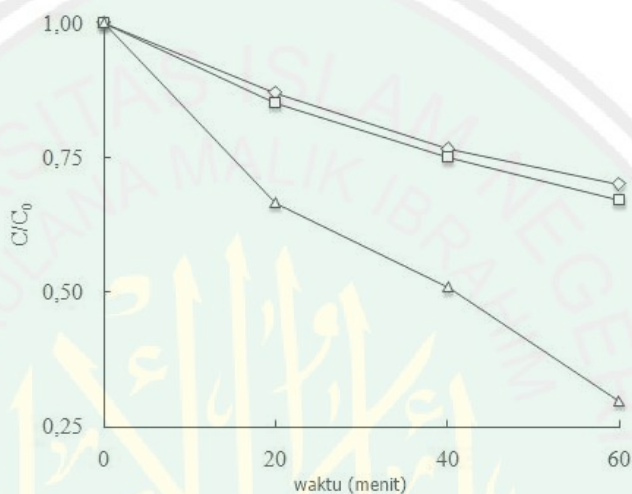


Gambar 2.14 Mekanisme pembentukan fasa anatase dan rutile dengan variasi panjang rantai pelarut alkohol (Stride dan Tuong, 2010).

Komposisi pelarut berpengaruh terhadap ukuran dan bentuk partikel (Canu dan Buscaglia, 2017). Rantai hidrokarbon dari alkohol yang digunakan sebagai pelarut dalam metode solvothermal berpengaruh terhadap rata-rata ukuran kristal, yaitu pada pelarut metanol sebesar 6,45 nm dan semakin bertambah sampai 16,7 nm pada dekanol. Hal ini disebabkan oleh fungsi pelarut dalam membatasi proses difusi nukleasi dari partikel Ti-O, sehingga mampu mencegah pertumbuhan partikel menuju ukuran lebih besar pada pelarut alkohol berantai pendek. Selain itu, pelarut rantai panjang juga memberikan hasil sintesis fasa rutil, sedangkan rantai pendek membentuk fasa anatas. Reaksi pembentukan fasa rutil dan anatas akibat panjang rantai dari pelarut alkohol ditunjukkan pada Gambar 2.14 (Stride dan Tuong, 2010).

Lopez, dkk. (2011) telah melakukan penelitian tentang faktor-faktor yang berpengaruh dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode solvothermal, salah satunya yaitu pengaruh jenis alkohol yang digunakan sebagai pelarut. Jenis alkohol yang digunakan yaitu metanol, etanol, dan isopropanol dengan nilai BET 84, 95, dan  $160 \text{ m}^2/\text{g}$ , secara berturut-turut. Nilai BET tinggi pada isopropanol disebabkan oleh strukturnya yang bercabang. Area permukaan tinggi menyebabkan area permukaan  $\text{TiO}_2$  untuk adsorpsi foton meningkat dan kemungkinan untuk memisahkan pasangan *electron-hole* tinggi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa pelarut dengan rantai bercabang dapat meningkatkan area permukaan selama proses sintesis dengan metode solvothermal. Uji aktivitas fotokatalitik terhadap senyawa Oranye II ditunjukkan Gambar 2.15. Gambar menunjukkan bahwa pada proses degradasi limbah, senyawa  $\text{TiO}_2$  yang disintesis dengan pelarut isopropanol menggunakan metode solvothermal memiliki aktivitas fotokatalitik

paling tinggi. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa suhu dan jenis pelarut berpengaruh dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode solvothermal, sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  termodifikasi CTAB menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu 150, 175, 200, dan 225°C.



Gambar 2.15 Pengaruh tipe alkohol yang digunakan dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  pada degradasi fotokatalitik Oranye II (◇) metanol, (□) etanol, dan (Δ) isopropanol (Lopez, dkk., 2011).



## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2018 - Januari 2019 di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Analisis XRD dan BET luas permukaan dilakukan di Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), analisis SEM-EDX di Laboratorium Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang, analisis FTIR di Laboratorium Jurusan Kimia Universitas Maulana Malik Ibrahim Malang, dan pengukuran spektroskopi Raman di Prodi Kimia Institut Teknologi Bandung.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu *beaker glass* 250 ml, labu ukur 100 ml, botol semprot, *magnetic stirrer*, oven, spatula, pipet tetes, *hot plate*, neraca analitik, gelas arloji, *ultrasonic cleaner* (Branson Ultrasonics model B3510-MT), botol hidrotermal, Teknik difraksi sinar-X (XRD, Rigaku Co. Model DMax), spektroskopi inframerah (IR), spektroskopi Raman, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX), dan Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET).

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Titanium (IV) Isopropoksida (TTIP) (Sigma-Aldrich 97%), CTAB [ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{N}(\text{Br})(\text{CH}_3)_3$ ] 1 mM, isopropanol *p.a*,  $\text{CH}_3\text{COOH}$  *p.a*, dan akuades.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap yaitu:

1. Sintesis: Proses sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan CTAB 1 mM menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu 150, 175, 200, dan 225°C.
2. Karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan CTAB dengan variasi suhu menggunakan XRD, spektroskopi IR, spektroskopi Raman, SEM-EDX, dan Metode BET.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Sintesis $\text{TiO}_2$ pada Penambahan Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Solvothermal dengan Variasi Suhu

Sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan CTAB menggunakan TTIP sebagai prekursor  $\text{TiO}_2$  dengan metode solvothermal. Variasi suhu yang digunakan yaitu 150, 175, 200, dan 225°C. Sintesis fotokatalis dilakukan dengan cara menyiapkan *beaker glass* 250 mL. Kemudian dibuat larutan CTAB 1 mM dengan cara melarutkan 0,0182 gr CTAB didalam 50 mL larutan isopropanol dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Selama proses pengadukan, larutan TTIP ditambahkan tetes per tetes sebanyak 10 mL kedalam larutan. Selanjutnya ditambahkan asam asetat glasial sampai dengan pH 1.

Larutan yang diperoleh selanjutnya disonikasi selama 5 menit dan dilakukan proses solvothermal pada suhu 150, 175, 200, dan 225°C selama 12 jam. Hasil solvothermal dicuci dengan isopropanol sebanyak 2-3 kali kemudian dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam. Sampel TiO<sub>2</sub>-CTAB yang telah disintesis disebut TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C, TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C, TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C, dan TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C berturut-turut untuk suhu sintesis 150, 175, 200, dan 225°C.

### 3.4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis

Karakterisasi bertujuan untuk memperoleh data-data tentang struktur, modulus vibrasi, morfologi, dan luas permukaan dari material fotokatalis. Karakterisasi yang dilakukan yaitu menggunakan alat XRD, spektroskopi FTIR, spektroskopi Raman, SEM-EDX, dan BET.

#### 3.4.2.1 Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui perubahan struktur dan ukuran kristal setiap fasa karena adanya pengaruh penambahan surfaktan CTAB pada berbagai variasi suhu solvothermal. Karakterisasi dilakukan menggunakan monokromator sinar X radiasi Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 0,15418$  nm). Sampel yang sudah halus diletakkan pada *sample holder* kemudian disinari sinar-X pada sudut  $2\theta$  (°) = 20-80.

#### 3.4.2.2 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR)

Karakterisasi menggunakan spektroskopi IR bertujuan untuk mempelajari gugus fungsi dan mengkonfirmasi adanya surfaktan yang terdapat pada

permukaan material. Sampel dibuat transparan dengan bantuan tambahan KBr dan setelah itu dipelet, selanjutnya sampel diletakkan pada *sample holder* dan dilakukan pengukuran pada rentang daerah bilangan gelombang 400-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 3.4.2.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas  $\text{TiO}_2$ -CTAB. Karakterisasi menggunakan sumber sinar laser dengan panjang gelombang 532 nm pada rentang bilangan gelombang pengukuran antara 50-3200  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 3.4.2.4 Karakterisasi Menggunakan *Scanning Electron Microscope–Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX)

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi (permukaan) suatu material serta mengetahui komposisi masing-masing unsur dalam sampel hasil sintesis. Sampel yang sudah halus diletakkan pada *sample holder* dan dilakukan pengamatan dengan perbesaran 20.000-100.000 kali.

#### 3.4.2.5 Karakterisasi Menggunakan Metode *Brunauer-Emmett-Teller* (BET)

Karakterisasi menggunakan BET bertujuan untuk mengukur luas permukaan material. Pengukuran dilakukan menggunakan instrumen BET yang didasarkan pada proses adsorpsi isoterm gas nitrogen. Pengukuran BET didasarkan pada fisisorpsi gas  $\text{N}_2$  pada permukaan padatan berpori. Penentuan luas permukaan total dari material dilakukan melalui penentuan banyaknya gas yang dibutuhkan untuk menutup seluruh permukaan material (Satterfiel, 1991). Sebanyak 10 mg sampel ditempatkan pada pres dan dimasukkan ke dalam tempat

sampel. Sampel diberi perlakuan dengan gas nitrogen pada suhu 200°C selama 1 jam dan didinginkan untuk proses adsorpsi-desorpsi nitrogen.

### 3.4.3 Analisis Data

1. Struktur dan sistem kristal dari sampel dapat diketahui dengan membandingkan difraktogram XRD yang dihasilkan dari proses sintesis dengan difraktogram standar pada *inorganic crystal structure database* (ICSD) TiO<sub>2</sub> No. 9852 untuk fasa anatas, No. 9161 fasa rutil, dan No. 36410 fasa brookit. Kemudian analisis dilakukan secara *refinement* menggunakan program *rietica* metode Le Bail untuk mengetahui derajat kecocokan difraktogram hasil sintesis dengan hasil kalkulasi untuk memperoleh informasi data kristalografi. Berdasarkan lebar setengah puncak (FWHM) difraktogram yang diperoleh dari hasil XRD, maka ukuran kristal TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditampilkan pada persamaan 3.1 (Abdullah, 2009).

$$L = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3. 1)$$

dengan  $L$  adalah ukuran kristal,  $k$  adalah konstanta sebesar 0,9 dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sumber sinar-X, dan  $\beta$  adalah FWHM (dalam satuan radian). Nilai yang digunakan dalam hal ini adalah nilai puncak maksimum yang dimiliki puncak anatas pada orientasi bidang (101).

2. Hasil karakterisasi SEM berupa mikrograf dan untuk menghitung diameter butir digunakan *software image-J*. Hasil uji EDX dianalisis berdasarkan karakterisasi puncak sampel. Puncak yang muncul menjelaskan tentang jenis dan kuantitas dari unsur-unsur pada sampel.



3. Hasil karakterisasi IR berupa data transmitan dan nilai bilangan gelombang. Data yang diperoleh selanjutnya diolah menggunakan *software Origin* dan menghasilkan spektra IR dari sampel.



## BAB IV

### PEMBAHASAN

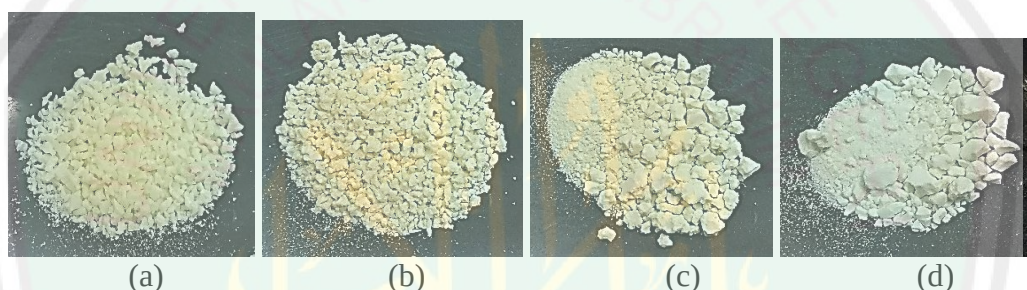
Dalam penelitian ini dilakukan (a) sintesis fotokalis  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan CTAB menggunakan metode solvothermal dengan variasi suhu 150, 175, 200, dan 225°C, (b) karakterisasi sampel hasil sintesis dengan menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi struktur fasa, spektroskopi IR untuk mengidentifikasi modus vibrasi IR, spektroskopi Raman untuk mengidentifikasi modus vibrasi Raman, SEM-EDX untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur, dan BET untuk mengetahui luas permukaan sampel hasil sintesis.

#### 4.1 Sintesis $\text{TiO}_2$ Termodifikasi CTAB Menggunakan Metode Solvothermal

Sintesis  $\text{TiO}_2$  telah dilakukan menggunakan metode solvothermal dengan penambahan surfaktan CTAB sebagai agen pengarah struktur. Proses sintesis dilakukan dengan melarutkan surfaktan CTAB ke dalam isopropanol, kemudian ditambahkan Titanium (IV) Isopropoksida (TTIP) sebagai prekursor. Setelah itu, ditambahkan asam asetat yang berfungsi untuk memberikan kondisi asam.  $\text{TiO}_2$  dalam kondisi asam memiliki muatan positif sehingga ketika bereaksi dengan CTAB,  $\text{TiO}_2$  akan berikatan dengan  $\text{Br}^-$  melalui interaksi elektrostatik atau ikatan hidrogen.

Variasi suhu solvothermal yang digunakan dalam sintesis memberikan perbedaan pada hasil sintesis. Material (a)  $\text{TiO}_2$ -150°C dan (b)  $\text{TiO}_2$ -175°C setelah

dilakukan proses solvotermal berupa gel berwarna putih sedangkan (c)  $\text{TiO}_2$ -200°C dan (d)  $\text{TiO}_2$ -225°C berupa endapan bubuk berwarna putih. Proses pengeringan juga memberikan hasil yang berbeda untuk masing-masing sampel yang ditampilkan pada Gambar 4.1. Material  $\text{TiO}_2$ -150°C,  $\text{TiO}_2$ -175°C, dan  $\text{TiO}_2$ -200°C memiliki warna putih kekuningan, sedangkan material  $\text{TiO}_2$ -225°C berwarna putih. Perbedaan warna menunjukkan adanya pengaruh kondisi suhu sintesis terhadap hasil yang diperoleh.



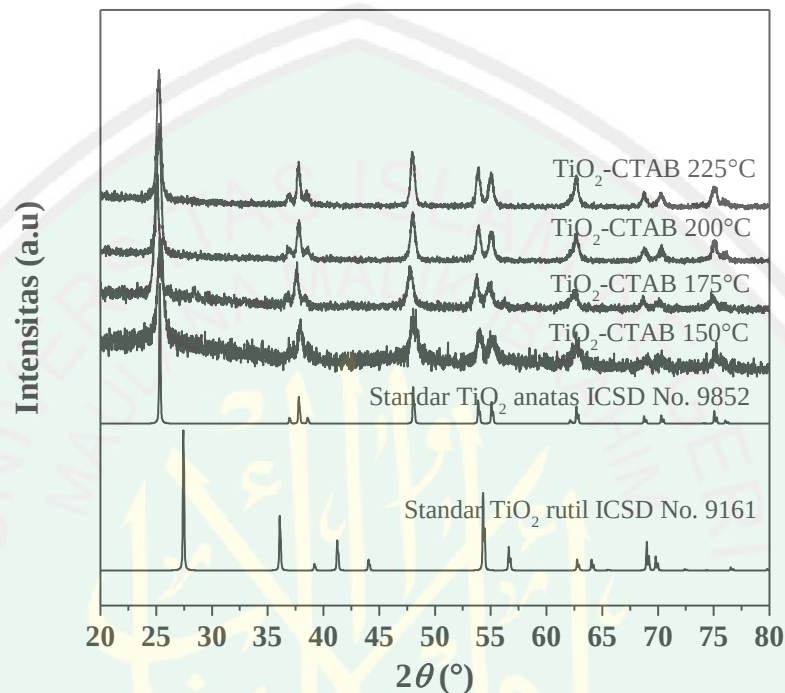
Gambar 4.1 Sampel hasil sintesis menggunakan metode solvotermal dengan variasi suhu (a) 150, (b) 175, (c) 200, dan (d) 225°C

## 4.2 Karakterisasi Hasil Sintesis Material $\text{TiO}_2$ -CTAB

### 4.2.1 Karakterisasi Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur fasa dan ukuran kristal sampel  $\text{TiO}_2$ -CTAB yang terbentuk. Difraktogram hasil XRD dari  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu ditampilkan pada Gambar 4.2. Difraktogram hasil karakterisasi XRD dibandingkan dengan data standar pada data standar ICSD. Data standar yang digunakan adalah ICSD No. 9852 untuk  $\text{TiO}_2$  anatas dan ICSD No. 9161 untuk  $\text{TiO}_2$  fasa rutil. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa pola difraksi hasil sintesis sesuai dengan struktur  $\text{TiO}_2$  fasa anatas dan tidak ditemukan fasa rutil ataupun pengotor. Berdasarkan hasil

difraktogram juga diketahui bahwa variasi suhu sintesis 150, 175, 200, dan 225°C tidak menyebabkan perubahan fasa dari  $\text{TiO}_2$  anatase menjadi fasa rutil.

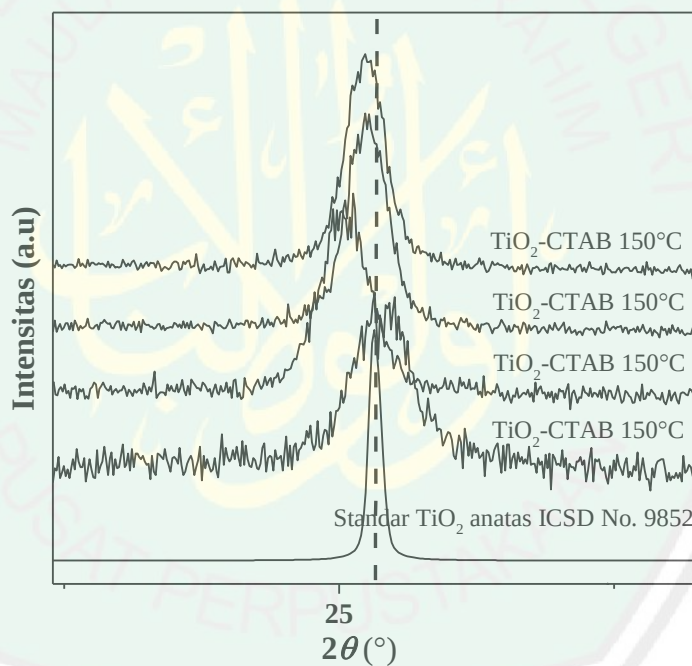


Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu.

Perbandingan puncak difraksi pada puncak khas  $\text{TiO}_2$  anatase dengan intensitas tertinggi ( $2\theta = 25^\circ$ ) ditampilkan pada Gambar 4.3 dan menunjukkan adanya pergeseran puncak pada sampel  $\text{TiO}_2$ -CTAB 175 °C . Beberapa faktor yang dapat menyebabkan pergeseran puncak yaitu perubahan komposisi stoikiometrik karena adanya *doping* (Seta, dkk., 2016), pengaruh suhu (Habib, dkk., 2011), perubahan mikrostruktur (Zalilah dan Mahmoodian, 2017). Pergeseran  $2\theta$  yang diperoleh pada hasil difraksi dalam penelitian ini diprediksikan karena faktor variasi suhu solvothermal sehingga mempengaruhi ukuran kristal yang diperoleh. Santara, dkk. (2014) melaporkan hasil penelitian

pada sintesis  $\text{TiO}_2$  menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu, semakin tinggi suhu menyebabkan puncak difraksi bergeser ke  $2\theta$  yang lebih kecil, hal ini disebabkan karena adanya ketegangan kisi yang terjadi pada ukuran kristal.

Ukuran kristal dapat diketahui melalui data difraktogram XRD yaitu dari lebar puncak menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*. Contoh perhitungan ditampilkan pada Lampiran 4. Data ukuran kristal dirangkum pada Tabel 4.1.

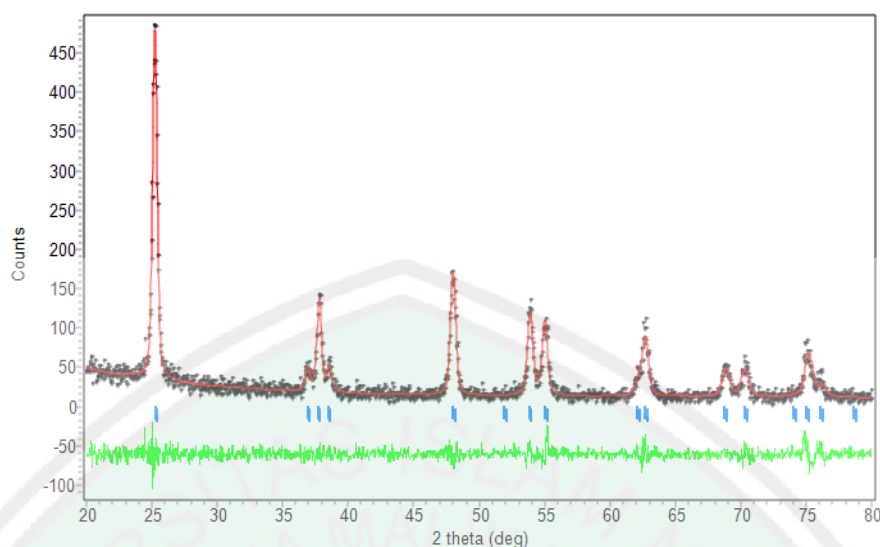


Gambar 4.3 Difraktogram hasil perbesaran pada puncak tertinggi

Tabel 4.1 Ukuran kristal material  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu

| Material                   | Ukuran kristal (nm) |
|----------------------------|---------------------|
| $\text{TiO}_2$ -CTAB 150°C | 14,569              |
| $\text{TiO}_2$ -CTAB 175°C | 59,403              |
| $\text{TiO}_2$ -CTAB 200°C | 79,034              |
| $\text{TiO}_2$ -CTAB 225°C | 23,692              |





Gambar 4.4 Hasil proses *refinement* terhadap difraktogram  $\text{TiO}_2$

Pada tahap selanjutnya dilakukan proses *refinement* menggunakan program *Rietica* dengan metode Le Bail untuk memperoleh data kristalografi. Data yang digunakan dalam proses *refinement* adalah ICSD No. 9852 untuk standar  $\text{TiO}_2$  anatas yaitu dengan grup ruang  $I4_1/amd$ , nilai unit asimetric ( $Z$ ) = 4, dan parameter kisi  $a = 3.7842(13)$ ,  $b = 3.7842(13)$ , dan  $c = 9.5146(15)$ . Contoh proses *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.4, sedangkan proses *refinement* yang lain ditampilkan pada Lampiran 5. Data kristalografi yang diperoleh dirangkum pada Tabel 4.2

Berdasarkan hasil *refinement* diperoleh nilai  $R_p$  dan  $R_{wp}$  yang menunjukkan kecocokkan  $\text{TiO}_2$  sintesis dengan standar anatas. Menurut Andrieux, dkk. (2018), masing-masing nilai  $R_p$  dan  $R_{wp}$  yang diterima yaitu <15% dan <20%. Nilai parameter kisi dan volume sel tidak mengalami perubahan yang signifikan namun dapat diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$ -CTAB 175°C memiliki parameter kisi yang paling rendah.

Tabel 4.2 Data kristalografi  $\text{TiO}_2$  yang diperoleh dari proses *refinement* menggunakan metode Le Bail

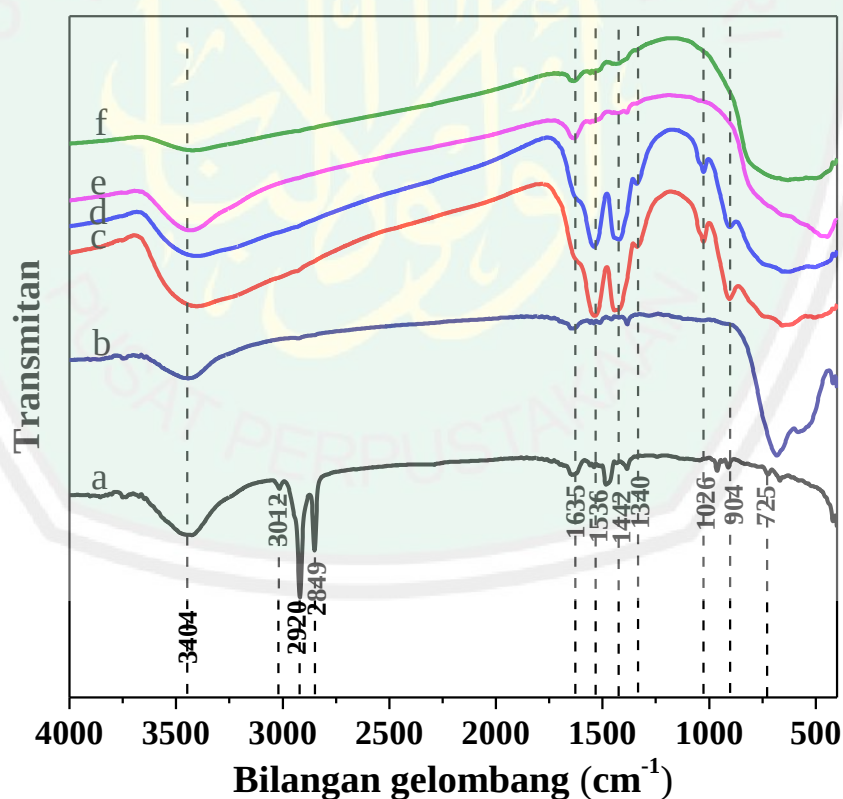
| Parameter                       | $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$<br>150°C | $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$<br>175°C | $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$<br>200°C | $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$<br>225°C |
|---------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Grup Ruang                      | $I4_1/amd$                          | $I4_1/amd$                          | $I4_1/amd$                          | $I4_1/amd$                          |
| Kisi Kristal                    | Tetragonal                          | Tetragonal                          | Tetragonal                          | Tetragonal                          |
| Unit                            | 4                                   | 4                                   | 4                                   | 4                                   |
| Asimetrik (Z)                   |                                     |                                     |                                     |                                     |
| $a=b$ (Å)                       | 3,7841(2)                           | 3,776(0)                            | 3,7866(7)                           | 3,7843(0)                           |
| $c$ (Å)                         | 9,5019(6)                           | 9,486(0)                            | 9,5261(2)                           | 9,5169(1)                           |
| Volume Sel<br>(Å <sup>3</sup> ) | 136,0613                            | 135,2531                            | 136,5863                            | 136,2908                            |
| $R_p$ (%)                       | 13,95                               | 13,17                               | 14,43                               | 14,90                               |
| $R_{wp}$ (%)                    | 13,54                               | 11,63                               | 9,95                                | 10,16                               |
| $GoF$ ( $\chi^2$ )              | 0,385                               | 0,116                               | 0,297                               | 0,289                               |

Berdasarkan hasil analisis XRD dapat disimpulkan bahwa semua sampel hasil sintesis memiliki struktur fasa anatas dengan grup ruang  $I4_1/amd$ . Perbesaran pada puncak dengan intensitas tertinggi diperoleh adanya pergeseran puncak pada suhu 175°C yang disebabkan karena adanya ketegangan kisi pada ukuran kristal. Adapun ukuran kristal yang diperoleh dari hasil perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer menunjukkan bahwa ukuran kristal yang paling kecil diperoleh oleh  $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$  150°C.

#### 4.2.2 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR)

Karakterisasi menggunakan spektroskopi IR berfungsi untuk mendeteksi modus vibrasi IR yang berhubungan dengan struktur lokal senyawa. Pengukuran ini dilakukan pada rentang 400-4000  $\text{cm}^{-1}$ . Spektra IR senyawa  $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$  ditampilkan pada Gambar 4.5 dan identifikasi jenis vibrasi IR dirangkum pada Tabel 4.3. Berdasarkan spektra IR yang diperoleh dapat diketahui bahwa senyawa

TiO<sub>2</sub> telah terbentuk dengan ditemukan modus vibrasi khas Ti-O pada bilangan gelombang 400-800 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi ulur Ti-O anatas. Keberadaan pengotor yang merupakan sisa dari prekursor juga teridentifikasi pada modus vibrasi IR dengan bilangan gelombang 3404 dan 1635 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi ulur dan tekuk gugus O-H yang mengindikasikan adanya air yang terserap pada permukaan material TiO<sub>2</sub> (Wei, dkk., 2018), 1536 dan 904 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi tekuk CH<sub>3</sub> asimetrik dan puncak khas CTAB, 1442 dan 1340 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur C-N dan tekuk C-H dari CTAB, dan 1026 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur C-O dari asam asetat.



Gambar 4.5 Spektra IR material (a) CTAB (Merck), (b) TiO<sub>2</sub> anatas (sigma aldrich), (c) TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C, (d) TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C, (e) TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C, dan (f) TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C.

Tabel 4.3 Identifikasi modus vibrasi IR pada material TiO<sub>2</sub>-CTAB

| Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) TiO <sub>2</sub> -CTAB | Modus vibrasi                                                                                                                           |
|---------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 400-800                                                       | Vibrasi ulur Ti-O anatas <sup>1</sup>                                                                                                   |
| 600-1000 (725, 904, 961)                                      | Puncak khas CTAB (vibrasi ulur amina tersier (RN(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> <sup>+</sup> ) dan tekuk CH <sub>2</sub> ) <sup>5</sup> |
| 1026                                                          | Vibrasi ulur C-O <sup>6</sup>                                                                                                           |
| 1340                                                          | Vibrasi tekuk C-H <sup>3</sup>                                                                                                          |
| 1442                                                          | Vibrasi ulur C-N <sup>5</sup>                                                                                                           |
| 1536                                                          | Vibrasi tekuk CH <sub>3</sub> asimetrik <sup>8</sup>                                                                                    |
| 1635                                                          | Vibrasi tekuk O-H <sup>7</sup>                                                                                                          |
| 2849                                                          | Vibrasi ulur CH <sub>2</sub> asimetrik <sup>2,4,5,7</sup>                                                                               |
| 2920                                                          | Vibrasi ulur CH <sub>2</sub> simetrik <sup>4,7</sup>                                                                                    |
| 3012                                                          | Vibrasi ulur gugus amina sekunder <sup>5</sup>                                                                                          |
| 3331                                                          | Vibrasi ulur NH <sup>5</sup>                                                                                                            |
| 3404                                                          | Vibrasi ulur O-H <sup>2</sup>                                                                                                           |

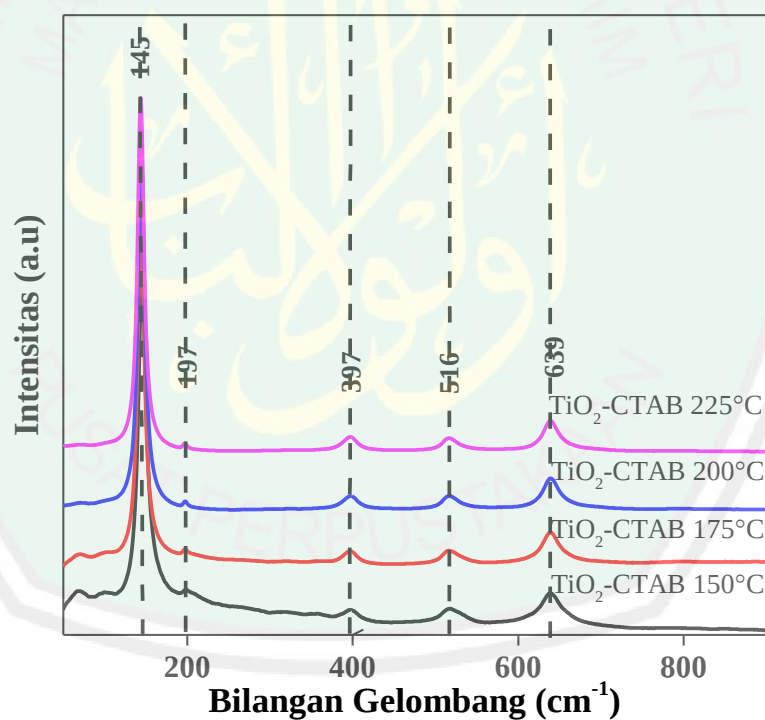
<sup>1</sup>Collazzo, dkk. (2011), <sup>2</sup>Rahim, dkk. (2012), <sup>3</sup>Vishwanath, dkk. (2017), <sup>4</sup>Selvi, dkk. (2018), <sup>5</sup>Nithiyanantham, dkk. (2015), <sup>6</sup>Leon, dkk. (2017), <sup>7</sup>Qu, dkk. (2010) dan <sup>8</sup>Sanjay, dkk. (2017)

Berdasarkan spektra IR di atas dapat diketahui adanya penurunan intensitas pada puncak-puncak pengotor dengan adanya peningkatan suhu solvotermal. Pada suhu sintesis 150 dan 175°C puncak-puncak pengotor memiliki intensitas yang cukup kuat, sedangkan ketika suhu dinaikkan menjadi 200 dan 225°C intensitas puncak-puncak ini melemah. Oleh karena itu, variasi suhu solvotermal menunjukkan adanya pengaruh terhadap hasil spektra IR yang diperoleh.

#### 4.2.3 Karakterisasi Menggunakan Spektroskopi Raman

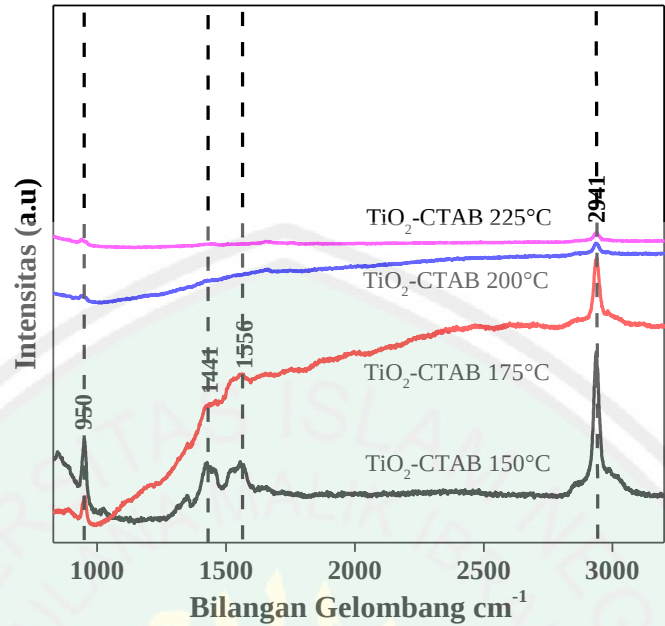
Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi aktif Raman pada TiO<sub>2</sub>-CTAB. Spektra Raman senyawa TiO<sub>2</sub>-CTAB ditampilkan pada Gambar 4.6 dan 4.7. Berdasarkan hasil

spektra Raman pada Gambar 4.6 diperoleh bahwa senyawa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk merupakan fasa anatas yang ditunjukkan dengan keberadaan modulus vibrasi Raman pada bilangan gelombang 145, 197, 397, 516, dan 639  $\text{cm}^{-1}$ . Adapun hasil spektra Raman pada Gambar 4.7 menunjukkan adanya beberapa puncak sisa prekursor yaitu pada bilangan gelombang 950, 1441, 1556, dan 2941  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan modulus vibrasi tekuk (*rock*)  $\text{CH}_2$ , tekuk  $\text{CH}_2$ , vibrasi  $\text{C}=\text{N}$ , dan ulur simetri  $\text{CH}_3$  dari  $-\text{N}^+(\text{CH}_3)_3$  yang berasal dari senyawa CTAB (Joseph, dkk., 2017). Identifikasi modulus vibrasi Raman dirangkum pada Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Spektra Raman  $\text{TiO}_2$ -CTAB pada variasi suhu





Gambar 4.7 Hasil perbesaran pada rentang bilangan gelombang 830-3200  $\text{cm}^{-1}$

Tabel 4.4 Identifikasi modus vibrasi Raman material  $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$

| Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) $\text{TiO}_2\text{-CTAB}$ | Modus vibrasi                                 |
|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| 144                                                                | $E_g^1$                                       |
| 197                                                                | $E_g^1$                                       |
| 399                                                                | $B_{1g}^1$                                    |
| 516                                                                | $A_{1g}^1$                                    |
| 639                                                                | $E_g^1$                                       |
| 950                                                                | Vibrasi tekuk ( <i>rock</i> ) $\text{CH}_2^3$ |
| 1441                                                               | Vibrasi tekuk $\text{CH}_2^3$                 |
| 1556                                                               | Vibrasi $\text{C}=\text{N}^2$                 |
| 2941                                                               | Vibrasi ulur asimetrik $\text{CH}_3^3$        |

<sup>1</sup>Ohsaka, dkk. (1978), <sup>2</sup>Joseph, dkk. (2017) dan <sup>3</sup>Duan, dkk. (2016)<sup>3</sup>)

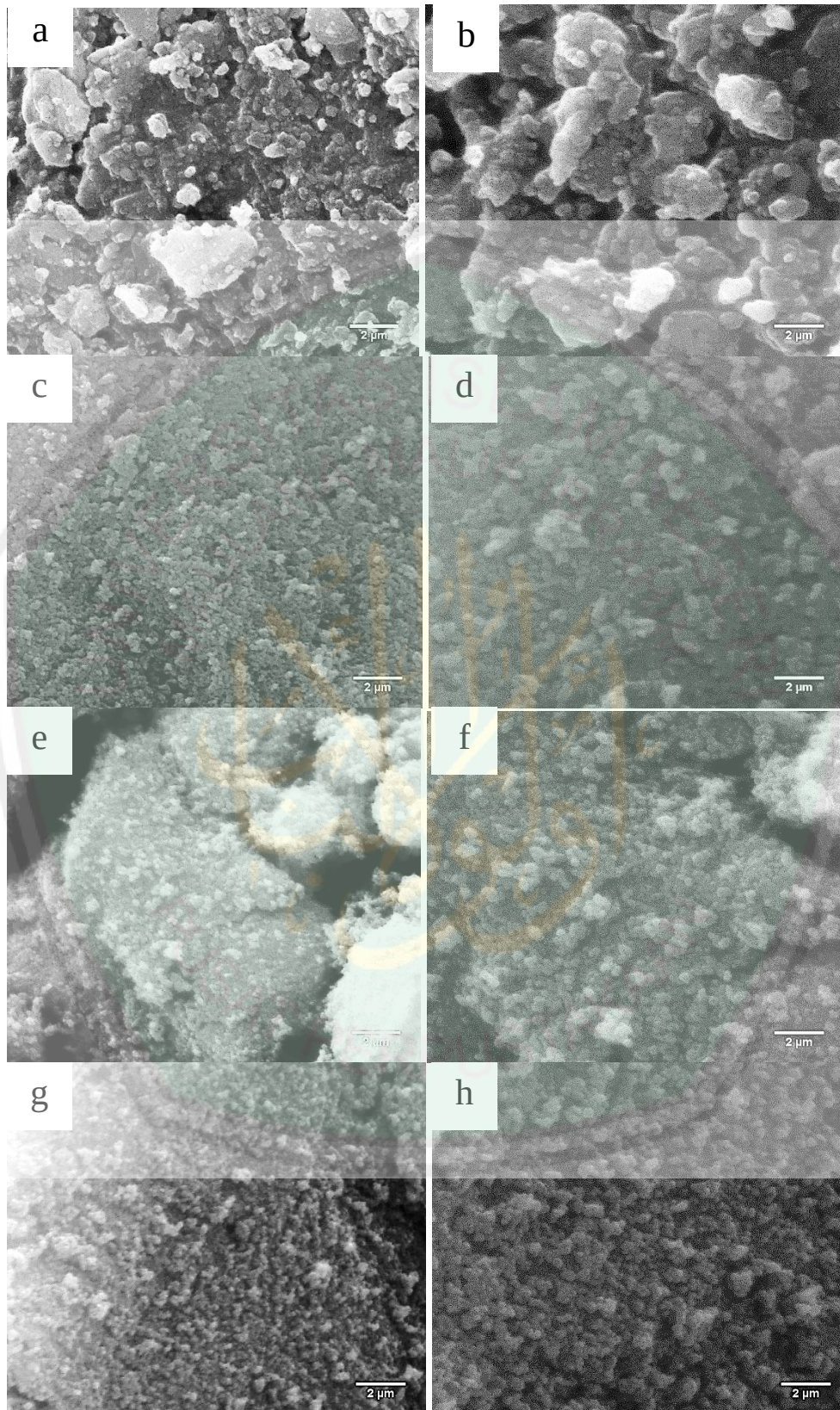
Berdasarkan spektra Raman pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa sampel  $\text{TiO}_2$  anatas telah berhasil terbentuk. Adapun Gambar 4.7 menunjukkan semakin tinggi suhu menunjukkan adanya penurunan intensitas pada puncak-puncak pengotor. Pada suhu sintesis 150 dan 175°C puncak-puncak pengotor memiliki intensitas yang cukup tinggi, sedangkan ketika suhu dinaikkan menjadi 200 dan 225°C intensitas puncak-puncak ini menurun. Hal ini sesuai dengan data yang

diperoleh dari data IR. Oleh karena itu, variasi suhu solvothermal menunjukkan adanya pengaruh terhadap hasil spektra Raman yang diperoleh.

#### **4.2.4 Karakterisasi Morfologi TiO<sub>2</sub>-CTAB pada Variasi Suhu Solvothermal Menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX)**

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan komposisi unsur dalam material hasil sintesis. Morfologi partikel ditampilkan pada Gambar 4.8. Material TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C memiliki distribusi permukaan paling homogen, sedangkan TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C dan TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C mengalami aglomerasi yaitu proses partikel bergabung membentuk kumpulan partikel seperti gumpalan besar. Aglomerasi terjadi akibat adanya pengaruh suhu yang dapat meningkatkan energi total permukaan, sehingga untuk menurunkan energi total permukaan tersebut partikel akan bergabung. Berdasarkan gambar SEM bentuk partikel masih belum tampak jelas sampai dengan perbesaran 100.000x, sehingga diperlukan perbesaran yang lebih besar agar bentuk partikel bisa terlihat. Akan tetapi secara umum bentuk partikel adalah *spherical*. Menurut Wei, dkk. (2018), interaksi elektrostatik yang terjadi antara TiO<sub>2</sub> dan CTAB dapat mengurangi energi permukaan secara efektif dan menjadikan nanopartikel stabil dalam larutan sehingga CTAB merupakan surfaktan yang paling optimum untuk menghasilkan nanopartikel sferik TiO<sub>2</sub>. Adapun hasil karakterisasi menggunakan EDX menunjukkan persentase unsur-unsur yang terdapat dalam material TiO<sub>2</sub>-CTAB. Hasil persentase unsur yang diperoleh tersebut dirangkum pada Tabel 4.5.





Gambar 4.8 Hasil SEM pada perbesaran 50.000  $\text{TiO}_2$ -CTAB suhu (a) 150, (c) 175, (e) 200, dan (g) 225°C dan perbesaran 100.000  $\text{TiO}_2$ -CTAB suhu (b) 150, (d) 175, (f) 200, dan (h) 225°C.

Tabel 4.5 Persentase unsur-unsur material TiO<sub>2</sub>-CTAB pada variasi suhu

| Senyawa                      | Kadar Ti (%) | Kadar O (%) |
|------------------------------|--------------|-------------|
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 150°C | 32,53        | 67,47       |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 175°C | 53,17        | 45,57       |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 200°C | 33,17        | 66,44       |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 225°C | 44,60        | 54,69       |

Berdasarkan hasil SEM dapat disimpulkan bahwa bentuk morfologi partikel masih belum tampak jelas, namun secara umum bentuk partikel seperti *spherical*. Selain itu, material pada suhu 200°C dan 225°C tampak mengalami aglomerasi. Adapun hasil pengukuran EDX menunjukkan komposisi unsur dari material yaitu Titanium (Ti) dan Oksigen (O).

#### 4.2.5 Karakterisasi Luas Permukaan Menggunakan Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET)

Karakterisasi menggunakan metode BET bertujuan untuk mengetahui luas permukaan material. Data pengukuran BET ditampilkan pada Lampiran 7. Hasil karakterisasi BET dirangkum pada Tabel 4.6. Berdasarkan hasil karakterisasi dapat diketahui bahwa luas permukaan yang diperoleh tidak berbanding lurus dengan meningkatnya suhu. Luas permukaan semakin tinggi pada suhu 150°C ke suhu 175°C dan mengalami penurunan signifikan pada suhu yang lebih tinggi yaitu suhu 200 dan 225°C. Penurunan luas permukaan pada suhu tinggi dikarenakan terjadinya aglomerasi seperti tampak pada Gambar 4 (e) – 4 (h). Menurut Hussain dan Siddiqa (2011) bahwa luas permukaan akan menurun dengan adanya aglomerasi.



Tabel 4.6 Luas permukaan material TiO<sub>2</sub>-CTAB pada variasi suhu

| Material                     | Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g) |
|------------------------------|------------------------------------|
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 150°C | 132,892                            |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 175°C | 227,043                            |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 200°C | 60,104                             |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 225°C | 62,896                             |

Berdasarkan hasil karakterisasi metode BET di atas dapat disimpulkan bahwa luas permukaan terbesar diperoleh oleh material TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C yaitu 227,043 m<sup>2</sup>/g. Hal ini berkaitan dengan morfologi permukaan yang homogen seperti tampak pada Gambar 4.9 (c) dan (d). Adapun saat suhu lebih tinggi seperti pada material TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C dan TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C luas permukaan menjadi sangat rendah dikarenakan adanya aglomerasi.

#### 4.3 Sintesis Material TiO<sub>2</sub>-CTAB pada Variasi Suhu Menggunakan Metode Solvothermal Berdasarkan Perspektif Islam

Manusia merupakan khalifah yang telah dipilih Allah untuk melaksanakan berbagai tugas di bumi. Menurut Shihab (2002), kata khalifah pada mulanya berarti yang menggantikan atau yang datang sesudah siapa yang datang sebelumnya. Oleh karena itu, kata khalifah ada yang memahami dalam arti yang menggantikan Allah dalam menegakkan kehendak-Nya dan menerapkan ketetapan-ketetapan-Nya. Hal ini bukan menunjukkan bahwa Allah tidak mampu sehingga menjadikan manusia berkedudukan sebagai pengganti Allah. Akan tetapi, karena Allah bermaksud menguji manusia dan memberinya penghormatan.

Manusia sebagai khalifah bertugas untuk memakmurkan bumi. Tugas memakmurkan bumi artinya mensejahterakan kehidupan di dunia ini. Oleh karena



itu, manusia wajib bekerja dan beramal shalih dengan berbuat baik kepada diri sendiri, orang lain, dan lingkungan hidupnya serta menjaga keseimbangan alam sesuai dengan syari'at agama (Ali, 1997).

Sebagaimana terangkum dalam sub bab 2.2 bahwasanya para ulama telah menjelaskan tugas manusia sebagai khalifah yaitu untuk menjaga lingkungan. Lingkungan yang telah diciptakan Allah dengan tanpa kekurangan harus tetap dijaga keseimbangannya. Lingkungan tidak boleh dirusak karena Allah tidak menyukai orang-orang yang melakukan kerusakan. Adapun orang-orang yang tidak mentaati perintah Allah akan mendapat balasan sesuai dengan perbuatannya.

Dan Allah SWT sangat menghargai perbuatan baik yang dilakukan hamba-Nya. Rasulullah SAW bersabda:

عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ عَنِ النَّبِيِّ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ قَالَ: كُلُّ عَمَلٍ ابْنِ آدَمَ يُضَاعَفُ. الْحَسَنَةُ عَشْرُ أََمْثَالٍ إِلَى سَبْعِ مِائَةٍ ضِعْفٍ. قَالَ اللَّهُ عَزَّوَجَلَّ: إِلَّا الصَّوْمَ. فَإِنَّهُ لِي وَأَنَا أَجْزِي بِهِ يَدْعُ شَهْوَتَهُ وَطَعَامَهُ مِنْ أَجْلِي. لِلصَّائِمِ فَرْحَتَانِ فَرْحَةٌ عِنْدَ فِطْرِهِ وَفَرْحَةٌ عِنْدَ لِقَاءِ رَبِّهِ وَلَخُلُوفٌ فِيهِ أَطْيَبُ عِنْدَ اللَّهِ مِنْ رِيحِ الْمِسْكِ (رَوَاهُ الْبُخَارِيُّ وَمُسْلِمٌ)

Artinya: dari Abu Hurairah ra. Ia berkata: Rasulullah SAW bersabda: setiap amal Bani Adam dilipatgandakan, satu kebaikan dengan sepuluh kebaikan sampai tujuh ratus kali lipat. Allah berfirman, “Kecuali puasa, ia untuk-Ku dan Aku yang membalasnya. Dia meninggalkan syahwat dan makannya demi Aku. “Orang berpuasa mempunyai dua kebahagiaan. Kebahagiaan pada waktu berbuka dan kebahagiaan pada waktu bertemu Rabbnya. Sungguh aroma mulut orang yang berpuasa adalah lebih harum di sisi Allah daripada minyak kasturi (HR. Bukhari dan Muslim).

Berdasarkan hadits diatas dapat diketahui bahwa Allah SWT sangat mengapresiasi perbuatan baik sehingga akan melipatgandakan pahala bagi yang melakukannya. Semakin banyak kebaikan, semakin banyak pahala yang dapat

diraih. Sintesis material fotokatalis merupakan salah satu bentuk perbuatan baik. Sintesis fotokatalis merupakan suatu usaha untuk melakukan perbaikan terhadap kerusakan lingkungan air yang banyak terjadi di berbagai sektor seperti sektor industri dan perumahan. Limbah industri dan perumahan ini dapat didegradasi oleh material fotokatalis menjadi air dan karbon dioksida sehingga tidak berbahaya bagi lingkungan. Oleh karena itu, sintesis fotokatalis ini diharapkan dapat menjadi tabungan untuk kebahagiaan hidup di akhirat kelak.



## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dalam penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Material TiO<sub>2</sub>-CTAB hasil sintesis memiliki struktur fasa anatas dengan grup ruang *I4<sub>1</sub>/amd* dan ukuran kristal yang terkecil diperoleh oleh TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C.
2. Hasil spektra IR menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 400-800 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi khas Ti-O, sedangkan spektra Raman menunjukkan puncak khas TiO<sub>2</sub> anatas yaitu pada bilangan gelombang 145, 197, 397, 516, dan 639 cm<sup>-1</sup>.
3. Morfologi partikel secara umum berbentuk *spherical* atau bulat dengan distribusi paling homogen diperoleh pada TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C dan komposisi unsur material yaitu atom Ti dan O. Adapun luas permukaan material yang terbesar diperoleh oleh TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C yaitu 227,043 m<sup>2</sup>/g.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka saran untuk sintesis selanjutnya yaitu perlu dilakukan (1) karakterisasi menggunakan *Particle Size Analyzer* untuk mengetahui ukuran partikel dikarenakan pada hasil SEM-EDX ukuran partikel belum dapat diukur karena ukurannya sangat kecil dan (2) uji aktivitas pada daerah serapan sinar UV-Vis untuk mengetahui pengaruh penambahan CTAB dan variasi suhu solvothermal terhadap aktivitas material dalam mendegradasi limbah organik.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-Azim, S. M., Aboul-Gheit, A. K., Ahmed, S. M., El-Desouki, D. S., dan Abdel-Mottaleb, M. S. A. 2014. Preparation and Application of Mesoporous Nanotitania Photocatalysts Using Different Templates and pH Media. *International Journal of Photoenergy*, 1-11.
- Abdullah, M., 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung: Penerbit ITB.
- Ali, M. D. 1997. *Pendidikan Agama Islam*. Jakarta : Rajawali Pers.
- Al-Jazairi, S. A. B. J. 2008. *Tafsir al-Qur'an Al-Aisar (Jilid 5)*. Jakarta : Darus Sunnah Press.
- Al-Qarni, 'A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta : Qisthi Press.
- Andrieux, J., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites reinforced with TiC Particles : in Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science* 2018, 1-24.
- Asahi, R., Morikawa, T., Ohwaki, T., Aoki, K., dan Taga, Y. 2001. Visible-Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titania. *Science*, 293 (5528): 269-271.
- Ash-Shiddieqy, T. M. H. 2000. *Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nuur*. Semarang : PT. Pustaka Rizki Putra.
- Asuha, S., Zhou, X. G., dan Zhao, S. 2010. Adsorption of Methyl Orange and Cr (VI) on Mesoporous TiO<sub>2</sub> Prepared by Hydrothermal Method. *Journal of Hazardous Materials*, 181 (1-3): 204-210.
- Baur, V. W. H. 1961. Atomabstände Und Bindungswinkel Im brookite, TiO<sub>2</sub>. *Acta Crystallographica*, 14 (1): 56-67.
- Byrandvand, M. M., Kharat, A. N., Fatholahi, L., dan Beiranvand, Z. M. 2013. A Review on Synthesis of Nano-TiO<sub>2</sub> via Different Methods. *Journal of Nanostructure*, 3: 1-9.
- Canu, G. dan Buscaglia, V. 2017. Hydrothermal Synthesis of Strontium Titanate: Thermodynamic Considerations, Morphology Control and Crystallization Mechanisms Morphological and Structural. *Crystal Engineering Communication*, 19: 3867-3891.
- Ceotto, G., Souza, E. F., dan Teschke, O. 2001. Ionic surfactant films imaged by atomic force microscopy, *Journal of Molecular Catalyst A*, 225-233.

- Chen, X., dan Mao, S. S. 2007. Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 107: 2891-2959.
- Collazzo, G. C., Jahn, S. L., Carreno, N. L. V., dan Foletto, E. L. 2011. Temperature And Reaction Time Effects On The Structural Properties Of Titanium Dioxide Nanopowders Obtained Via The Hydrothermal Method. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 28: 265-272.
- Cromer, D. T dan Herrington. K. 1955. The structures of anatase and rutile. *Journal of The American Chemical Society*, 77 (4): 4708-4709.
- Dai, S., Wu, Y., Sakai, T., Du, Z., Sakai, H., dan Abe, M. 2010. Perparation of Highly Crystalline TiO<sub>2</sub> Nanostructures by Acid-assisted Hydrothermal Treatment of Hexagonal structured Nanocrystalline Titania or Cetyltrimethylammonium Bromide Nanoskeleton. *Nanoscale Research Letters*, 5: 1829-1835.
- Duan, H., Jia, L., Chen, M., Ge, S., dan Gao, X. 2016. Surface Enhanced Raman Scattering Based on Colloidal Ag Nanoparticle for Quantitative Detection of Cetyltrimethylammonium Bromide. *Materials Express*, 6 (1): 77-82.
- Escobar, E. A., Angel, M., Zapata, V., Hernandez, S. A., Flores, S. O., Berny, O. R., dan Reyes, I. C. 2010. Photocatalytic Reduction of Benzophenone on TiO<sub>2</sub>: Effect of Preparation Method and Reaction Conditions. *The Journal of The Mexican Chemical Society*, 54 (3): 133-138.
- Fahyuan, H. D., Dahlan, D., dan Astuti. 2012. Pengaruh Konsentrasi CTAB dalam Sintesis Nanopartikel TiO<sub>2</sub> Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol Gel. *Jurnal ilmu Fisika*, 4 (1): 16-23.
- Ghosh, Pallap. 2009. *Colloid and Interface Science*. New Delhi: PHI Learning.
- Gupta, S. M. dan Tripathi, M. 2012. A Review on the Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles by Solution Route. *Central European Journal of Chemistry*, 10 (2): 279-294.
- Habib, A., Stelzer, N., Angerer, P., dan Haubner, R. 2011. Effect of Temperature and Time on Solvothermal Synthesis of Tetragonal BaTiO<sub>3</sub>. *The Bulletin Materials Science*, 34 (1) : 19-23.
- Hermann, J. M. 1999. Heterogenous Photocatalysis Fundamental and Application to the Removal of Various Types of Aqueous Pollutans. *Catalysis Today*, 53: 115-129.



- Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., dan Bahnemannt, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 95: 69-96.
- Hussain, S.T. dan Siddiq, A. 2011. Iron and Chromium Doped Titanium Dioxide Nanotube for the Degradation of Environmental and Industrial Pollutant. *International Journal Environmental Science and Technology*, 8 (2): 351-362.
- Ilyas, M.M. 2008. Lingkungan Hidup dalam Pandangan Islam. *Jurnal Sosial Humaniora*, 1 (2):154-165.
- Ismail, A. A. dan Bahnemann, D. W. 2011. Mesoporous Titania Photocatalysts: Preparation, Characterization and Reaction Mechanisms. *Journal of Material Chemistry*, 21: 1168-1170.
- Joseph, D. Rodriguez, R. D., Verma, A., Ponsaneh, E., Zahn, D. R. T., dan Chandra, S. 2017. Electrochemistry and Surface-enhanced Raman Spectroscopy of CTAB Modulated Interactions of Magnetic Nanoparticles with Biomolecules. *The Royal Society of Chemistry*, 7 : 3628-3634.
- Kao, L. H., Hsu, T. C., dan Cheng, K. K. 2010. Novel Synthesis of High-Surface-Area Ordered Mesoporous  $\text{TiO}_2$  with Anatase Framework for Photocatalytic Applications. *Journal of Colloid and Interface Science*, 341 (2): 359-365.
- Lee, B. dan Komarneni, S. 2005. *Chemical Processing of Ceramics*. USA : CRC Press.
- Leon, A., Reuquen, P., Garin, C., Segura, R., Vargas, P., Zapata, P., dan Orihuela, A. 2017. FTIR and Raman Characterization of  $\text{TiO}_2$  Nanoparticles Coated with Polyethylene Glycol as Carrier for 2-Methoxyestradiol. *Applied Science*, 7 (49): 1-9.
- Li, J., Wu, Q., dan Wu, J. 2015. *Synthesis of Nanoparticles via Solvothermal and Hydrothermal Method*. Switzerland: Springer International Publishing.
- Licciulli, A., dan Lisi D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universitas Degli Studio Di Lecce.
- Linacero, R., Aguado-Serrano, J., dan Rojas-Cervantes, M. L. 2006. Preparation of Mesoporous  $\text{TiO}_2$  by The Sol-gel Method Assisted by Surfactants. *Journal of Materials Science*, 41: 2457-2464.
- Linsebigler, A. L., Lu, G. dan Yates, J.T. 1995. Photocatalysis on  $\text{TiO}_2$  Surface: Principle, Mechanism, and Selected Result. *Chemical Reviews*, 95: 735-758.

- Lopez, C. A. C., Gomez, S. E. R., Hurtado, A. C., dan Giraldo Duarte, S. A. G. 2011. Effect of The Synthesis Variables of  $\text{TiO}_2$  on The Photocatalytic Activity Towards The Degradation of Water Pollutants. *Review Journal*, 49-56.
- Manseki, K., Y. Konde, T. Ban, T. Sugira dan T. Yoshida. 2003. Size-Controlled Synthesis of Anisotropic  $\text{TiO}_2$  Single Nanocrystals Using Microwave Irradiation and Their Application for Dye-Sensitized Solar Cells. *Dalton Transactions*, 42: 3295-3299.
- Mo, S. D., dan W. Y. Ching. 1995. Electronic and Optical Properties of Three Phases of Titanium Dioxide: Rutile, Anatase and Brookite. *Physical Review B*, 51 (19): 13023-13032.
- Nakamura, R., Tanaka T., dan Nakato, Y. 2004. Mechanism for Visible Light Responses in Anodic Photocurrents at N-Doped  $\text{TiO}_2$  Film Electrodes. *Journal of Physical Chemistry B*, 108 (30): 10617-10620.
- Nithiyanantham, U., Ozaydin, M. F., Tazebay, A.S., dan Kundu, S. 2015. Low Temperature Formation of Rectangular PbTe Nanocrystals and Their Thermoelectric Properties. *The Royal of Chemistry and The Centre National De La Recherche Scientifique 2015*, 1-13.
- Ohsaka, T., Izumi, F., dan Fujiki, Yoshinori. 1978. Raman Spectrum of Anatase,  $\text{TiO}_2$ . *Journal of Raman Spectroscopy*, 7 (6): 321-324.
- Ohtani, B., Ogawa, Y., dan Nishimoto, S. I. 1997. Photocatalytic Activity of Amorphous-Anatase Mixture of Titanium (IV) Oxide Particles Suspended in Aqueous Solutions. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101: 3746.
- Pataya, S. A., Gareso, P. L., dan Juarlin, E. 2016. Karakterisasi Lapisan Tipis Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) yang Ditumbuhkan dengan Metode Spin Coating Diatas Substrat Kaca. *Jurnal kimia*, 1-8.
- Peng, T., Zhao, D., Dai, K., Shi, W., dan Hirao, K. 2005. Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticles with Mesoporous Anatase Wall and High Photocatalytic Activity. *Journal Physical Chemistry*, 4947-4952.
- Qu, Y., Wang, W., Jing, L., Song, S., Shi, X., Xue, L., dan Fu, H. 2010. Applied Surface Science Surface modification of Nanocrystalline Anatase with CTAB in the Acidic Condition and Its Effects on Photocatalytic Activity and Preferential Growth of  $\text{TiO}_2$ . *Applied Surface Science*, 257 (1): 151-156.
- Rahim, S., Ghamsari, M.S., dan Radiman, S. 2012. Surface Modification of Titanium Oxide Nanocrystal with PEG. *Scientica Iranica*, 19.(3) : 948-953.

- Rangel-yagui, C. O., Junior, A. P., dan Tavares, L. C. 2004. Micellar Solubilization of Drugs. *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, 8.(2): 147-163.
- Rashad, M. M. dan Shalan, A. E. 2013. Surfactant-assisted Hydrothermal Synthesis of Titania Nanoparticles for Solar Cell Applications. *The Journal of Materials Science : Materials in Electronics*, 1-6.
- Regonini, D., Bowen, C. R., Jamenworalluck, A., dan Stevens, R. 2013. A Review of Growth Mechanism, Structure and Crystallinity of Anodized TiO<sub>2</sub> Nanotubes. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 74: 377-406.
- Salim, A. M. 2002. *Konsepsi kekuasaan Politik dalam Al-Quran*. Jakarta: Rajawali Press.
- Sanjay, P., Deepa, K., Raj, M. V. A., dan Shentil, S. 2017. Structural, Morphological, and Optical Characterization of Eu<sup>3+</sup> and Nd<sup>3+</sup> Co-Doped TiO<sub>2</sub> Nano Particles by Sol Gel Method. *Mechanics, Materials Science and Engineering*, 1-7.
- Santara, B., Giri, P. K., Imakita, K., dan Fuji, M. 2014. Microscopic Origin of Lattice Contraction and Expansion in Undoped Rutil TiO<sub>2</sub> Nanostructures. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 1-15.
- Satterfield, C. N. 1991. *Heterogenous Catalyst in Industrial Practice*, 2<sup>nd</sup> ed. New York: Mc Graw-Hill, Inc.
- Selvi, S. S. T., Linet, J. M., dan Sagadevan, S. 2018. Influnce of CTAB Surfactant on Structural and Optical Properties of CuS and CdS Nanoparticles by Hydrothermal Route. *Journal of Experimental Nanoscience*, 13 (1) : 130-143.
- Seta, P. D. C., Yunita, P. E., Baqiya, M. A., dan Darminto. 2016. Structural ang Magnetic Characterization of Mn and Fe-doped ZnO Nanopowders. 3<sup>rd</sup> *International Conference on Functional Materials Science*, 1-5.
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir al-Misbah, Pesan, Kesan, dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta : Lentera Hati.
- Stagi, L., Carbonaro, C. M., Corpino, R., Chiriu, D., dan Ricci, P. C. 2014. Light Induced TiO<sub>2</sub> Phase Transformation: Correlation with Luminescent Surface Defect. *Physica Status Solidi B* 252, 1 : 124-129.
- Stride, J. A., dan Tuong, N. T. 2010. Controlled Synthesis of Titanium Dioxide Nanostructures. Properties of Titanium Dioxide. *Solid State Phenomena*, 162: 261-294.

- Sun, X. M., Chen, X., Deng, Z. X., dan Li, Y. D. 2002. CTAB-assisted Hydrothermal Orientation Growth of ZnO Nanorods. *Materials Chemistry and Physics*, 78 (1): 99-104.
- Vijayalakshmi, R. dan Rajendran, K. V. 2010. Influence of Surfactants on the Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Journal of Material Online*, 1-10.
- Vishwanath, A. D., Shamkar, J. S., Eknath, A. A., dan Haribhav, K. N. 2017. Preparation, Characterization and Photocatalytic Activities of TiO<sub>2</sub> Towards Methyl Red Degradation. *Oriental of Chemistry*, 33 (1): 104-112.
- Wahi, R. K., Liu, Y., Falkner, J. C., dan Colvin, V. L. 2006. Solvothermal Synthesis and Characterization of Anatase TiO<sub>2</sub> Nanocrystal with Ultrahigh Surface Area. *Journal of Colloid and Interface Science*, 302 : 531-536.
- Wei, J., Wen, X., dan Zhu, Fang. 2018. Influence of Surfactant on the Morphology and Photocatalytic Activity of Anatas TiO<sub>2</sub> by Solvothermal Synthesis. *Journal of Nanomaterials* : 1-7.
- Zalilah, U. dan Mahmoodian, R. 2017. Comparative Study on Microstructure, Crystallite Size and Lattice Strain of as-Deposited and Thermal Treatment Silver Silicon Nitride Coating on Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V Alloy. *International Technical Postgraduate Conference*, 2-10.

## LAMPIRAN

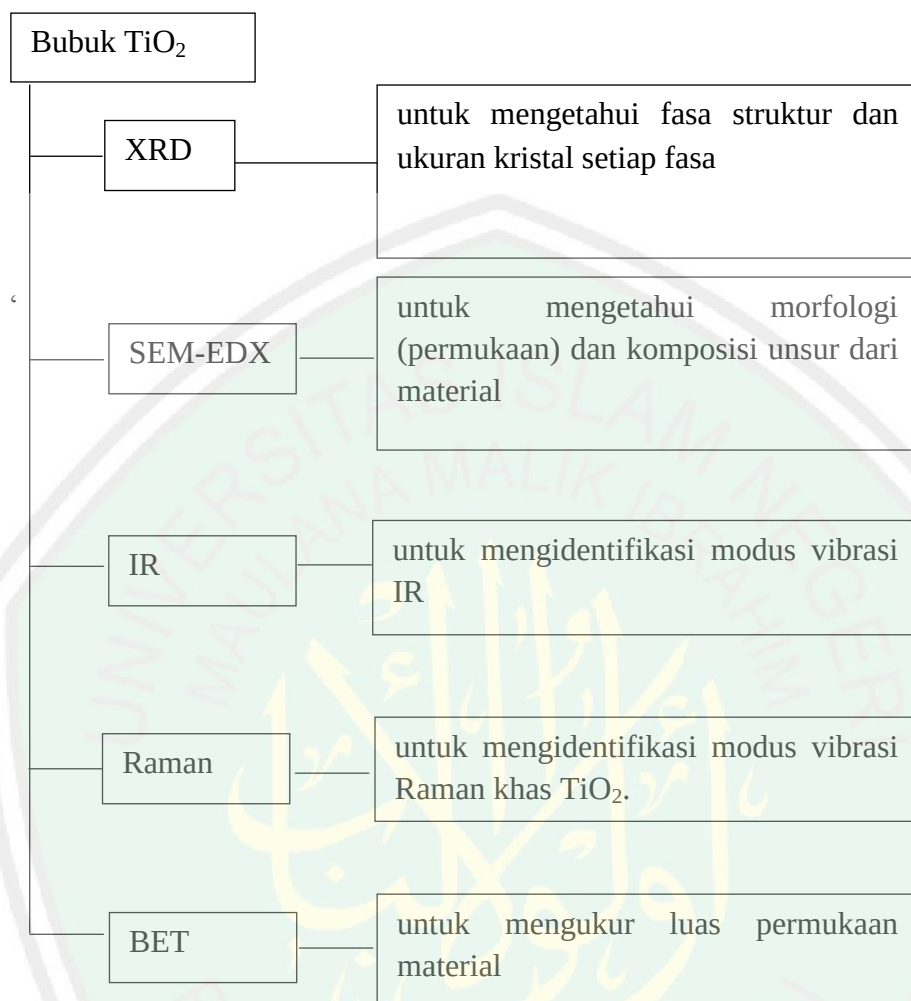
### Lampiran 1. Diagram Alir

#### 1.1. Sintesis $\text{TiO}_2$ pada Penambahan Surfaktan dengan Variasi Suhu





## 1.2. Karakterisasi Fotokatalis



## Lampiran 2. Perhitungan pada Sintesis Material

Diketahui: -Critical micellar concentration (CMC) dari *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) = 1mM =  $1 \times 10^{-3}$  M.

-Larutan TTIP = 10 mL

Pembuatan larutan CTAB 1 mM dalam 50 mL isopropanol

$$\text{Mol CTAB} \quad 1 \text{ mM} = 1 \times 10^{-3} \text{ M} \times 0,05 \text{ L}$$

$$= 0,05 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Massa CTAB} \quad m = 0,05 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 364,5 \text{ gr/mol}$$

$$= 18,225 \text{ gr}$$

$$= 0,0182 \text{ gr}$$

Pembuatan larutan TTIP 10 mL

$$\text{Massa TTIP} \quad m = V \times \rho$$

$$= 10 \text{ mL} \times 0,967 \text{ gr/mL}$$

$$= 9,67 \text{ gr}$$

$$\text{Mol TTIP} \quad n = \frac{m}{M_r}$$

$$= \frac{9,67 \text{ gr}}{284,215 \text{ gr/mol}}$$

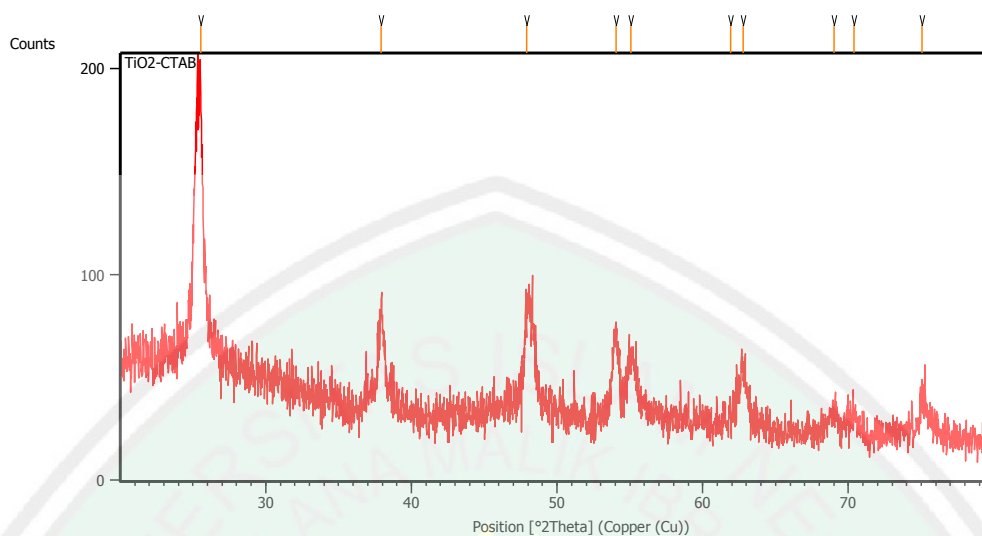
$$= 0,034 \text{ mol}$$

### Lampiran 3. Hasil Karakterisasi XRD

#### L.3.1. Spesifikasi Alat XRD

|                                                                          |                                                                                      |
|--------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| Dataset Name                                                             | TiO <sub>2</sub> -CTAB                                                               |
| File name                                                                | E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian                                                          |
| 2018\Agustus\Iis Kumala\TiO <sub>2</sub> -CTAB\TiO <sub>2</sub> -CTAB.rd |                                                                                      |
| Comment                                                                  | Configuration=Reflection-Transmission Sp<br>Goniometer=PW3050/60 (Theta/Theta); Mini |
| Measurement Date / Time                                                  | 8/24/2018 10:01:00 AM                                                                |
| Raw Data Origin                                                          | PHILIPS-binary (scan) (.RD)                                                          |
| Scan Axis                                                                | Gonio                                                                                |
| Start Position [°2Th.]                                                   | 20.0084                                                                              |
| End Position [°2Th.]                                                     | 79.9844                                                                              |
| Step Size [°2Th.]                                                        | 0.0170                                                                               |
| Scan Step Time [s]                                                       | 10.1500                                                                              |
| Scan Type                                                                | Continuous                                                                           |
| Offset [°2Th.]                                                           | 0.0000                                                                               |
| Divergence Slit Type                                                     | Fixed                                                                                |
| Divergence Slit Size [°]                                                 | 0.2500                                                                               |
| Specimen Length [mm]                                                     | 10.00                                                                                |
| Receiving Slit Size [mm]                                                 | 12.7500                                                                              |
| Measurement Temperature [°C]                                             | -273.15                                                                              |
| Anode Material                                                           | Cu                                                                                   |
| K-Alpha1 [Å]                                                             | 1.54060                                                                              |
| K-Alpha2 [Å]                                                             | 1.54443                                                                              |
| K-Beta [Å]                                                               | 1.39225                                                                              |
| K-A2 / K-A1 Ratio                                                        | 0.50000                                                                              |
| Generator Settings                                                       | 30 mA, 40 kV                                                                         |
| Diffractionmeter Type                                                    | XPert MPD                                                                            |
| Diffractionmeter Number                                                  | 1                                                                                    |
| Goniometer Radius [mm]                                                   | 200.00                                                                               |
| Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]                                            | 91.00                                                                                |
| Incident Beam Monochromator                                              | No                                                                                   |
| Spinning                                                                 | No                                                                                   |

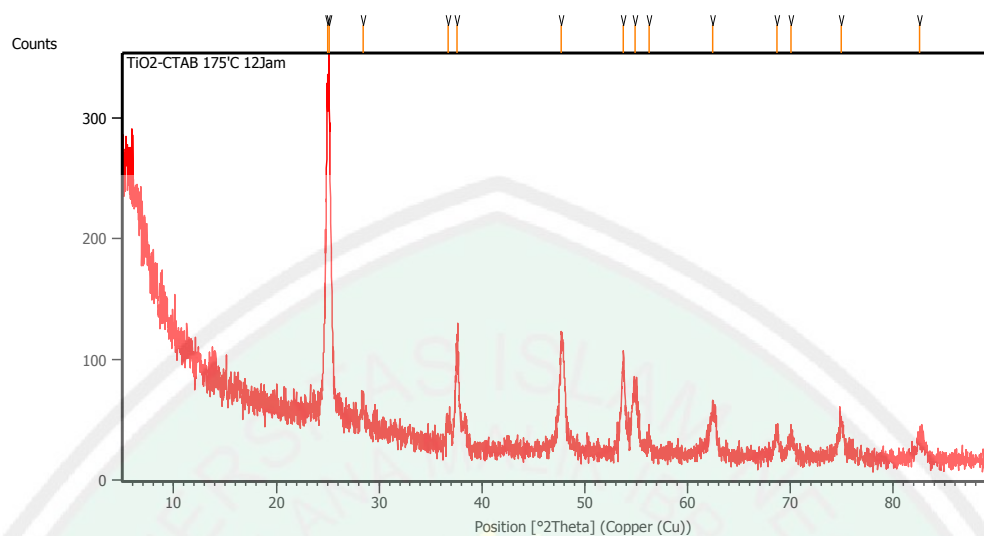
### L.3.2. Pola Difraksi Sinar-X TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C



**Peak List:** (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left<br>[°2Th.] | d-spacing<br>[Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|----------------------|------------------|---------------|
| 25.5212      | 126.87       | 0.5353               | 3.49033          | 100.00        |
| 37.9017      | 46.26        | 0.3346               | 2.37389          | 36.46         |
| 47.9134      | 44.25        | 0.4015               | 1.89864          | 34.87         |
| 54.0473      | 40.25        | 0.2676               | 1.69676          | 31.72         |
| 55.0626      | 27.89        | 0.6022               | 1.66785          | 21.98         |
| 61.8923      | 3.41         | 0.1171               | 1.49920          | 2.69          |
| 62.7620      | 27.14        | 0.4015               | 1.48050          | 21.39         |
| 69.0355      | 11.47        | 0.5353               | 1.36049          | 9.04          |
| 70.3892      | 10.14        | 0.5353               | 1.33761          | 7.99          |
| 75.0335      | 15.87        | 0.4015               | 1.26592          | 12.51         |

### L.3.3. Pola Difraksi Sinar-X TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C

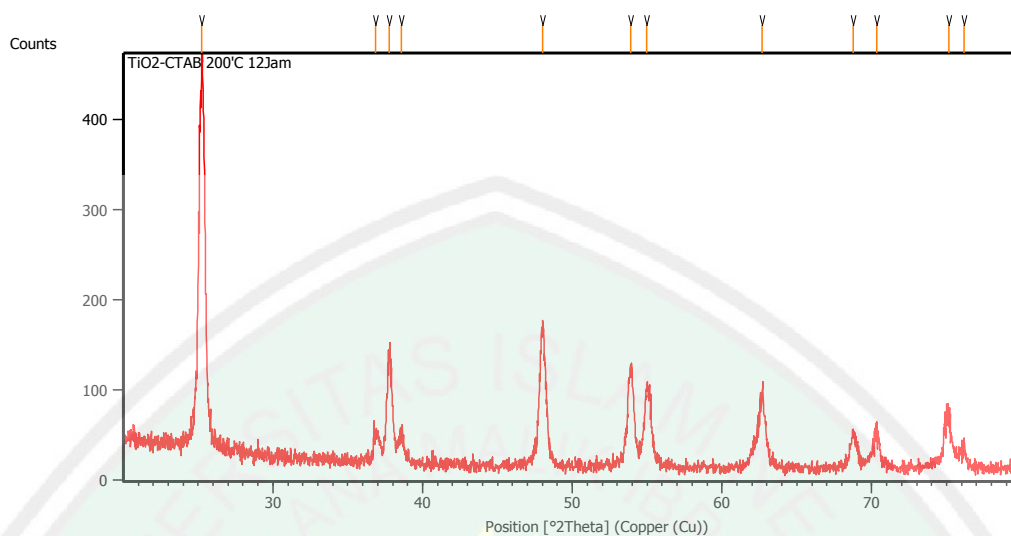


**Peak List:** (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 24.9640      | 263.71       | 0.1338            | 3.56695       | 97.18         |
| 25.1442      | 271.36       | 0.1338            | 3.54180       | 100.00        |
| 28.4045      | 20.44        | 0.2676            | 3.14226       | 7.53          |
| 36.6796      | 20.68        | 0.2676            | 2.45013       | 7.62          |
| 37.5916      | 89.54        | 0.3011            | 2.39275       | 33.00         |
| 47.6995      | 89.16        | 0.1673            | 1.90666       | 32.86         |
| 53.7451      | 77.90        | 0.2342            | 1.70558       | 28.71         |
| 54.8965      | 53.71        | 0.6691            | 1.67250       | 19.79         |
| 56.2678      | 13.71        | 0.2007            | 1.63496       | 5.05          |
| 62.4313      | 41.85        | 0.4684            | 1.48755       | 15.42         |
| 68.7173      | 19.19        | 0.2676            | 1.36601       | 7.07          |
| 70.0733      | 16.30        | 0.4015            | 1.34286       | 6.01          |
| 74.9176      | 27.63        | 0.4015            | 1.26759       | 10.18         |
| 82.5910      | 16.68        | 0.5353            | 1.16819       | 6.15          |



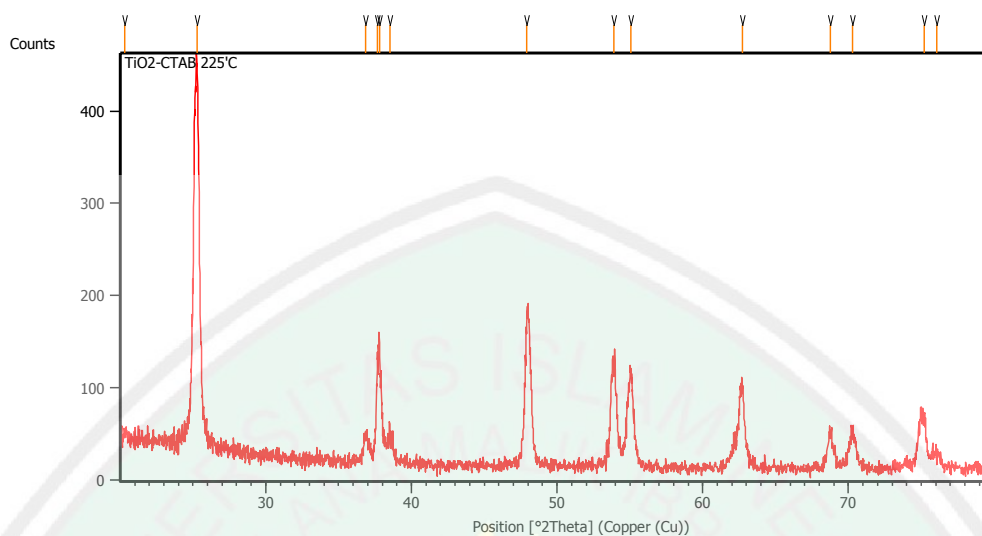
### L.3.4. Pola Difraksi Sinar-X TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C



**Peak List:** (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 25.2483      | 433.25       | 0.1004            | 3.52743       | 100.00        |
| 36.8595      | 28.22        | 0.4684            | 2.43858       | 6.51          |
| 37.7531      | 117.83       | 0.3680            | 2.38289       | 27.20         |
| 38.5935      | 32.97        | 0.2676            | 2.33292       | 7.61          |
| 48.0203      | 153.76       | 0.3011            | 1.89467       | 35.49         |
| 53.8838      | 103.35       | 0.3346            | 1.70152       | 23.86         |
| 54.9851      | 86.69        | 0.1673            | 1.67002       | 20.01         |
| 62.6689      | 78.75        | 0.3346            | 1.48248       | 18.18         |
| 68.7564      | 39.05        | 0.5353            | 1.36533       | 9.01          |
| 70.3531      | 34.83        | 0.4015            | 1.33820       | 8.04          |
| 75.1329      | 55.05        | 0.4684            | 1.26449       | 12.71         |
| 76.1856      | 21.30        | 0.2676            | 1.24962       | 4.92          |

### L.3.5. Pola Difraksi Sinar-X TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C



**Peak List:** (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|--------------|--------------|-------------------|---------------|---------------|
| 20.3030      | 6.81         | 0.4015            | 4.37408       | 1.66          |
| 25.2780      | 409.34       | 0.3346            | 3.52336       | 100.00        |
| 36.8363      | 30.05        | 0.4015            | 2.44006       | 7.34          |
| 37.6550      | 101.13       | 0.1224            | 2.38689       | 24.71         |
| 37.8072      | 130.98       | 0.0836            | 2.37961       | 32.00         |
| 38.5487      | 31.48        | 0.3346            | 2.33552       | 7.69          |
| 47.9278      | 157.13       | 0.3346            | 1.89811       | 38.39         |
| 53.9129      | 109.11       | 0.3680            | 1.70067       | 26.66         |
| 55.0585      | 102.42       | 0.2342            | 1.66797       | 25.02         |
| 62.7479      | 87.10        | 0.1338            | 1.48080       | 21.28         |
| 68.7440      | 41.80        | 0.3346            | 1.36555       | 10.21         |
| 70.2659      | 40.98        | 0.4684            | 1.33965       | 10.01         |
| 75.1964      | 54.36        | 0.4684            | 1.26358       | 13.28         |
| 76.0858      | 14.25        | 0.4015            | 1.25101       | 3.48          |

#### Lampiran 4. Contoh Perhitungan *Crystallite Size*

Pengukuran *Crystallite Size* Menggunakan Persamaan Debye-Scherrer (Persamaan 3.1). Contoh perhitungan *Crystallite size* adalah di bawah ini.

| Material                      | 2 tetha (°) | FWHM (radian) |
|-------------------------------|-------------|---------------|
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 150 °C | 25,5212     | 0,5353        |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 175 °C | 25,1442     | 0,1338        |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 200 °C | 25,2483     | 0,1004        |
| TiO <sub>2</sub> -CTAB 225 °C | 25,278      | 0,3346        |

#### Perhitungan *Crystallite size* pada TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C

-Diketahui :  $k$  (konstanta) = 0,9

$$\lambda = 1,54060 \text{ nm}$$

$$2\theta = 25,5212^\circ, \theta = 12,7606^\circ$$

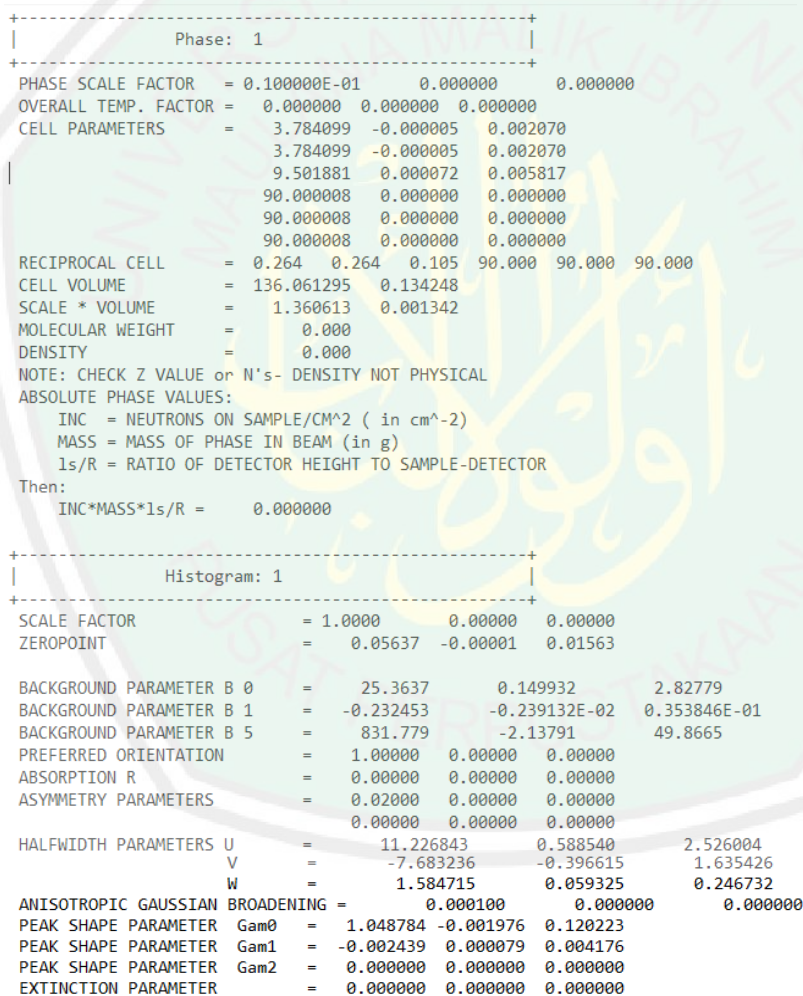
$$\beta \text{ (FWHM)} = 0,5353^\circ, \beta = 0,5353 \times \pi/180 = 0,009338 \text{ rad}$$

$$- L = \frac{0,9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$L = \frac{0,9 \times 1,54060 \text{ nm}}{0,0093 \text{ rad} \times \cos 12,7606^\circ}$$

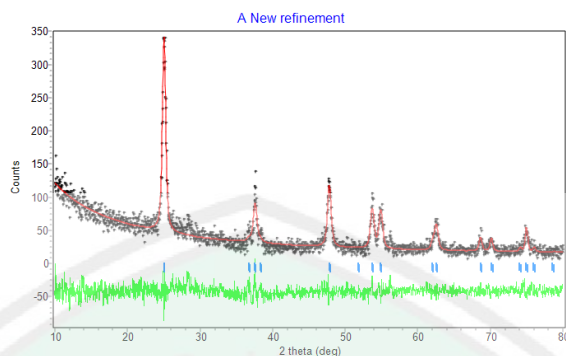
$$= 145,691 \text{ Å} = 14,5691 \text{ nm}$$

### L.5.1. TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C



|            |            |            |            |            |            |               |             |      |
|------------|------------|------------|------------|------------|------------|---------------|-------------|------|
| Hist       | Rp         | Rwp        | Rp(-b)     | Rwp(-b)    | Rexp       | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P  |
| 1          | 13.95      | 13.54      | 122.39     | 12.94      | 69.00      | *****         | 1.741       | 1783 |
| SUMYDIF    | SUMYOBS    | SUMYCALC   | SUMWYOBSQ  | GOF        | CONDITION  |               |             |      |
| 0.9937E+04 | 0.7125E+05 | 0.7124E+05 | 0.3746E+04 | 0.3853E-01 | 0.3633E+14 |               |             |      |

### L.5.2. TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C



```

+-----+
|                               |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000    0.000000    0.000000
CELL PARAMETERS     = 3.776000    0.000000    0.000000
                   = 3.776000    0.000000    0.000000
                   = 9.486000    0.000000    0.000000
                   = 90.000008    0.000000    0.000000
                   = 90.000008    0.000000    0.000000
                   = 90.000008    0.000000    0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.265    0.265    0.105    90.000    90.000
CELL VOLUME        = 135.253882    0.000000
SCALE * VOLUME     = 1.352531    0.000000
MOLECULAR WEIGHT   = 0.000
DENSITY           = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 0.000000

+-----+
|                               |
+-----+
Histogram: 1
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000    0.00000    0.00000
ZEROPOINT         = -0.34058    -0.00001    0.00288

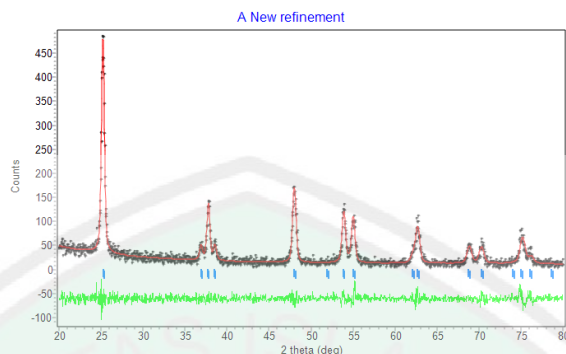
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -1.62729    -0.423771E-03    4.46610
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.182330E-01    -0.376272E-03    0.157974
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.770665E-03    0.422501E-05    0.154614E-02
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1237.62    0.537056E-01    34.9359
PREFERRED ORIENTATION    = 1.00000    0.00000    0.00000
ABSORPTION R             = 0.00000    0.00000    0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS     = 0.02000    0.00000    0.00000
                        = 0.00000    0.00000    0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U   = -1.980552    0.000823    0.174172
                          V   = 1.639834    -0.000225    0.075944
                          W   = 0.020000    0.000000    0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.675790    0.000933    0.030660
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000    0.000000    0.000000
EXTINCTION PARAMETER     = 0.000000    0.000000    0.000000

```

| Hist       | Rp         | Rwp        | Rp(-b)     | Rwp(-b)    | Rexp       | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P  |
|------------|------------|------------|------------|------------|------------|---------------|-------------|------|
| 1          | 13.17      | 11.63      | 129.39     | 11.69      | 34.13      | *****         | 1.749       | 2087 |
| SUMYDIF    | SUMYOBS    | SUMYCALC   | SUMWYOBSQ  | GOF        | CONDITION  |               |             |      |
| 0.1204E+05 | 0.9145E+05 | 0.9146E+05 | 0.1792E+05 | 0.1161E+00 | 0.6170E+11 |               |             |      |



### L.5.3. TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 3.786574 -0.000008 0.000675
                  3.786574 -0.000008 0.000675
                  9.526083 -0.000001 0.001711
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 136.586319 0.042277
SCALE * VOLUME = 1.365863 0.000423
MOLECULAR WEIGHT = 0.000
DENSITY = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  1s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*1s/R = 0.000000

```

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.00449 -0.00003 0.01029

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -32.7000 0.112501E-01 37.9308
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.185966E-01 -0.539335E-03 1.26639
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.734433E-02 0.870070E-05 0.148591E-01
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.582379E-06 -0.731164E-09 0.687406E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1577.87 -0.716725E-01 378.642
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.10281 0.00001 0.00924
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.292775 -0.007720 0.267454
                      V = -0.642503 0.005334 0.193598
                      W = 0.226482 -0.000817 0.031977
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.555400 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

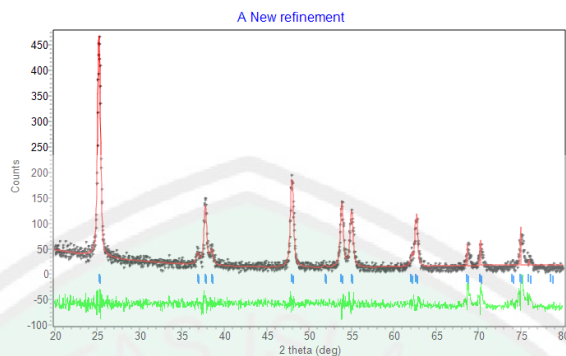
```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 14.43 | 9.95 | 202.33 | 7.78 | 57.70 | ***** | 2.141 | 1782 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.8104E+04 | 0.5616E+05 | 0.5616E+05 | 0.5352E+04 | 0.2974E-01 | 0.4752E+21 |
+-----+

```

### L.5.4. TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C



```

+-----+
|               Phase: 1               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01      0.000000      0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000      0.000000      0.000000
CELL PARAMETERS    = 3.790207      0.000000      0.000448
                   = 3.790207      0.000000      0.000448
                   = 9.533364      0.000007      0.001486
                   = 90.000008      0.000000      0.000000
                   = 90.000008      0.000000      0.000000
                   = 90.000008      0.000000      0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.264      0.264      0.105      90.000      90.000      90.000
CELL VOLUME        = 136.953186      0.031290
SCALE * VOLUME     = 1.369532      0.000313
MOLECULAR WEIGHT   = 0.000
DENSITY           = 0.000
NOTE: CHECK Z VALUE or N's- DENSITY NOT PHYSICAL
ABSOLUTE PHASE VALUES:
  INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
  MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
  1s/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
  INC*MASS*1s/R = 0.000000

```

```

+-----+
|               Histogram: 1           |
+-----+
SCALE FACTOR       = 1.0000      0.00000      0.00000
ZEROPOINT          = 0.02054     -0.00001      0.00866

BACKGROUND PARAMETER B 0 = 60.0818      0.388344E-01      40.1144
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -3.05006     -0.126957E-02      1.33951
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.413656E-01    0.141563E-04      0.157193E-01
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.171216E-05    -0.570271E-09      0.727269E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 671.060      -0.384117      400.374
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000      0.00000      0.00000
ABSORPTION R         = 0.00000      0.00000      0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.11511      0.00001      0.00834
                   = 0.00000      0.00000      0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -1.693311      0.000177      0.025610
                   V   = 1.192433      -0.000196      0.037432
                   W   = -0.059495      0.000033      0.013651
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000100      0.000000      0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.296782 -0.000265      0.041028
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.010744      0.000009      0.001114
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000      0.000000      0.000000
EXTINCTION PARAMETER   = 0.000000      0.000000      0.000000

```

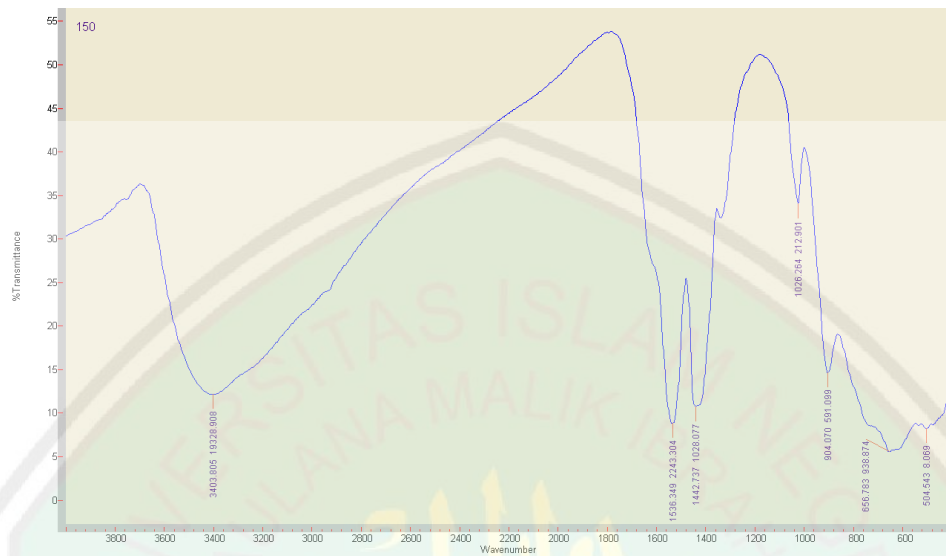
```

+-----+
| Hist | Rp  | Rwp | Rp(-b) | Rwp(-b) | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1    | 17.65 | 10.83 | 280.26 | 8.78    | 59.53 | *****      | 1.720    | 1780 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMYOBSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.9616E+04 | 0.5449E+05 | 0.5453E+05 | 0.5024E+04 | 0.3310E-01 | 0.4779E+21 |
+-----+

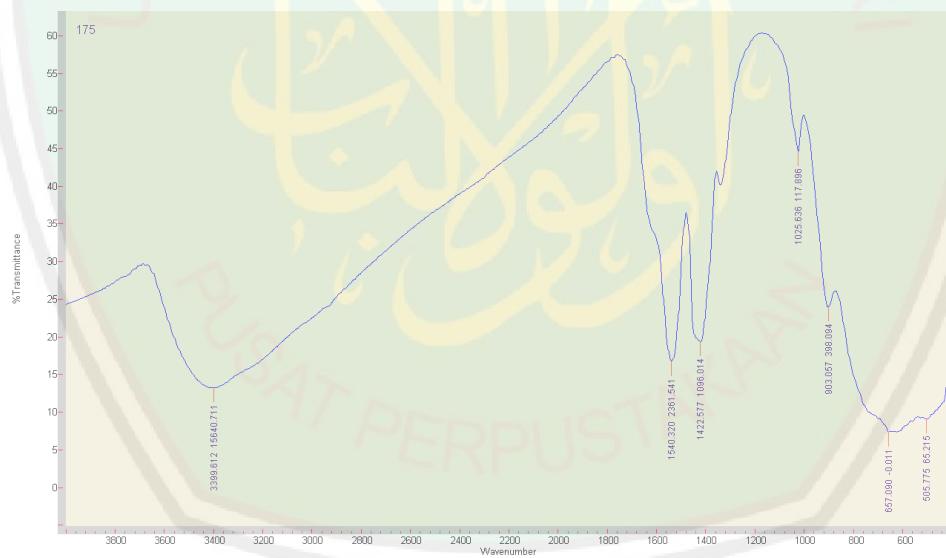
```

## Lampiran 6. Hasil Karakterisasi IR

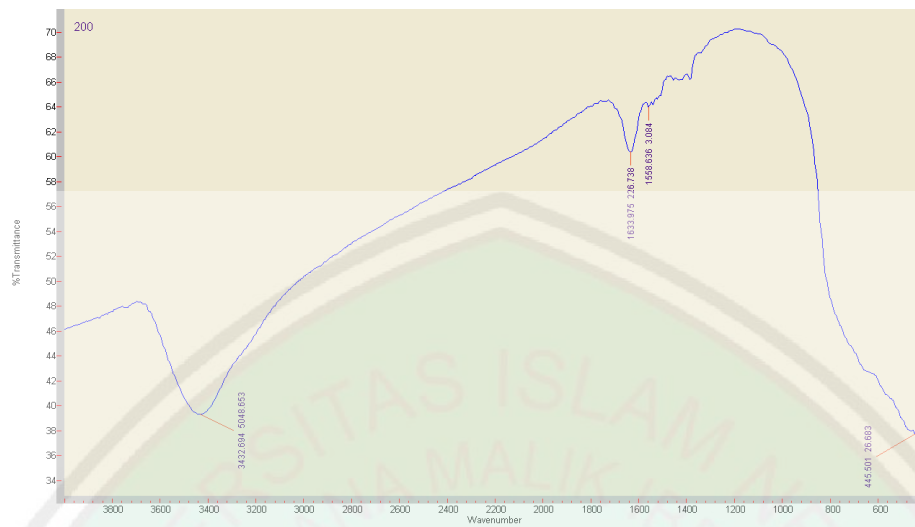
### L.6.1. $\text{TiO}_2$ -CTAB 150°C



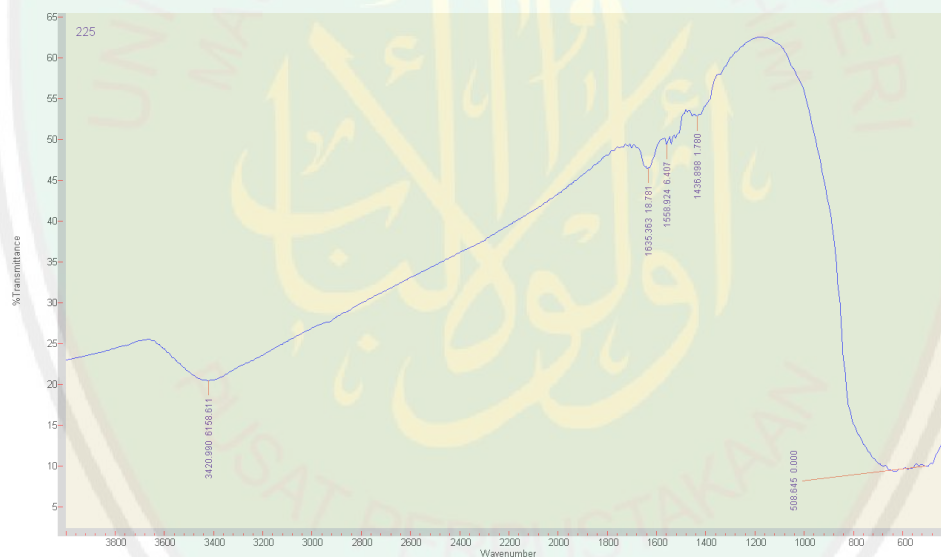
### L.6.2. $\text{TiO}_2$ -CTAB 175°C



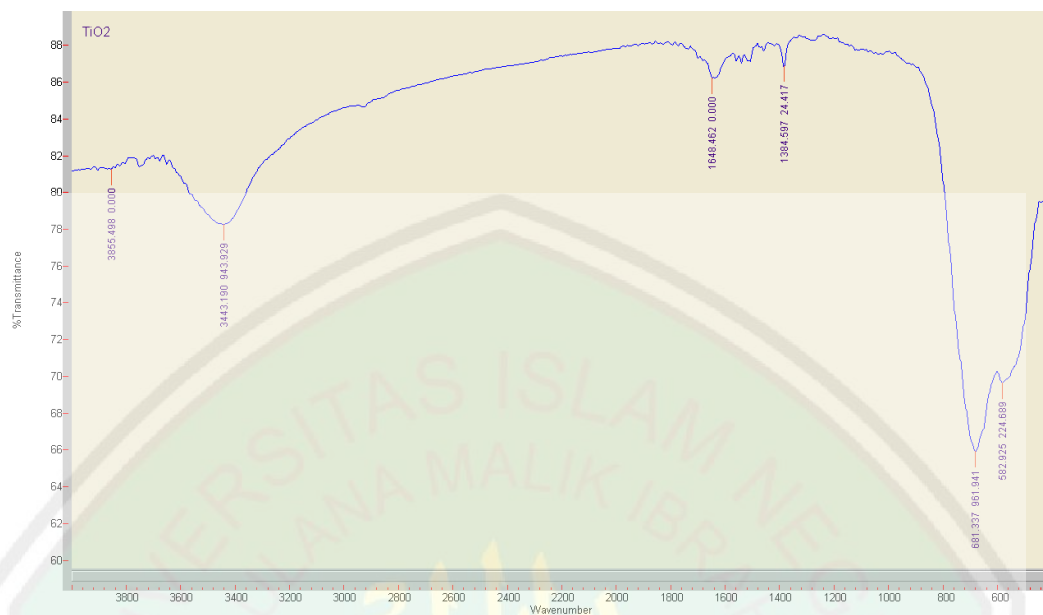
### L.6.3. $\text{TiO}_2$ -CTAB 200°C



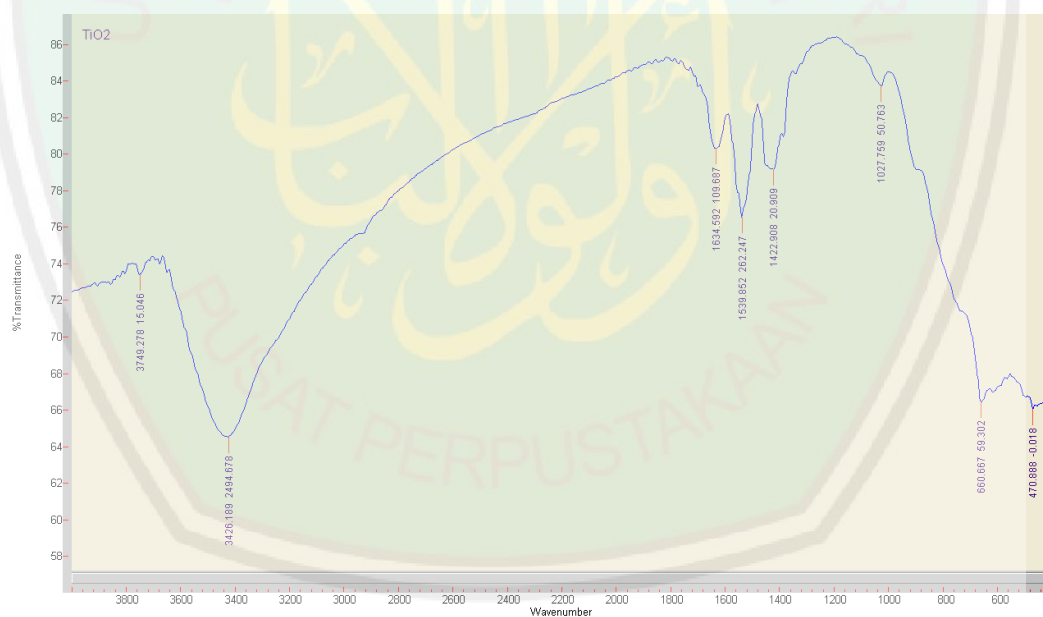
### L.6.4. $\text{TiO}_2$ -CTAB 225°C



### L.6.5. $\text{TiO}_2$ (Sigma Aldrich)



### L.6.6. CTAB (Merck)





## Lampiran 7. Hasil Karakterisasi BET Luas Permukaan

### L.7.1. TiO<sub>2</sub>-CTAB 150°C

| Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction<br>for NOVA instruments<br>©1994-2007, Quantachrome Instruments<br>version 10.01 |                 |                                                      |                                     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------|
| Analysis                                                                                                                               |                 | Report                                               |                                     |
| Operator:ITS                                                                                                                           | Date:2018/11/23 | Operator:ITS                                         | Date:11/23/2018                     |
| Sample ID: Nelly                                                                                                                       | Filename:       | C:\QCdata\Physisorb\2018\18112301 TiO2 CTAB 150C.qps |                                     |
| Sample Desc: Serbuk                                                                                                                    | Comment:        | 22 November 2018                                     |                                     |
| Sample weight: 0.0442 g                                                                                                                | Sample Volume:  | 0.000333 cc                                          |                                     |
| Outgas Time: 3.0 hrs                                                                                                                   | OutgasTemp:     | 300.0 C                                              |                                     |
| Analysis gas: Nitrogen                                                                                                                 | Bath Temp:      | 77.3 K                                               |                                     |
| Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)                                                                                                 | Equil time:     | 120/120 sec (ads/des)                                | Equil timeout:240/240 sec (ads/des) |
| Analysis Time: 58.5 min                                                                                                                | End of run:     | 2018/11/23 9:12:51                                   | Instrument: Nova Station A          |
| Cell ID: 2                                                                                                                             |                 |                                                      |                                     |
| Adsorbate                                                                                                                              | Nitrogen        | Temperature                                          | 77.350K                             |
| Molec. Wt.: 28.013 g                                                                                                                   | Cross Section:  | 16.200 Å <sup>2</sup>                                | Liquid Density: 0.808 g/cc          |
| Relative Pressure                                                                                                                      | Volume @ STP    | 1 / [ W((Po/P) - 1) ]                                |                                     |
| P/Po                                                                                                                                   | cc/g            |                                                      |                                     |
| 1.00581e-01                                                                                                                            | 26.2618         | 3.4071e+00                                           |                                     |
| 1.45486e-01                                                                                                                            | 29.7520         | 4.5786e+00                                           |                                     |
| 2.01905e-01                                                                                                                            | 34.1700         | 5.9238e+00                                           |                                     |
| 2.45839e-01                                                                                                                            | 37.3299         | 6.9868e+00                                           |                                     |
| 3.01099e-01                                                                                                                            | 40.2744         | 8.5588e+00                                           |                                     |
| BET summary                                                                                                                            |                 |                                                      |                                     |
| Slope =                                                                                                                                |                 | 25.361                                               |                                     |
| Intercept =                                                                                                                            |                 | 8.446e-01                                            |                                     |
| Correlation coefficient, r =                                                                                                           |                 | 0.999430                                             |                                     |
| C constant=                                                                                                                            |                 | 31.026                                               |                                     |
| Surface Area =                                                                                                                         |                 | 132.892 m <sup>2</sup> /g                            |                                     |

### L.7.2. TiO<sub>2</sub>-CTAB 175°C

| Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction<br>for NOVA instruments<br>©1994-2007, Quantachrome Instruments<br>version 10.01 |                 |                                                          |                            |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------------------------------|----------------------------|
| Analysis                                                                                                                               |                 | Report                                                   |                            |
| Operator:ITS                                                                                                                           | Date:2018/11/23 | Operator:ITS                                             | Date:11/23/2018            |
| Sample ID: Nelly                                                                                                                       | Filename:       | C:\QCdata\Physisorb\2018\18112201 TiO2 CTAB 175C.qps     |                            |
| Sample Desc: Serbuk                                                                                                                    | Comment:        | 22 November 2018                                         |                            |
| Sample weight: 0.06 g                                                                                                                  | Sample Volume:  | 0.008133 cc                                              |                            |
| Outgas Time: 3.0 hrs                                                                                                                   | OutgasTemp:     | 300.0 C                                                  |                            |
| Analysis gas: Nitrogen                                                                                                                 | Bath Temp:      | 77.3 K                                                   |                            |
| Press. Tolerance:0.100/0.100 (ads/des)                                                                                                 | Equil time:     | 120/120 sec (ads/des)Equil timeout:240/240 sec (ads/des) |                            |
| Analysis Time: 69.5 min                                                                                                                | End of run:     | 2018/11/23 0:46:13 Instrument: Nova Station A            |                            |
| Cell ID: 1                                                                                                                             |                 |                                                          |                            |
| Adsorbate                                                                                                                              | Nitrogen        | Temperature                                              | 77.350K                    |
| Molec. Wt.: 28.013 g                                                                                                                   | Cross Section:  | 16.200 Å²                                                | Liquid Density: 0.808 g/cc |
| Relative Pressure                                                                                                                      |                 | Volume @ STP                                             | 1 / [ W((Po/P) - 1) ]      |
| P/Po                                                                                                                                   |                 | cc/g                                                     |                            |
| 1.01446e-01                                                                                                                            |                 | 47.5489                                                  | 1.8998e+00                 |
| 1.46497e-01                                                                                                                            |                 | 53.7740                                                  | 2.5539e+00                 |
| 1.95700e-01                                                                                                                            |                 | 59.8153                                                  | 3.2547e+00                 |
| 2.45701e-01                                                                                                                            |                 | 65.1767                                                  | 3.9987e+00                 |
| 2.96383e-01                                                                                                                            |                 | 69.6402                                                  | 4.8396e+00                 |
| BET summary                                                                                                                            |                 |                                                          |                            |
| Slope =                                                                                                                                |                 | 14.983                                                   |                            |
| Intercept =                                                                                                                            |                 | 3.555e-01                                                |                            |
| Correlation coefficient, r =                                                                                                           |                 | 0.999533                                                 |                            |
| C constant=                                                                                                                            |                 | 43.149                                                   |                            |
| Surface Area =                                                                                                                         |                 | 227.043 m²/g                                             |                            |

### L.7.3. TiO<sub>2</sub>-CTAB 200°C

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

|                                         |                                                                |                                      |                  |
|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------------|--------------------------------------|------------------|
| Analysis                                |                                                                | Report                               |                  |
| Operator: ITS                           | Date: 2018/11/22                                               | Operator: ITS                        | Date: 11/23/2018 |
| Sample ID: Nelly Safitri                | Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18112201 TiO2-CTAB 200C.qps |                                      |                  |
| Sample Desc: Serbuk                     | Comment: 22 November 2018                                      |                                      |                  |
| Sample weight: 0.0467 g                 | Sample Volume: 0.00811 cc                                      |                                      |                  |
| Outgas Time: 3.0 hrs                    | Outgas Temp: 300.0 C                                           |                                      |                  |
| Analysis gas: Nitrogen                  | Bath Temp: 77.3 K                                              |                                      |                  |
| Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) | Equil time: 120/120 sec (ads/des)                              | Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) |                  |
| Analysis Time: 48.0 min                 | End of run: 2018/11/22 15:02:10                                | Instrument: Nova Station A           |                  |
| Cell ID: 1                              |                                                                |                                      |                  |
| Adsorbate: Nitrogen                     | Temperature: 77.350K                                           |                                      |                  |
| Molec. Wt.: 28.013 g                    | Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>                           | Liquid Density: 0.808 g/cc           |                  |

| Relative Pressure | Volume @ STP | 1 / [ W((Po/P) - 1) ] |
|-------------------|--------------|-----------------------|
| P/Po              | cc/g         |                       |
| 1.01702e-01       | 12.5073      | 7.2426e+00            |
| 1.49024e-01       | 14.1980      | 9.8687e+00            |
| 1.98462e-01       | 15.8073      | 1.2533e+01            |
| 2.47781e-01       | 16.9970      | 1.5506e+01            |
| 2.97073e-01       | 18.5289      | 1.8250e+01            |

BET summary

|                              |                          |
|------------------------------|--------------------------|
| Slope =                      | 56.493                   |
| Intercept =                  | 1.449e+00                |
| Correlation coefficient, r = | 0.999853                 |
| C constant =                 | 39.995                   |
| Surface Area =               | 60.104 m <sup>2</sup> /g |

### L.7.4. TiO<sub>2</sub>-CTAB 225°C

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2007, Quantachrome Instruments  
version 10.01

|                                         |                                                                |                                      |                  |
|-----------------------------------------|----------------------------------------------------------------|--------------------------------------|------------------|
| Analysis                                |                                                                | Report                               |                  |
| Operator: ITS                           | Date: 2018/11/22                                               | Operator: ITS                        | Date: 11/23/2018 |
| Sample ID: Nelly Safitri                | Filename: C:\QCdata\Physisorb\2018\18112201 TiO2-CTAB 225C.qps |                                      |                  |
| Sample Desc: Serbuk                     | Comment: 22 November 2018                                      |                                      |                  |
| Sample weight: 0.0539 g                 | Sample Volume: 0.01442 cc                                      |                                      |                  |
| Outgas Time: 3.0 hrs                    | Outgas Temp: 300.0 C                                           |                                      |                  |
| Analysis gas: Nitrogen                  | Bath Temp: 77.3 K                                              |                                      |                  |
| Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des) | Equil time: 120/120 sec (ads/des)                              | Equil timeout: 240/240 sec (ads/des) |                  |
| Analysis Time: 56.6 min                 | End of run: 2018/11/22 8:14:05                                 | Instrument: Nova Station A           |                  |
| Cell ID: 1                              |                                                                |                                      |                  |
| Adsorbate: Nitrogen                     | Temperature: 77.350K                                           |                                      |                  |
| Molec. Wt.: 28.013 g                    | Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup>                           | Liquid Density: 0.808 g/cc           |                  |

| Relative Pressure | Volume @ STP | 1 / [ W((Po/P) - 1) ] |
|-------------------|--------------|-----------------------|
| P/Po              | cc/g         |                       |
| 1.02400e-01       | 12.5568      | 7.2693e+00            |
| 1.48643e-01       | 14.3156      | 9.7583e+00            |
| 1.96719e-01       | 16.1237      | 1.2152e+01            |
| 2.45677e-01       | 17.5654      | 1.4835e+01            |
| 2.95121e-01       | 18.9611      | 1.7667e+01            |

BET summary

|                              |                          |
|------------------------------|--------------------------|
| Slope =                      | 53.637                   |
| Intercept =                  | 1.732e+00                |
| Correlation coefficient, r = | 0.999711                 |
| C constant =                 | 31.972                   |
| Surface Area =               | 62.896 m <sup>2</sup> /g |