

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub> MESOPORI  
TERDOPING GALIUM (III) DENGAN VARIASI KONSENTRASI  
DOPAN Ga<sup>3+</sup> MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:  
**YOLANDA SINTIA DEWI**  
NIM. 15630068



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub> MESOPORI  
TERDOPING GALIUM (III) DENGAN VARIASI KONSENTRASI  
DOPAN Ga<sup>3+</sup> MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**YOLANDA SINTIA DEWI**  
**NIM. 15630068**

**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 FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub> MESOPORI  
TERDOPING GALIUM (III) DENGAN VARIASI KONSENTRASI  
DOPAN Ga<sup>3+</sup> MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**YOLANDA SINTIA DEWI**  
NIM. 15630068

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 19 Juni 2019

**Pembimbing I**



**Nur Aini, M.Si**  
NIP. 19840608 201903 2 009

**Pembimbing II**



**A. Ghanaim Fasya, M.Si**  
NIP. 19820616 200604 1 002

**Mengetahui,**  
**Ketua Jurusan Kimia**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub> MESOPORI  
TERDOPING GALIUM (III) DENGAN VARIASI KONSENTRASI  
DOPAN Ga<sup>3+</sup> MENGGUNAKAN METODE SONIKASI**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**YOLANDA SINTIA DEWI**  
NIM. 15630068

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 19 Juni 2019

**Penguji Utama** : Himmatul Barroroh, M.Si  
NIP. 19750730 200312 2 001

  
(.....)

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

  
(.....)

**Sekretaris Penguji** : Nur Aini, M.Si  
NIP. 19840608 201903 2 009

  
(.....)

**Anggota Penguji** : A. Ghanaim Fasya, M.Si  
NIP. 19820616 200604 1 002

  
(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan**



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

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Yolanda Sintia Dewi

NIM : 15630068

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Mesopori  
Terdoping Galium (III) Dengan Variasi Konsentrasi  
Dopan Ga<sup>3+</sup> Menggunakan Metode Sonikasi”

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

Malang, 19 Juni 2019

Yang Membuat Pernyataan,



Yolanda Sintia Dewi

NIM. 15630068

MOTTO

**Y  
O  
U**

**MAKE LIVING  
BY WHAT YOU  
EARN**

**MAKE LIFE  
BY WHAT YOU  
GIVE**

**Y  
O  
U**



## HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua saya, ayah dan ibuku tercinta, Bapak Samir dan Ibu Kholifah. Terimakasih atas doa yang selalu dipanjatkan untuk keselamatan diri, kelancaran urusan, dan keberhasilanku. Terimakasih atas dukungan dan nasehatnya untuk saya agar selalu yakin, semangat, percaya diri, dan berusaha untuk menjadi yang lebih baik. Terimakasih pula atas tetesan keringat yang telah ayah dan ibu keluarkan demi kehidupan saya di masa lalu, sekarang, dan masa depan. Semoga diberkahi Allah. Kedua, teruntuk kakak saya tercinta, Nurul Hidayah, terimakasih atas do'a, dukungan, dan nasehatnya.

Teruntuk pula sahabat-sahabatku tercinta, terimakasih atas semangat, nasehat, do'a, canda tawa, dan kebersamaannya selama perkuliahan, semoga persahabatan kita tak terbatas jarak maupun waktu.

## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq dan hdayah-Nya kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Sintesis Dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium (III) Dengan Variasi Konsentrasi Dopan Ga<sup>3+</sup> Menggunakan Metode Sonikasi”** ini. Sholawat dan salam semoga senantiasa dilimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya dan para pengikutnya. Skripsi ini dapat disusun dan diselesaikan atas kontribusi, dukungan, motivasi, dan bimbingan dari berbagai pihak sebagai akibat keterbatasan pengetahuan yang penulis miliki. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua tersayang Bapak Samir dan Ibu Kholifah yang senantiasa memberikan do'a, semangat, dan motivasi agar terus berusaha, berdo'a, selalu yakin dan berharap kepada-Nya, sehingga penelitian dan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si dan bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku dosen pembimbing yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, dan motivasi, sehingga penelitian dan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan motivasi dan nasehat, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.

4. Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang selalu sabar untuk memberikan bimbingan, nasehat, dan motivasi, sehingga penulisan naskah skripsi ini terutama bagian integrasi sains dan islam dapat terselesaikan.
5. Ibu Himmatul Barroroh, M.Si selaku dosen penguji yang selalu sabar untuk memberikan nasehat, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar atau pedoman bagi penulis untuk menyelesaikan penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
7. Laboran jurusan kimia seperti mbak Is, mbak Susi, mbak Rika, mbak Mei, pak Abi, pak Royyan, dan pak Taufik yang telah banyak membantu selama proses penelitian.
8. Teman satu tim riset fotokatalis yang telah banyak membantu selama proses penelitian.
9. Sahabatku tercinta Nur Afifatul Farida, Dida Halimatus Sa'diyah, Roisyatul Habibah, Firda Marantika Fikri, dan Lailatusajja yang selalu memberikan do'a, dukungan, nasehat, dan motivasi, sehingga penulisan naskah skripsi ini dapat terselesaikan.
10. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam naskah skripsi ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

Penulis sadar bahwa dalam penyusunan naskah skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, segala kritik dan saran akan penulis terima

dengan lapang hati dan mohon maaf kepada semua pihak apabila terdapat kesalahan selama penyusunan. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan. Demikian skripsi ini penulis susun, semoga dapat memberikan manfaat bagi semua pihak

Malang, 19 Juni 2019

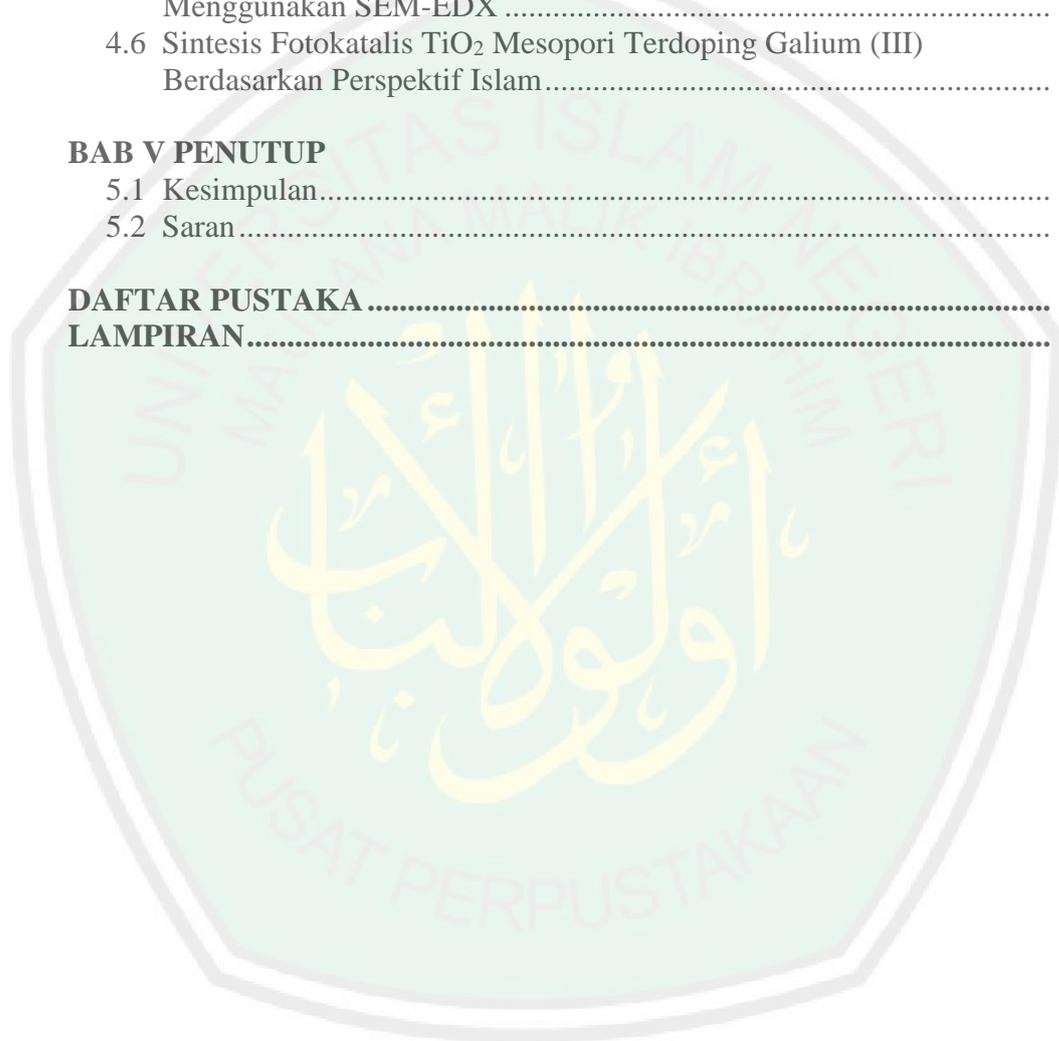
Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>MOTTO .....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI .....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR PERSAMAAN.....</b>	<b>xviii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>xix</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xx</b>
<b>المخلص .....</b>	<b>xxi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	7
1.3 Tujuan Penelitian.....	8
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat.....	8
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Material Semikonduktor Sebagai Fotokatalis .....	9
2.2 Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) Sebagai Fotokatalis .....	14
2.3 Pengaruh Surfaktan Sebagai Fotokatalis .....	19
2.4 Sintesis Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Menggunakan Metode Sonikasi .....	27
2.5 Pandangan Islam tentang Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium untuk Pengolahan Limbah Zat Warna Tekstil.....	31
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan.....	36
3.2 Alat dan Bahan .....	36
3.2.1 Alat.....	36
3.2.2 Bahan .....	36
3.3 Tahapan Penelitian .....	37
3.4 Prosedur Kerja.....	37
3.4.1 Sintesis TiO <sub>2</sub> Terdoping Galium III (Ga <sup>3+</sup> ) 0; 0,5; 1; dan 2% dengan Metode Sonikasi.....	37
3.4.2 Karakterisasi Menggunakan XRD .....	38
3.4.3 Karakterisasi Menggunakan FTIR.....	38
3.4.4 Karakterisasi Menggunakan DRS.....	39
3.4.5 Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> .....	39
3.4.5 Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX.....	40
3.5 Analisa Data .....	40

<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Sintesis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium (III) .....	45
4.2 Karakterisasi Struktur Hasil Sintesis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium .....	54
4.3 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium Menggunakan DRS .....	62
4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> .....	67
4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium Menggunakan SEM-EDX .....	70
4.6 Sintesis Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium (III) Berdasarkan Perspektif Islam .....	73
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	79
5.2 Saran .....	80
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>81</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>82</b>



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir.....	91
Lampiran 2	Perhitungan dalam Sintesis Material .....	93
Lampiran 3	Dokumentasi Proses Sintesis Material .....	95
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD .....	97
Lampiran 5	Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Menggunakan Program Rietica .....	104
Lampiran 6	Hasil Spektra IR .....	109
Lampiran 7	Hasil Karakterisasi Menggunakan DRS .....	111
Lampiran 8	Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N <sub>2</sub> .....	117
Lampiran 9	Penentuan Luas Permukaan Menggunakan Metode BET .....	122
Lampiran 10	Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX.....	124



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Polimorf TiO <sub>2</sub> (a) anatase (b) rutil (c) brookit .....	10
Gambar 2.2	Diagram orbital ikatan TiO <sub>2</sub> fasa anatase .....	12
Gambar 2.3	Mekanisme degradasi polutan organik oleh semikonduktor fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	13
Gambar 2.4	Difraktogram TiO <sub>2</sub> terdoping galium .....	16
Gambar 2.5	Hasil karakterisasi menggunakan TEM, (a) TiO <sub>2</sub> tanpa doping, (b) TiO <sub>2</sub> terdoping 0,6% gallium .....	17
Gambar 2.6	Spektra DRS Ga-TiO <sub>2</sub> .....	17
Gambar 2.7	Spektra IR meso TiO <sub>2</sub> terdoping gallium .....	18
Gambar 2.8	Pembentukan misel dari surfaktan ketika CMC .....	20
Gambar 2.9	Tipe <i>hysteresis loop</i> pada material padatan mesopori .....	21
Gambar 2.10	Interaksi TiO <sub>2</sub> dengan surfaktan CTAB pada pH ≤ 4 .....	21
Gambar 2.11	Pola difraksi sinar-X dari (a)TiO <sub>2</sub> tanpa surfaktan, (b)TiO <sub>2</sub> -CTAB, (c) TiO <sub>2</sub> -SDBS, dan (d) TiO <sub>2</sub> -PEG .....	22
Gambar 2.12	Kurva adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> dan Distribusi ukuran pori dari (a) TiO <sub>2</sub> tanpa surfaktan, (b) TiO <sub>2</sub> -CTAB, (c) TiO <sub>2</sub> -SDBS, dan (d) TiO <sub>2</sub> -PEG .....	23
Gambar 2.13	Morfologi permukaan dari (a) TiO <sub>2</sub> tanpa surfaktan, (b) TiO <sub>2</sub> -CTAB, (c) TiO <sub>2</sub> -SDBS, dan (d) TiO <sub>2</sub> -PEG .....	23
Gambar 2.14	Pola difraksi sinar-X (a) TiO <sub>2</sub> hasil sintesis, (b) TiO <sub>2</sub> -OTAB, (c) TiO <sub>2</sub> -DOTAB, d) TiO <sub>2</sub> -CTAB, dan e) P25 .....	24
Gambar 2.15	Isoterm adsorpsi dan desorpsi N <sub>2</sub> menggunakan metode BJH dari TiO <sub>2</sub> -CTAB .....	24
Gambar 2.16	Morfologi partikel (a) TiO <sub>2</sub> -CTAB, (b) TiO <sub>2</sub> -PVP, (c) dan (d) TiO <sub>2</sub> tanpa surfaktan .....	25
Gambar 2.17	Morfologi partikel (a) TiO <sub>2</sub> dan (b) TiO <sub>2</sub> -CTAB .....	26
Gambar 2.18	Pola difraksi sinar-X dari P25 (paling atas), meso-TiO <sub>2</sub> , 0,5% W-TiO <sub>2</sub> , dan 2% W-TiO <sub>2</sub> .....	27
Gambar 2.19	Isoterm adsorpsi dan desorpsi N <sub>2</sub> menggunakan metode BET dari P25, meso-TiO <sub>2</sub> , 0,5% W-TiO <sub>2</sub> , dan 2% W-TiO <sub>2</sub> .....	27
Gambar 2.20	Skematik proses kavitas akustik .....	29
Gambar 2.21	Pola difraksi sinar-X TiO <sub>2</sub> -Zn dengan variasi suhu kalsinasi ....	30
Gambar 2.22	Hasil karakterisasi TEM TiO <sub>2</sub> hasil sintesis dengan waktu sonikasi 30 menit .....	30
Gambar 2.23	Pola difraksi sinar-X dari (a) TiO <sub>2</sub> (CV), (b) TiO <sub>2</sub> (US), (c) Fe-TiO <sub>2</sub> (CV), (d) Fe-TiO <sub>2</sub> (US), (e) Ce-TiO <sub>2</sub> (CV), dan (f) Ce-TiO <sub>2</sub> (US) .....	31
Gambar 2.24	Hasil karakterisasi menggunakan TEM dari (a) TiO <sub>2</sub> , (b) Fe-TiO <sub>2</sub> , dan (c) Ce-TiO <sub>2</sub> yang disintesis menggunakan metode sonikasi .....	31
Gambar 4.1	Proses sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dengan (a) hasil pencampuran TTIP dalam isopropanol, (b) hasil pelarutan CTAB dalam isopropanol, dan (c) proses sonikasi larutan a dan b .....	46
Gambar 4.2	Proses sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori dimana (a) hasil pencampuran TTIP, CTAB, asam asetat, dan isopropanol; (b) hasil gel	

	setelah <i>aging</i> larutan a selama 3 hari; (c) hasil pengeringan larutan b pada suhu 100°C; dan (d) hasil pelet padatan c yang dihasilkan.....	46
Gambar 4.3	Proses sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium dimana (a) hasil pencampuran TTIP, Ga( <i>acac</i> ) <sub>3</sub> , CTAB, asam asetat, dan isopropanol; (b) hasil gel setelah <i>aging</i> larutan a selama 3 hari; (c) hasil pengeringan larutan b pada suhu 100°C; dan (d) hasil pelet padatan c yang dihasilkan.....	47
Gambar 4.4	Hasil sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium (a) 0; (b) 0,5; (c) 1; (d) 1,5; dan (e) 2% setelah kalsinasi .....	47
Gambar 4.5	Dugaan mekanisme (a) reaksi <i>alcoholic permutation</i> antara TTIP dengan isopropanol, (b) reaksi esterifikasi antara TTIP dengan asam asetat, dan (c) reaksi kondensasi pembentukan dimer Ti <sub>2</sub> (OiPr) <sub>6</sub> (OAc) <sub>2</sub> .....	48
Gambar 4.6	Dugaan reaksi pembentukan polimer dari penggabungan dimer Ti <sub>2</sub> (OiPr) <sub>6</sub> (OAc) <sub>2</sub> .....	49
Gambar 4.7	Dugaan reaksi pembentukan H <sub>2</sub> O secara <i>in situ</i> pada <i>non-hydrolytic hydroxylation</i> .....	50
Gambar 4.8	Dugaan (a) mekanisme reaksi hidrolisis TTIP oleh H <sub>2</sub> O, (b) reaksi hidrolisis Ti(OiPr) <sub>3</sub> (OH) oleh H <sub>2</sub> O, (c) mekanisme reaksi esterifikasi dengan adanya asam asetat.....	51
Gambar 4.9	Dugaan reaksi (a) pembentukan senyawa kompleks dengan terbentuknya jembatan <i>-ol</i> , (b) polimerisasi melalui reaksi <i>oxolation</i> atau pembentukan jembatan <i>-oxo</i> .....	52
Gambar 4.10	Dugaan reaksi polimerisasi melalui reaksi <i>alkoxolation</i> atau pembentukan jembatan <i>alkoxo</i> .....	53
Gambar 4.11	Dugaan interaksi antara CTAB dengan TiO <sub>2</sub> pada pembentukan misel.....	54
Gambar 4.12	Interaksi antara CTAB dengan TiO <sub>2</sub> melalui (a) interaksi elektrostatis dan (b) ikatan hidrogen.....	54
Gambar 4.13	Pola difraksi sinar-X TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping Ga (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% .....	55
Gambar 4.14	Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X pada posisi $2\theta = 25^\circ$ .....	56
Gambar 4.15	Spektra IR dari (a) surfaktan CTAB, (b) TiO <sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi, dan (c) TiO <sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi .....	59
Gambar 4.16	Plot hasil DRS TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium antara reflektansi dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm .....	63
Gambar 4.17	Plot hasil DRS TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium antara faktor Kubelka-Munk ( $F(R)$ ) dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm .....	64
Gambar 4.18	Penentuan nilai energi celah pita.....	64
Gambar 4.19	Dugaan diagram pita energi TiO <sub>2</sub> terdoping Ga <sup>3+</sup> .....	66
Gambar 4.20	Isoterm adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> dari (a) TiO <sub>2</sub> Mesopori dan (b) TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%.....	68
Gambar 4.21	Penentuan luas permukaan menggunakan metode BET .....	68
Gambar 4.22	Distribusi ukuran pori dari (a) TiO <sub>2</sub> mesopori dan (b) TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping gallium 1% .....	69

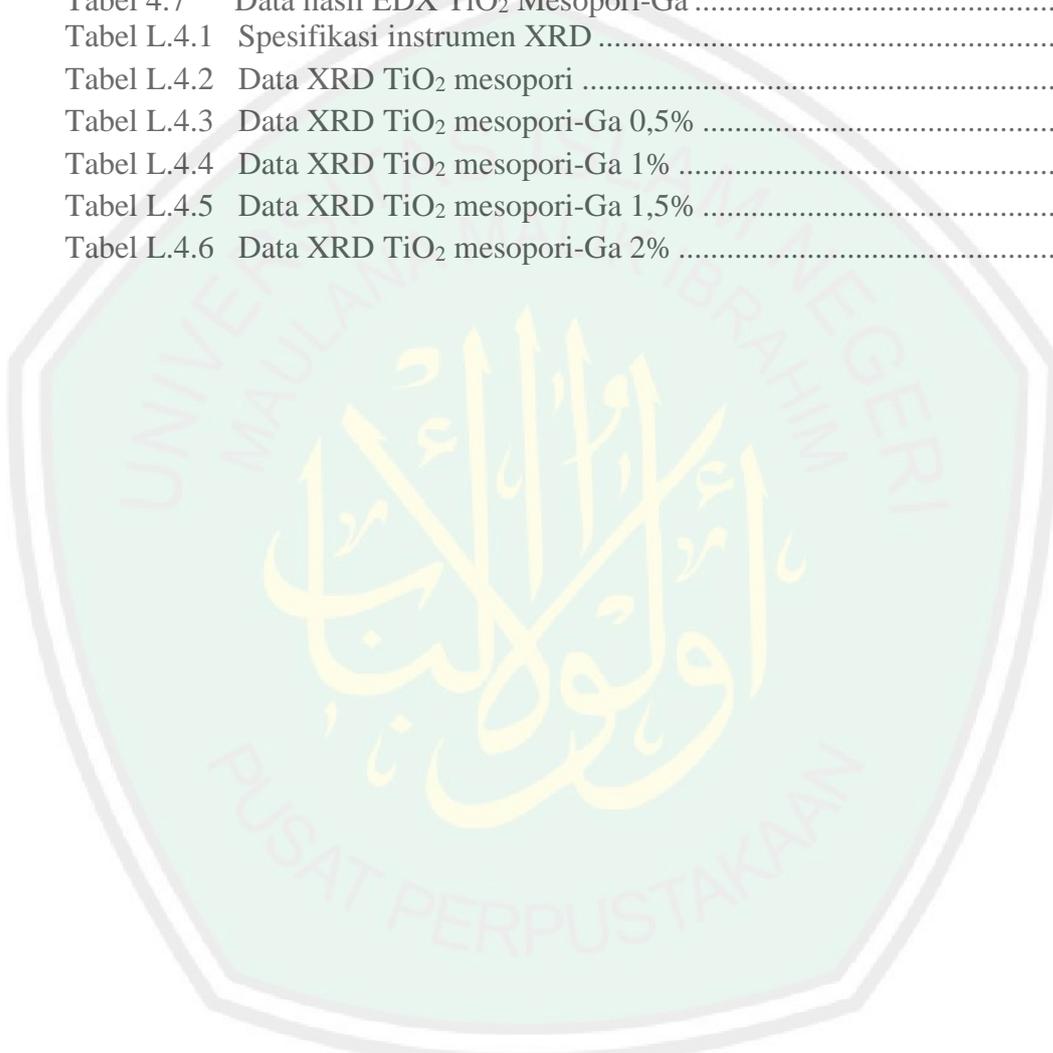
Gambar 4.23	Morfologi permukaan dari (a) TiO <sub>2</sub> mesopori, (b) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5%, (c) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1%, (d) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5%, dan (e) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% .....	71
Gambar 4.24	Mapping persebaran unsur pada (a) TiO <sub>2</sub> mesopori, (b) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5%, (c) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1%, (d) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5%, dan (e) TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% (warna merah menandakan persebaran unsur titanium (Ti), warna hijau menandakan persebaran unsur oksigen (O), dan warna biru menandakan persebaran unsur galium (Ga) .....	73
Gambar L.3.1	Proses sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium (a) stirer TTIP, Ga( <i>acac</i> ) <sub>3</sub> , CTAB, isopropanol, (b) hasil pencampuran prekursor pada larutan a, (c) proses sonikasi, (d) hasil larutan dengan penambahan asam asetat, (e) hasil gel setelah aging larutan d, (f) hasil pengeringan gel pada suhu 100°C, g) hasil pelet padatan yang dihasilkan, (h) hasil kalsinasi,(i) hasil penggerusan padatan hasil kalsinasi .....	95
Gambar L.3.2	Hasil sintesis TiO <sub>2</sub> mesopori terdoping galium (a) 0; (b) 0,5; (c) 1; (d) 1,5; dan (e) 2% .....	96
Gambar L.4.1	Difraktogram TiO <sub>2</sub> mesopori .....	98
Gambar L.4.2	Difraktogram TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5% .....	99
Gambar L.4.3	Difraktogram TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% .....	100
Gambar L.4.4	Difraktogram TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5% .....	101
Gambar L.4.5	Difraktogram TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% .....	102
Gambar L.5.1	Plot hasil <i>refinement</i> TiO <sub>2</sub> mesopori .....	104
Gambar L.5.2	Plot hasil <i>refinement</i> TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5% .....	105
Gambar L.5.3	Plot hasil <i>refinement</i> TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% .....	106
Gambar L.5.4	Plot hasil <i>refinement</i> TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5% .....	107
Gambar L.5.5	Plot hasil <i>refinement</i> TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% .....	108
Gambar L.6.1	Spektrum IR dari surfaktan CTAB .....	109
Gambar L.6.2	Spektrum IR TiO <sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi .....	109
Gambar L.6.3	Spektrum IR TiO <sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi .....	110
Gambar L.7.1	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> anatas (sigma-aldrich) .....	111
Gambar L.7.2	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> mesopori .....	112
Gambar L.7.3	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5% .....	113
Gambar L.7.4	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% .....	114
Gambar L.7.5	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5% .....	115
Gambar L.7.6	Nilai energi celah pita TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 2% .....	116
Gambar L.9.1	Penentuan luas permukaan pada TiO <sub>2</sub> mesopori .....	122
Gambar L.9.2	Penentuan luas permukaan pada TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% .....	123
Gambar L.10.1	Morfologi TiO <sub>2</sub> mesopori pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x .....	124
Gambar L.10.2	Morfologi TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x .....	124
Gambar L.10.3	Morfologi TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x .....	125
Gambar L.10.4	Morfologi TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x .....	125

Gambar L.10.5	Morfologi TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x.....	126
Gambar L.10.6	<i>Mapping</i> distribusi (a) semua unsur, (b) unsur titanium (Ti), dan (c) unsur oksigen (O) dalam TiO <sub>2</sub> mesopori pada perbesaran 5.000x .....	132
Gambar L.10.7	<i>Mapping</i> distribusi (a) semua unsur, (b) unsur titanium (Ti), (c) unsur galium (Ga), dan (d) unsur oksigen (O) dalam TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5% pada perbesaran 5.000x .....	133
Gambar L.10.8	<i>Mapping</i> distribusi (a) semua unsur, (b) unsur titanium (Ti), (c) unsur galium (Ga), dan (d) unsur oksigen (O) dalam TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% pada perbesaran 5.000x .....	134
Gambar L.10.9	<i>Mapping</i> distribusi (a) semua unsur, (b) unsur titanium (Ti), (c) unsur galium (Ga), dan (d) unsur oksigen (O) dalam TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5% pada perbesaran 5.000x .....	135
Gambar L.10.10	<i>Mapping</i> distribusi (a) semua unsur, (b) unsur titanium (Ti), (c) unsur galium (Ga), dan (d) unsur oksigen (O) dalam TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% pada perbesaran 5.000x .....	136



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data struktur kristal TiO <sub>2</sub> .....	11
Tabel 4.1	Data FWHM dari TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% .....	56
Tabel 4.2	Ukuran kristal dari TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% .....	57
Tabel 4.3	Data kristalografi TiO <sub>2</sub> hasil sintesis .....	58
Tabel 4.3	Identifikasi spektra IR.....	59
Tabel 4.5	Hasil penentuan energi celah pita TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga.....	65
Tabel 4.5	Hasil karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N <sub>2</sub> .....	69
Tabel 4.7	Data hasil EDX TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga .....	72
Tabel L.4.1	Spesifikasi instrumen XRD .....	97
Tabel L.4.2	Data XRD TiO <sub>2</sub> mesopori .....	98
Tabel L.4.3	Data XRD TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5% .....	99
Tabel L.4.4	Data XRD TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1% .....	100
Tabel L.4.5	Data XRD TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5% .....	101
Tabel L.4.6	Data XRD TiO <sub>2</sub> mesopori-Ga 2% .....	102



## DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1	Persamaan Debye-Scherrer .....	40
Persamaan 3.2	Persamaan Kubelka-Munk .....	41
Persamaan 3.3	Persamaan Tauc .....	43
Persamaan 3.4	Persamaan Tauc .....	43
Persamaan 3.5	Persamaan regresi linear pada Persamaan Tauc .....	43
Persamaan 3.6	Penentuan nilai panjang gelombang .....	43
Persamaan 3.7	Penentuan nilai dari berat gas nitrogen ( $N_2$ ) yang membentuk lapisan monolayer ( $W_m$ ) .....	44
Persamaan 3.8	Penentuan nilai luas permukaan ( $St$ ) .....	44



## ABSTRAK

Dewi, Yolanda Sintia. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium dengan Variasi Konsentrasi Dopan Ga<sup>3+</sup> Menggunakan Metode Sonikasi**. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si, Pembimbing II: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si, Konsultan: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

---

*Kata kunci: TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga, CTAB, metode sonikasi*

Material semikonduktor TiO<sub>2</sub> memiliki efisiensi sangat baik dalam mendegradasi limbah zat warna tekstil yang bersifat *non-biodegradable*. Namun, TiO<sub>2</sub> bersifat kurang aktif pada radiasi cahaya tampak yang merupakan komponen utama sinar matahari. Berdasarkan hal tersebut modifikasi TiO<sub>2</sub> dengan penambahan dopan galium dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> pada radiasi cahaya tampak. Kelemahan TiO<sub>2</sub> yang lain adalah memiliki luas permukaan yang rendah. Luas permukaan TiO<sub>2</sub> yang rendah mengakibatkan aktivitas fotokatalitik kurang maksimal. Salah satu cara meningkatkan luas permukaan TiO<sub>2</sub> adalah dengan adanya penambahan surfaktan CTAB sebagai *structure directing template*, sehingga dapat terbentuk TiO<sub>2</sub> mesopori dengan luas permukaan yang lebih tinggi.

TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% telah berhasil disintesis menggunakan metode sonikasi dengan suhu kalsinasi 450°C. Prekursor yang digunakan yaitu Titanium Isopropoksida (TTIP), Galium Asetilasetonat (Ga(*acac*)<sub>3</sub>), dan CTAB. Material hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>, *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX)*, dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*.

TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) teridentifikasi memiliki fasa anatase dengan grup ruang I4<sub>1/amd</sub> berdasarkan karakterisasi menggunakan XRD. Karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan bahwa surfaktan CTAB belum teruapkan secara sempurna pada suhu kalsinasi 450°C. Adanya penambahan surfaktan CTAB tersebut terbukti dapat membentuk TiO<sub>2</sub> dengan ukuran pori 2-50 nm (mesopori) berdasarkan analisis menggunakan Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>. Morfologi TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga yang diperoleh adalah tidak beraturan dengan distribusi komposisi unsur Ti, O, dan Ga yang merata berdasarkan hasil SEM-EDX. Karakterisasi menggunakan DRS menunjukkan bahwa adanya penambahan dopan galium pada TiO<sub>2</sub> mesopori terbukti dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik pada rentang radiasi elektromagnetik cahaya tampak berdasarkan nilai reflaktansi, F(R), dan energi celah pita. Hasil optimum didapatkan pada TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) 1% yang ditandai dengan nilai reflektansi paling rendah, nilai F(R) paling tinggi, dan nilai energi celah pita yang paling rendah (2,88 eV).

## ABSTRACT

Dewi, Yolanda Sintia. 2019. **Synthesis and Characterization Photocatalyst Gallium Doped Mesoporous TiO<sub>2</sub> With The Variation Concentration Of Ga<sup>3+</sup> Dopant Using Sonochemical Method**. Department of Chemistry, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I: Nur Aini, M.Si, Advisor II: Ahmad Ghanaim Fasya, M.Si, Consultant: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

---

*Keywords: Mesoporous Ga-TiO<sub>2</sub>, CTAB, sonochemical method*

TiO<sub>2</sub> semiconductor materials have very good efficiency in degrading textile dyestuffs that are non-biodegradable. However, TiO<sub>2</sub> is less active in visible radiation which is the main component of sunlight. Based on this modification of TiO<sub>2</sub> by the addition of gallium dopants can increase the photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> in visible light radiation. Another disadvantage of TiO<sub>2</sub> is having a low surface area. The low surface area of TiO<sub>2</sub> cause its photocatalytic activity is less maximal. One way to increase the surface area of TiO<sub>2</sub> is by adding CTAB surfactant as a structure directing template, so that mesoporous TiO<sub>2</sub> can be formed with a higher surface area.

Mesoporous gallium (III) 0; 0.5; 1; 1.5; and 2% doped TiO<sub>2</sub> have been successfully synthesized using the sonochemical method with calcination temperature at 450°C. The precursors that have been used are Titanium Isopropoxide (TTIP) and Gallium Acetylacetonate (Ga(acac)<sub>3</sub>), and CTAB. The synthesized materials then characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared (FTIR), N<sub>2</sub> Adsorption-desorption, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (SEM-EDX), and Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS).

Gallium (III) doped mesoporous TiO<sub>2</sub> was identified having anatase phase with space group I4<sub>1</sub>/amd based on characterization using XRD. Characterization using FTIR showed that CTAB surfactant was able to evaporate at calcination temperature at 450°C. The addition of CTAB surfactant proven to be able to form TiO<sub>2</sub> with a pore size of 2-50 nm (mesoporous) based on analysis using Adsorption-desorption N<sub>2</sub>. The morphology of mesoporous Ga-TiO<sub>2</sub> are irregular with a uniform distribution of the elements of Ti, O, and Ga based on the results of SEM-EDX. Characterization using DRS showed that the addition of gallium dopant on mesoporous TiO<sub>2</sub> proven to be able to increase photocatalytic activity in the range of visible light electromagnetic radiation based on the value of reflectance, F(R), and bandgap energy. The optimum results were obtained on gallium (III) 1% doped mesoporous TiO<sub>2</sub> which was characterized by the lowest reflectance value, the highest F(R) value, and the lowest band gap energy value (2.88 eV).

## المخلص

ديوي ، يولاندا سينتيا. ٢٠١٩. الاصطناع وتوصيف التحفيز الضوئي من ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري المخدرة بغاليوم بنثريات التركيز في طعم غاليوم باستخدام منهج الصوتنة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: نور عيني، الماجستير، المشرف الثاني: أحمد غنائم فشا، الماجستير؛ المستشار: دكتور أنطان بارستيا، الماجستير.

الكلمات المفتاحية: ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري المخدرة بغاليوم ، سيتيل تري أمونيوم برومايد، منهج الصوتنة تعتبر مادة شبه الموصل ثنائي أكسيد تيتانيوم بأنها ذات صلاحية راقية في الخطاط أصباغ المنسوجات اللا التحلل الحيوي. ومع ذلك ، فإن ثنائي أكسيد تيتانيوم أقل نشاطاً في الإشعاع المرئي الذي يعد المكون الرئيسي لأشعة الشمس. استناداً إلى هذه الخلفية، فتعديل ثنائي أكسيد تيتانيوم بإضافة غاليوم يمكن أن يزيد نشاطه التحفيز الضوئي في إشعاع النور المرئي. ونقصان ثنائي أكسيد تيتانيوم الآخر هو اتساع السطح المنخفض. وهذا يؤدي إلى تدهور جودة نشاطه التحفيز الضوئي. من إحدى الطرق لترقية اتساع سطح ثنائي أكسيد تيتانيوم هي إضافة التوتر السطحي من سيتيل تري أمونيوم برومايد كإخراج المرصاف البنيوي، حتى يتشكل ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري باتساع سطح أرفع.

ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري المخدر بغاليوم (٣) ، ٠ ، ٥ ، ١ ؛ ١ ، ٥ ، ١ ؛ ويتم اصطناع الثاني في المائة منها باستخدام منهج الصوتنة بدرجة مئوية ٤٥٠°. والمؤشر القبلي المستخدم هو تيتانيوم إيسو بروبوكسيد (TTIP)، غاليوم أسيتيل أسيتونات  $(Ga(acac)_3)$ ، وسيتيل تري أمونيوم برومايد. ويتم صناعة توصيف الناتج الاصطناعي باستخدام ال/أشعة السينية الشبكية (XRD)، لون فورير التحول (FTIR)، الامتزاز-الانتزاز لنتروجين، المجهر الإلكتروني الماسح -مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية (SEM-EDX)، ومطيافية الانعكاسية الناشرة (DRS).

ويتعرف ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري المخدرة بغاليوم (٣) بأن له مرحلة الأناز بمجموعة المكان  $I4_1/amd$  المتأسسة على التوصيف باستخدام XRD. فالتوصيف باستخدام لون فورير التحول تدل على أن التوتر السطحي من سيتيل تري أمونيوم برومايد لم تتبخر بأكملها في درجة مئوية ٤٥٠°. وإضافة التوتر السطحي من سيتيل تري أمونيوم برومايد تشكل ثنائي أكسيد تيتانيوم بحجم السم ٢-٥٠ نانو مترا (ميسوبوري) استناداً على التحليل باستخدام طريقة الامتزاز-الانتزاز لنتروجين. ومورفولوجية ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري-غاليوم المكتسبة هي الناتج الشذوذ بتوزيع المواد من عناصر تيتانيوم، أكسجين، وغاليوم العمة تبعاً لنتيجة SEM-EDX. فالتوصيف باستخدام DRS يدل على أن هناك إضافة طعم غاليوم في ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري ترقى نشاطه التحفيز الضوئي لفترة الأشعة من كهطيسي النور المرئي تبعاً إلى درجة انعكاسية، ف(ر)، وطاقة فرجة عصابية. وتكتسب نتيجة الكمالية في ثنائي أكسيد تيتانيوم ميسوبوري المخدرة بغاليوم (٣) بنسبة الواحد في المائة بدليل أدنى نتيجة انعكاسية، أسمى نتيجة ف(ر)، وأدنى نتيجة طاقة فرجة عصابية (٢، ٨٨، إلكترون فولط).

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Industri tekstil merupakan sektor yang sangat berkembang pesat di Indonesia. Jumlah dari industri tekstil dan produk tekstil (TPT) di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 5.273 industri (Badan Pusat Statistik, 2015). Namun, tingginya jumlah industri tersebut tidak diimbangi dengan pengolahan limbah zat warna tekstil yang dihasilkan, dimana sekitar 10-15% dari zat warna yang telah digunakan akan dibuang menjadi limbah, sehingga menyebabkan pencemaran air (Selvakumar, dkk., 2013). Limbah zat warna tekstil bersifat karsinogenik, toksik, dan *non-biodegradable*, sehingga tidak dapat terurai oleh adanya panas dan bakteri (Foo dan Hameed, 2012). Oleh karena itu, pembuangan limbah zat warna tekstil secara langsung ke sungai tanpa pengolahan terlebih dahulu dapat mengakibatkan beberapa permasalahan lingkungan.

Manusia memiliki posisi sebagai *khalifatullah fil 'ardh*, sehingga manusia memiliki pengaruh besar terhadap lingkungan. Allah telah berfirman dalam surat al Baqarah ayat 30 sebagai berikut:

إِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلٰئِكَةِ اِنِّيْ جَاعِلٌ فِي الْاَرْضِ خَلِيْفَةً ۗ قَالُوْۤا اَتَجْعَلُ فِيْهَا مَن يُفْسِدُ فِيْهَا وَيَسْفِكُ  
الْدِّمَآءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ اِنِّيْۤ اَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُوْنَ ۝۳۰

Artinya: “Dan (ingatlah) tatkala Tuhan engkau berkata kepada Malaikat: Sesungguhnya Aku hendak menjadikan di bumi seorang khalifah. Berkata mereka: Apakah Engkau hendak menjadikan padanya orang yang merusak di dalamnya dan menumpahkan darah, padahal kami bertasbih dengan memuji engkau dan memuliakan engkau? Dia berkata: Sesungguhnya Aku lebih mengetahui apa yang tidak kamu ketahui .”

Ibnu Jarir telah mengatakan bahwa, Muhammad Ibnu Ishaq menjelaskan sehubungan dengan surat al Baqarah ayat 30 dimana yang dimaksud khalifah di bumi adalah seluruh manusia (Ath-Thabari, 2007). Ayat ini kemudian diperjelas kembali melalui surat Yunus (10):14 dan Fathir (35):39 dimana manusia berperan sebagai khalifah di bumi. Pengolahan limbah zat warna tekstil menggunakan proses fotokatalisis untuk meminimalisir terjadinya pencemaran lingkungan merupakan salah satu bentuk tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* yang memiliki kewajiban dan tanggung jawab untuk memelihara kelestarian fungsi lingkungan hidup serta mencegah dan menanggulangi pencemaran lingkungan.

Limbah zat warna tekstil dapat diatasi dengan berbagai metode seperti adsorpsi, ultrafiltrasi, osmosis balik, koagulasi, dan pertukaran ion (Jin, dkk., 2014; Hosseini, dkk., 2016). Akan tetapi, metode tersebut dapat menghasilkan *sludge* (lumpur) dan produk samping yang tinggi, sehingga kurang efektif dalam mendegradasi limbah zat warna tekstil (Selvakumar, dkk., 2013).

Fotokatalisis merupakan metode alternatif yang ramah lingkungan dalam mengatasi permasalahan limbah organik seperti zat warna tekstil (Takeuchi, dkk., 2012; Jaganathan, dkk., 2014). Material fotokatalis dapat bersifat aktif dengan cara menyerap foton dari cahaya matahari, sehingga mampu mempercepat reaksi degradasi limbah organik tanpa berkurang jumlahnya (Umar dan Abdul, 2013). Limbah organik dapat terurai menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Molinari, dkk., 2010).

Material semikonduktor oksida seperti TiO<sub>2</sub>, ZnO, SnO<sub>2</sub> dan CeO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai fotokatalis (Khan, dkk., 2015). Fotokatalis TiO<sub>2</sub> merupakan

semikonduktor oksida yang memiliki efisiensi sangat baik dalam mendegradasi polutan organik (Jin, dkk., 2015). Kelebihan material semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dibandingkan dengan yang lain adalah bersifat inert, tidak mahal, memiliki stabilitas kimia yang tinggi, memiliki toksisitas biologi yang rendah, dapat digunakan berulang kali, ramah lingkungan, dan memiliki reaktivitas yang tinggi (Skocaj, dkk., 2011; Shalan, dkk., 2014; Chen, dkk., 2007; Khalid, dkk., 2017).

$\text{TiO}_2$  memiliki 3 fasa yang berbeda yaitu anatase, rutil, dan brookit (Reyes-Coronado, dkk., 2008).  $\text{TiO}_2$  fasa anatase memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi dengan energi celah pita sekitar 3,2 eV yang hanya dapat menyerap sinar UV yaitu pada panjang gelombang sekitar 388 nm (Tan, dkk., 2016). Energi celah pita  $\text{TiO}_2$  tersebut hanya bisa diaktifkan oleh sinar UV yang persentasenya hanya 4-5% dari sinar matahari (Jin, dkk., 2015). Oleh karena itu, fotokatalis  $\text{TiO}_2$  bersifat kurang aktif pada radiasi cahaya tampak yang merupakan komponen utama sinar matahari. Selain itu,  $\text{TiO}_2$  juga memiliki kelemahan berupa laju rekombinasi atau pemasangan kembali pasangan elektron-*hole* yang berjalan sangat cepat yaitu sekitar 10–100 ns (Park, dkk., 2013).

Berdasarkan hal tersebut modifikasi  $\text{TiO}_2$  adalah penting dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya. Salah satu bentuk modifikasi tersebut adalah dengan adanya penambahan agen pendoping (dopan) (Yan, dkk., 2013). Tujuan utama doping  $\text{TiO}_2$  adalah untuk menurunkan nilai energi celah pita  $\text{TiO}_2$  dan laju rekombinasi elektron-*hole* (Gupta dan Tripathi, 2011). Selama ini, doping banyak dilakukan dengan menggunakan logam seperti  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ , dan  $\text{Cr}^{3+}$  yang mana terbukti dapat menurunkan laju rekombinasi elektron-*hole* berdasarkan data *Photoluminescence* (PL) dan menurunkan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  berdasarkan data

DRS (Rashad, dkk., 2013; Hajjaji, dkk., 2014; Feng, dkk., 2013). Logam galium dilaporkan berpotensi untuk digunakan sebagai agen pendoping (dopan) (Li, 2015). Ion  $\text{Ga}^{3+}$  dapat berperan sebagai dopan pada  $\text{Ti}^{4+}$  dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  karena jari-jari ionik keduanya mempunyai perbedaan yang kecil dimana jari-jari ionik dari  $\text{Ga}^{3+}$  sebesar 62 pm dan  $\text{Ti}^{4+}$  sebesar 68 pm, sehingga perbedaannya adalah 8,8%. Berdasarkan jari-jari tersebut  $\text{Ga}^{3+}$  dapat mendoping  $\text{Ti}^{4+}$  secara substitusi dan akan menyebabkan distorsi struktur yang lebih kecil (Liu, dkk., 2015; Banerjee, dkk., 2012; Khan, dkk., 2017).

Penambahan dopan galium (Ga) pada  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik dengan cara membentuk pita energi baru diatas pita valensi pada  $\text{TiO}_2$ , sehingga transisi terjadi dari pita energi dopan menuju pita konduksi  $\text{TiO}_2$  (Ameta dan Ameta, dkk., 2012). Hal ini menyebabkan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  mengalami penurunan (Whang, dkk., 2005). Myilsamy, dkk. (2018) melaporkan bahwa penambahan dopan galium dengan konsentrasi 1,5% pada kisi kristal  $\text{TiO}_2$  menyebabkan penurunan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  yaitu dari 3,13 eV menjadi 2,53 eV. Singh, dkk. (2017) melaporkan bahwa energi celah pita  $\text{TiO}_2$  mengalami penurunan yaitu dari 3,2 eV menjadi 2,86 eV, tetapi pada penambahan dopan galium dengan konsentrasi 1%. Zhou, dkk. (2006) juga melaporkan bahwa adanya penambahan 0,1% galium pada  $\text{TiO}_2$  menyebabkan penurunan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  dari 3,15 eV menjadi 3,11 eV. Adanya penurunan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  menyebabkan terjadinya perluasan spektrum penyerapan sinar ke daerah cahaya tampak. Whang, dkk. (2005) melaporkan bahwa doping menggunakan logam galium menyebabkan serapan sinar meningkat pada daerah cahaya tampak yaitu sekitar 25 nm dari panjang gelombang  $\text{TiO}_2$  tanpa doping (388 nm). Selain itu,

galium juga berperan sebagai perangkap elektron (*electron trapper*) yang menyebabkan peningkatan pemisahan muatan elektron-hole, sehingga dapat menurunkan laju rekombinasi elektron-hole (Liu, dkk., 2015). Singh, dkk. (2017) melaporkan bahwa adanya dopan galium terbukti dapat menurunkan laju rekombinasi elektron-hole pada TiO<sub>2</sub> berdasarkan data PL.

Liu, dkk. (2015) telah mensintesis TiO<sub>2</sub> terdoping galium menggunakan metode *mild hydrothermal* pada variasi konsentrasi dopan Ga<sup>3+</sup> 0,1; 0,6; dan 1,2%. Hasil sintesis memperlihatkan bahwa TiO<sub>2</sub> terdoping Ga pada berbagai variasi konsentrasi mengkristal pada fase anatas murni. Dopan Galium juga dilaporkan dapat menghambat pertumbuhan butir TiO<sub>2</sub> dari data *Transmission Electron Microscopy* (TEM), sehingga dapat dihasilkan nanopartikel dengan ukuran 10-15 nm. Penambahan dopan Ga tersebut juga dapat meningkatkan absorpsi sinar di daerah cahaya tampak dengan serapan optimum pada konsentrasi Ga 0.6%. TiO<sub>2</sub> terdoping Ga 0,6% menghasilkan aktivitas fotokatalitik tertinggi dalam mendegradasi *methyl orange* yaitu sebesar 82,2%. Banerjee, dkk. (2012) juga melakukan sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping galium, tetapi menggunakan metode sol-gel dengan variasi konsentrasi dopan 0 dan 2%. Hasil sintesis dengan metode sol-gel juga menghasilkan fasa anatas murni dengan ukuran partikel 15,3 nm (TiO<sub>2</sub> tanpa doping) dan 17,8 nm (TiO<sub>2</sub> terdoping 2% Ga). TiO<sub>2</sub> terdoping Ga juga dilaporkan memiliki absorpsi yang lebih tinggi di daerah cahaya tampak. Hasil uji aktivitas fotokatalitik tertinggi pada degradasi Rhodamin B didapatkan pada saat konsentrasi dopan 2% yaitu sebesar 90% dalam waktu iradiasi 90 menit. Berdasarkan hasil tersebut dapat diketahui bahwa variasi konsentrasi dopan

galium dapat memberikan pengaruh yang berbeda terhadap karakteristik dan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub>.

Khatun, dkk. (2018) melaporkan bahwa adanya doping galium pada kisi kristal TiO<sub>2</sub> menyebabkan penghambatan transformasi fasa dari anatase menjadi rutil. Berdasarkan data XRD yang didapatkan dapat diketahui bahwa transformasi fasa tersebut baru terjadi pada suhu 750°C untuk Ti<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>O<sub>2</sub> dengan  $x = 0,075$  dan  $0,1$ . Penghambatan transformasi anatase ke rutil oleh dopan Ga ditandai pula dengan peningkatan energi aktivasi ( $E_a$ ) yaitu 125 kJ/mol (TiO<sub>2</sub> tanpa doping) sampai 300 kJ/mol (Ti<sub>0,99</sub>Ga<sub>0,1</sub>O<sub>2</sub>).

Kelemahan TiO<sub>2</sub> yang lain adalah memiliki luas permukaan yang rendah, dapat mengalami aglomerasi, memiliki afinitas kecil terhadap matriks organik, dan memiliki energi permukaan yang tinggi (Dong, dkk., 2015). Luas permukaan TiO<sub>2</sub> yang rendah mengakibatkan aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi polutan organik kurang maksimal. Salah satu cara meningkatkan luas permukaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> adalah dilakukan modifikasi permukaan dengan adanya penambahan surfaktan (Chen, dkk., 2012). Surfaktan berperan sebagai *structure directing template* untuk mengarahkan pembentukan pori pada kristal TiO<sub>2</sub>, sehingga dapat terbentuk TiO<sub>2</sub> mesopori dengan pori-pori yang seragam dan luas permukaan yang tinggi. TiO<sub>2</sub> mesopori memiliki volume pori besar yang mengakibatkan penyebaran situs aktif, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Dai, dkk., 2010; Mahoney dan Koodali, 2014). Abdel-Azim, dkk. (2014) telah mensintesis TiO<sub>2</sub> mesopori dengan metode sol-gel menggunakan berbagai variasi jenis surfaktan seperti *Cetyltrimethylammonium bromida* (CTAB), *Dodecylbenzenesulfonate* (DBS), dan *Nonylphenol ethoxylate* (NPE)

dengan kondisi pH asam dan basa. Hasil optimum didapatkan pada penambahan surfaktan CTAB dalam kondisi pH asam yang ditandai dengan luas permukaan tertinggi TiO<sub>2</sub> yaitu sebesar 86,7 cm<sup>3</sup>/g dan aktivitas fotokatalitik tertinggi TiO<sub>2</sub> pada degradasi naftalena yaitu sebesar 97% dalam waktu iradiasi 4 jam.

Berdasarkan hal tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) pada variasi konsentrasi dopan galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dengan penambahan surfaktan CTAB menggunakan metode sonikasi untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dopan galium terhadap karakteristik struktur, gugus fungsi, morfologi, komposisi unsur, serapan sinar, dan luas permukaan fotokatalis TiO<sub>2</sub>. Metode sonikasi didasarkan pada penggunaan radiasi gelombang ultrasonik dengan frekuensi yang tinggi untuk mensintesis material fotokatalis. Pemanfaatan gelombang ultrasonik dengan frekuensi tinggi dapat menyebabkan terjadinya efek kavitasi akustik. Kavitasi akustik mendorong terbentuknya ukuran partikel yang kecil, serbuk halus, dan struktur yang lebih homogen dalam waktu yang cepat (Guo, dkk., 2003; Perkas dkk. 2014). Selain itu, kelebihan metode ini yaitu bersifat sederhana dan mudah untuk dilakukan (Wattanawikkam dan Pecharapa, 2015). Selama ini, metode sonikasi dapat dimanfaatkan untuk sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping logam seperti Mg<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, dan Fe<sup>3+</sup> yang terbukti dapat menghasilkan nanopartikel TiO<sub>2</sub> dengan ukuran kristal berturut-turut 10,2; 12,6; dan 11,4 nm (Feng, dkk., 2013).

## 1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana karakter struktur, serapan sinar, energi celah pita, luas permukaan, ukuran pori, morfologi, komposisi unsur, dan distribusi unsur dari

material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping Ga (III) dengan penambahan surfaktan CTAB yang disintesis menggunakan metode sonikasi?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Untuk mengetahui karakter struktur, serapan sinar, energi celah pita, luas permukaan, ukuran pori, morfologi, komposisi unsur, dan distribusi unsur dari material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping Ga (III) dengan penambahan surfaktan CTAB yang disintesis menggunakan metode sonikasi.

### 1.4 Batasan Masalah

1. Perubahan karakter  $\text{TiO}_2$  dipelajari pada konsentrasi dopan Ga (III) sebesar 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% pada penambahan surfaktan CTAB 0,9 mM menggunakan instrumentasi *X-ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*, Adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$ , dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX)*.
2. Sintesis  $\text{TiO}_2$  dilakukan dengan metode sonikasi menggunakan *Ultrasonic Cleaning Bath* pada 42 kHz.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan diharapkan mampu memberikan pengetahuan yang baru mengenai karakteristik material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping galium (III) pada penambahan surfaktan CTAB 0,9 mM menggunakan metode sonikasi.

## BAB II

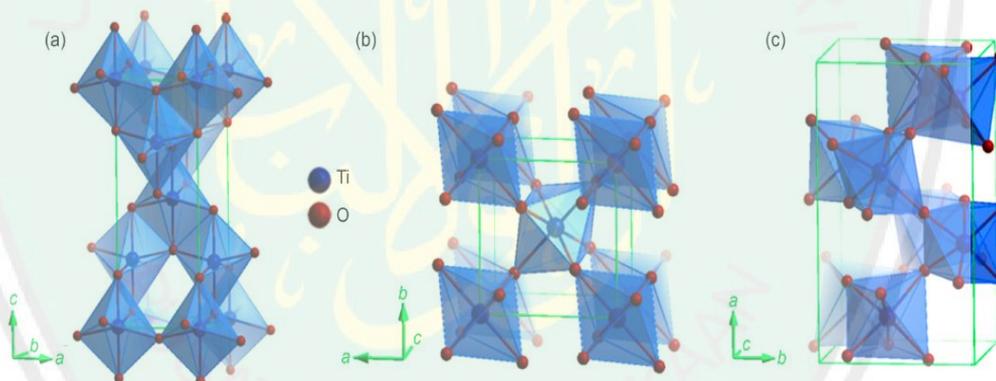
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Material Semikonduktor TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis

Semikonduktor adalah sekelompok bahan yang memiliki konduktivitas antara logam dan isolator (Neamen, 2008). Bahan semikonduktor memiliki nilai resistivitas listrik antara  $10^{-2}$ - $10^9$   $\Omega$  cm dengan energi celah pita diantara 0 sampai 4 eV (Yu dan Cardona, 2010). Semikonduktor dapat diklasifikasikan menjadi enam yaitu semikonduktor unsur, senyawa, logam oksida, berlapis, organik, magnetik dan *miscellaneous* (Neamen, 2008). Semikonduktor logam oksida merupakan gabungan antara logam dengan atom oksigen seperti TiO<sub>2</sub>, ZnO, SnO<sub>2</sub> dan In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Bao, dkk., 2012).

Semikonduktor TiO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai material dalam reaksi fotokatalisis yang merupakan reaksi untuk mempercepat degradasi polutan organik menjadi karbon dioksida, air, dan zat anorganik nontoksik (Diebold, 2003; Dong, dkk., 2015; Umar dan Abdul, 2013). Kelebihan material semikonduktor TiO<sub>2</sub> dibandingkan dengan yang lain adalah bersifat stabil, tersedia secara luas, dapat digunakan berulang kali tanpa mengurangi aktivitasnya, ramah lingkungan, memiliki toksisitas biologi yang rendah baik bagi manusia maupun lingkungan, memiliki reaktivitas yang tinggi, memiliki nilai potensial redoks yang tinggi, memiliki sifat biokompatibilitas yang baik, dan memiliki stabilitas kimia yang tinggi (Skocaj, dkk., 2011; Dong, dkk., 2015; Chen, dkk., 2007; Guo dkk. 2016; Khalid, dkk., 2017; Etacheri, dkk., 2015; Bolis, dkk., 2012; Enesca, dkk., 2007).

TiO<sub>2</sub> memiliki 3 fasa yang berbeda yaitu anatas, rutil, dan brookit (Reyes-Coronado, dkk., 2008). TiO<sub>2</sub> fasa anatas dan brookit bersifat metastabil dimana dengan adanya peningkatan suhu kedua fasa tersebut secara *irreversible* dan secara eksotermal berubah menjadi TiO<sub>2</sub> fase rutil yang bersifat stabil (Khatun, dkk., 2018). Semua polimorf dari TiO<sub>2</sub> memiliki bentuk TiO<sub>6</sub> oktahedral terdistorsi dengan simetri yang berbeda akibat adanya perbedaan jumlah rusuk dan sudut (fasa anatas memiliki 4 rusuk dan 4 sudut, fasa brookit memiliki 3 rusuk dan 5 sudut, dan fasa rutil memiliki 2 rusuk dan 6 sudut) yang dibagi oleh oktahedra (Gupta dan Tripathi 2011; Khatun, dkk., 2018). Bentuk polimorf TiO<sub>2</sub> dapat ditampilkan pada Gambar 2.3 dan data struktur kristalnya dirangkum pada Tabel 2.1.



Gambar 2.1 Polimorf TiO<sub>2</sub> (a) anatas, (b) rutil, dan (c) brookit (Guo, dkk., 2016)

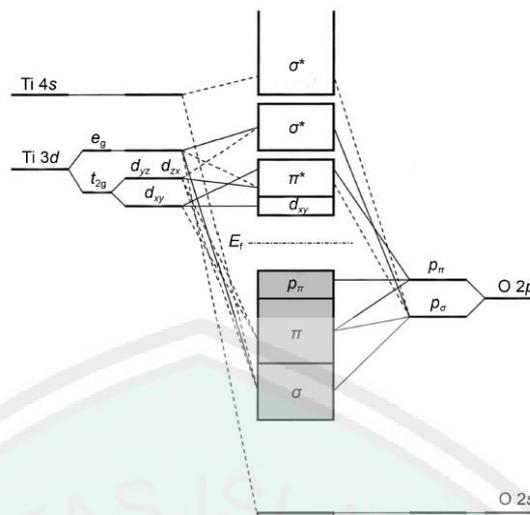
TiO<sub>2</sub> fasa anatas lebih disukai untuk aplikasi dalam bidang fotokatalisis karena memiliki tingkat mobilitas pembawa muatan dan sifat katalitik yang lebih tinggi daripada fasa TiO<sub>2</sub> lainnya (Luttrell, dkk., 2015; Banerjee, dkk., 2012). Selain itu, TiO<sub>2</sub> fasa anatas juga memiliki laju rekombinasi elektron-hole yang rendah dan memiliki waktu hidup (*lifetime*) yang lebih lama daripada fasa TiO<sub>2</sub>

lainnya, sehingga baik untuk dimanfaatkan dalam bidang fotokatalisis (Bregadiolli, dkk., 2017; Luttrell, dkk., 2015).

Tabel 2.1 Data struktur kristal TiO<sub>2</sub> (Gupta dan Tripathi, 2011)

Sifat	Rutil	Anatas	Brookit
Struktur kristal	Tetragonal	Tetragonal	Ortorombik
Tetapan geometris (Å)	$a=b = 4,5936$ $c = 2,9587$	$a=b = 3,784$ $c = 9,515$	$a = 9,184$ $b = 5,447$ $c = 5,154$
Grup ruang	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	$Pbca$
Molekul (sel)	2	2	4
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) 1,980 (2)	1,937(4) 1,965(2)	1,87–2,04
Sudut ikatan O-Ti-O	81,2° 90,0°	77,7° 92,6°	77,0–105°

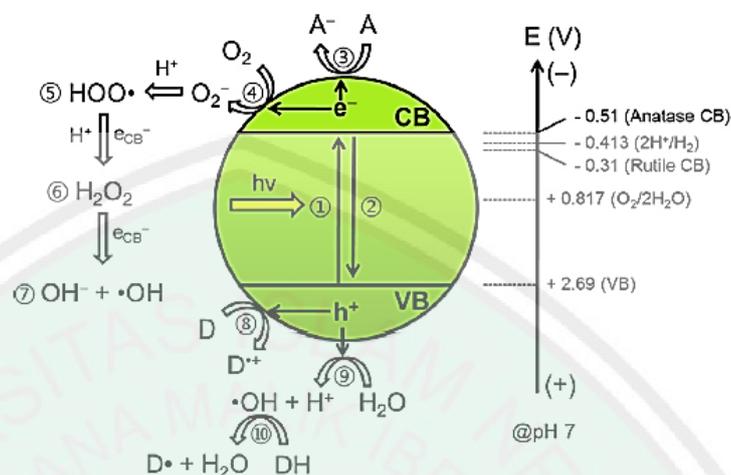
TiO<sub>2</sub> tersusun atas ion titanium dan oksigen yang saling berikatan. Ion titanium ( ${}_{22}\text{Ti}^{4+}$ ) mempunyai konfigurasi elektron  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6$ , sedangkan ion oksigen ( ${}_{8}\text{O}^{2-}$ ) mempunyai konfigurasi elektron  $1s^2 2s^2 2p^6$ . Berdasarkan diagram orbital ikatan TiO<sub>2</sub> fasa anatas yang diilustrasikan pada Gambar 2.2 dapat diketahui bahwa orbital molekul TiO<sub>2</sub> terbentuk dari ikatan antara orbital atom Ti pada subkulit  $3d$  dengan orbital atom O pada subkulit  $2p$  dimana kumpulan orbital atom Ti subkulit  $3d$  akan bertumpang tindih membentuk pita konduksi (pita *antibonding*) dan kumpulan orbital atom O subkulit  $2p$  akan bertumpang tindih membentuk pita valensi (pita *bonding*) (Yan, dkk., 2013). Kedua pita tersebut dipisahkan energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> dimana pada suhu 0 K dianggap bahwa pita valensi terisi penuh elektron dan pita konduksi tidak terisi elektron (Effendy, 2016).



Gambar 2.2 Diagram orbital ikatan  $\text{TiO}_2$  fasa anatas (Guo, dkk., 2016)

Mekanisme degradasi polutan organik oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$  ditunjukkan pada Gambar 2.3. Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  apabila dikenai foton ( $h\nu$ ) dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pitanya maka akan terjadi proses fotoeksitasi yang menghasilkan elektron pada pita konduksi ( $e^-_{\text{CB}}$ ) dan *hole* pada pita valensi ( $h^+_{\text{VB}}$ ) dalam skala waktu femtosekon (reaksi 1) yang kemudian terperangkap dalam skala waktu 100 ps (*shallow trap*) hingga 10 ns (*deep trap*) (Ismunandar, 2006; Park, dkk., 2013). Akan tetapi, elektron pada pita konduksi juga dapat berekombinasi dengan *hole* pada pita valensi dalam skala waktu 10-100 ns (reaksi 2) (Park, dkk., 2013). Rekombinasi elektron-*hole* dapat terjadi di permukaan semikonduktor (*surface recombination*) dan *bulk* semikonduktor (*volume recombination*) dengan melepaskan sejumlah energi panas (Guo, dkk., 2016). Apabila tidak terjadi rekombinasi, maka mekanisme selanjutnya adalah transfer muatan antarmuka dari *hole* yang terperangkap dan elektron dalam rentang waktu 100 ns hingga 100 ms. Transfer muatan antarmuka dapat terjadi dengan cara mengoksidasi atau mereduksi kontaminan (reaksi 3 dan 8) dan

dengan menghasilkan oksidan reaktif seperti radikal hidroksil dan anion superoksida (reaksi 4 dan 9) (Park, dkk., 2013).



Gambar 2.3 Mekanisme degradasi polutan organik oleh semikonduktor fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . 1: Fotoeksitasi menghasilkan elektron dan *hole*, 2: rekombinasi elektron-*hole*, 3: transfer elektron ke akseptor elektron, 4: transfer elektron ke molekul oksigen, 5: pembentukan radikal hidrosperoksil, 6: pembentukan hidrogen peroksida, 7: pembentukan radikal hidroksil, 8: transfer *hole* ke donor elektron (D: biasanya polutan organik), 9: transfer *hole* ke permukaan gugus hidroksil untuk menghasilkan radikal OH, 10: radikal hidroksil yang dimediasi oksidasi substrat organik (Park, dkk., 2013)

Reaksi ketiga merupakan reduksi suatu akseptor elektron (A) oleh elektron pada pita konduksi, sedangkan reaksi kedelapan merupakan reaksi oksidasi suatu donor elektron (D) oleh *hole* pada pita valensi (Kohtani, dkk., 2017). Elektron bebas bereaksi dengan oksigen untuk membentuk anion superoksida (reaksi 4), sementara *hole* bereaksi dengan air atau ion hidroksil untuk membentuk radikal hidroksil (reaksi 9). Anion superoksida dapat terprotonasi untuk membentuk radikal hidropersida ( $\text{HOO}\cdot$ ) (reaksi 5) dan terprotonasi lanjut untuk membentuk  $\text{H}_2\text{O}_2$  (reaksi 6) (Dong, dkk., 2015). Hidrogen peroksida kemudian bereaksi dengan elektron pada pita konduksi, sehingga dihasilkan radikal

hidroksil (Park, dkk., 2013). Radikal hidroksil dari hasil reaksi 9 reaksi 7 kemudian dapat mendegradasi polutan organik menjadi karbon dioksida, air, dan zat anorganik nontoksik (Dong, dkk., 2015).

## 2.2 Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Terdoping Galium (Ga)

Fotokatalis TiO<sub>2</sub> memiliki kelemahan berupa laju rekombinasi dari pasangan elektron-*hole* yang berjalan sangat cepat yaitu sekitar pada 10–100 ns dengan disertai adanya pelepasan energi panas atau foton yang tidak produktif (Park, dkk., 2013). Sedangkan, waktu yang dibutuhkan TiO<sub>2</sub> untuk bereaksi dengan polutan yang didegradasi yaitu sekitar 10<sup>-8</sup>–10<sup>-3</sup> s, sehingga aktivitas fotokatalitik menjadi kurang optimum. Selain itu, kelemahan fotokatalis TiO<sub>2</sub> yang lain yaitu kurang aktif pada radiasi cahaya tampak (*visible*) sebagai komponen utama sinar matahari karena mempunyai energi celah pita yang lebar (3,2 eV untuk TiO<sub>2</sub> fasa anatas) (Tan, dkk., 2016; Ismunandar, 2006; Jin, dkk., 2015). Berdasarkan hal tersebut modifikasi permukaan adalah penting dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> (Khalid, dkk., 2017).

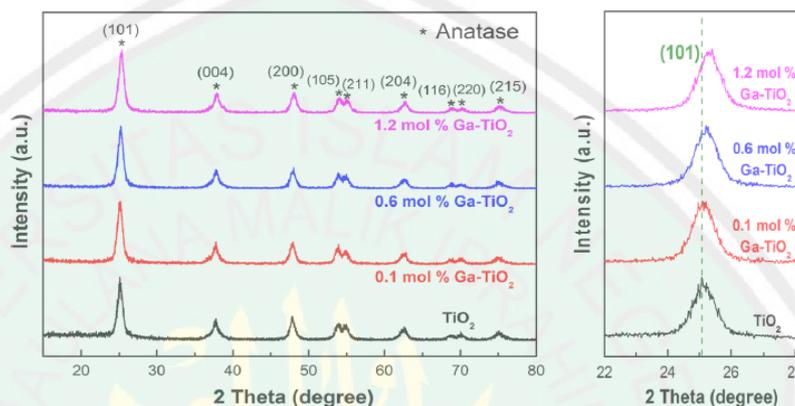
Salah satu teknik modifikasi adalah dengan adanya penambahan dopan. Penambahan dopan dapat mempengaruhi proses transfer muatan melalui berbagai mekanisme yang mencakup pembuatan perangkat permukaan tambahan atau tempat penyimpanan muatan (*charge reservoir sites*), sehingga dapat menghasilkan pemisahan muatan yang lebih baik dan meningkatkan waktu hidup (*lifetime*) elektron dan *hole* (Park, dkk., 2013). Selain itu, penambahan dopan juga mempunyai tujuan untuk menurunkan energi celah pita, sehingga puncak absorpsi sinar bergeser ke arah panjang gelombang daerah cahaya tampak. Oleh karena itu, terjadi penyerapan lebih banyak pada cahaya tampak sebagai akibat adanya situs

cacat (*defect site*) dari dopan pada kristal  $\text{TiO}_2$ , sehingga terjadi peningkatan efisiensi aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  (Gupta dan Tripathi, 2011). Doping dapat diklasifikasikan menjadi tiga yaitu doping logam, doping non-logam, dan co-doping (Schneider, dkk., 2014). Doping  $\text{TiO}_2$  menggunakan ion logam sebagai dopan dapat menghasilkan reaksi fotokatalisis dengan rasio tingkat *trapping-to-recombination* yang tinggi (Gupta dan Tripathi, 2011).

Logam galium (Ga) merupakan salah satu dopan yang ketika ditambahkan pada  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  (Li, 2015; Liu, dkk., 2015). Galium dapat mendoping secara substitusi maupun interstisi pada kristal  $\text{TiO}_2$ , sehingga dapat meningkatkan sifat fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  (Khatun, dkk., 2018; Banerjee, dkk., 2012). Apabila ion Ti tetravalen disubstitusi oleh ion Ga trivalen dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  maka akan terbentuk beberapa kekosongan oksigen (*oxygen vacancies*) untuk mengkompensasi muatan dalam kristal  $\text{TiO}_2$  (Khatun, dkk., 2018). Selain itu, penambahan dopan galium pada kisi kristal  $\text{TiO}_2$  dapat menurunkan energi celah pita  $\text{TiO}_2$ , sehingga mekanisme degradasi polutan organik dapat berlangsung lebih optimum dibawah sinar matahari dengan radiasi cahaya tampak sebagai komponen utama (Myilsamy, dkk., 2018).

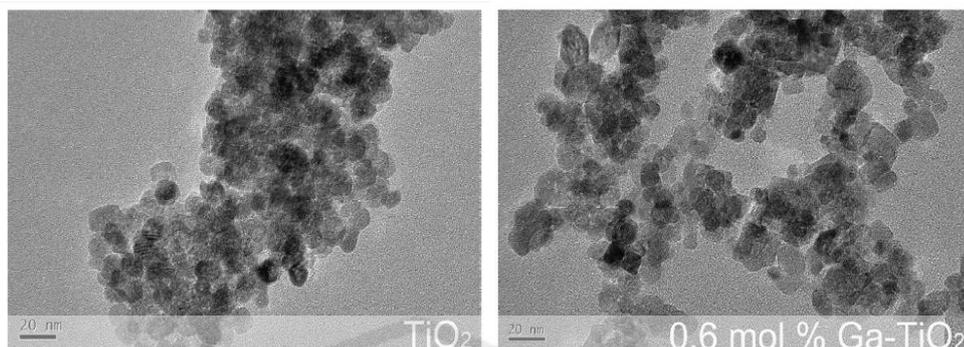
Liu, dkk. (2015) telah melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping logam galium (Ga) menggunakan metode *mild hydrothermal* dengan variasi konsentrasi dopan galium yaitu 0; 0,1; 0,6; dan 1,2%. Hasil karakterisasi XRD pada Gambar 2.4 menunjukkan bahwa penambahan dopan galium pada kristal  $\text{TiO}_2$  menyebabkan adanya pergeseran nilai  $2\theta$  di sekitar  $25^\circ$  yang mengindikasikan adanya distorsi struktur kristal  $\text{TiO}_2$  akibat doping dengan logam galium. Selain itu, dopan galium memberikan pengaruh pada pertumbuhan kristal  $\text{TiO}_2$  dimana ketika dihitung

ukuran kristalnya menggunakan persamaan Scherrer menunjukkan bahwa ukuran butir rata-rata untuk  $\text{TiO}_2$  dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,1; 0,6; dan 1,2% secara berturut-turut adalah 11,2; 9,3; 8,4; dan 12,0 nm, sehingga adanya penambahan dopan galium dengan konsentrasi 0,6% menghasilkan ukuran butir terkecil.

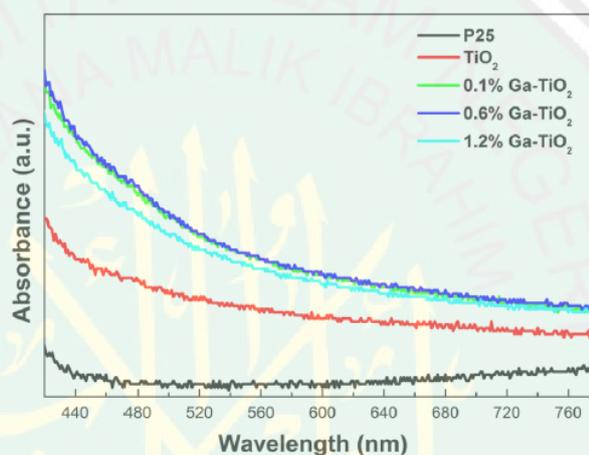


Gambar 2.4 Difraktogram  $\text{TiO}_2$  terdoping galium (Liu, dkk., 2015)

Hasil karakterisasi  $\text{TiO}_2$  terdoping galium menggunakan TEM dapat dilihat pada Gambar 2.5 yang menunjukkan bahwa adanya penambahan dopan galium pada kristal  $\text{TiO}_2$  dengan konsentrasi 0,6% menyebabkan kristal  $\text{TiO}_2$  lebih tersebar secara homogen dibandingkan  $\text{TiO}_2$  yang tidak didoping. Spektrogram hasil karakterisasi DRS  $\text{TiO}_2$  terdoping galium dapat dilihat pada Gambar 2.6. Spektrogram tersebut menunjukkan bahwa adanya penambahan dopan galium efektif meningkatkan absorbansi pada panjang gelombang daerah cahaya tampak dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa doping dan Degussa P25 dimana absorbansi tertinggi diketahui ketika penambahan dopan galium dengan konsentrasi 0,6%, sehingga pada konsentrasi tersebut aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$  dalam mendegradasi *methyl orange* adalah tertinggi (Liu, dkk., 2015).



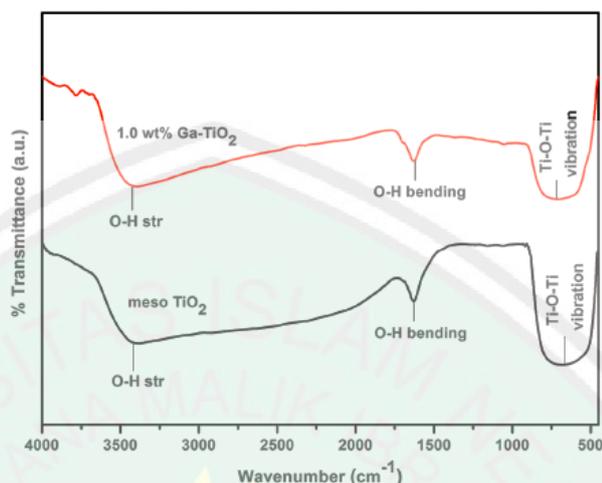
Gambar 2.5 Hasil karakterisasi menggunakan TEM (a)  $\text{TiO}_2$  tanpa doping dan (b)  $\text{TiO}_2$  terdoping 0,6% galium (Liu, dkk., 2015)



Gambar 2.6 Spektra DRS  $\text{TiO}_2$  terdoping galium (Liu, dkk., 2015)

Myilsamy, dkk. (2018) telah melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; dan 1,5% yang disintesis dengan metode sol-gel menunjukkan bahwa pada penambahan konsentrasi dopan galium 1% dihasilkan aktivitas fotokatalitik tertinggi. Berdasarkan spektra IR pada  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan konsentrasi dopan 0 dan 1% yang diilustrasikan pada Gambar 2.7 dapat diketahui terdapat puncak-puncak khas yang teramati. Puncak pertama yaitu pada bilangan gelombang  $3500\text{-}3300\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus hidroksil dengan vibrasi *stretching* pada permukaan kristal  $\text{TiO}_2$ . Gugus hidroksil dengan vibrasi *bending* teramati pada bilangan gelombang 1630

$\text{cm}^{-1}$ . Puncak serapan lain yang teramati yaitu pada bilangan gelombang 800-500  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi gugus fungsi Ti-O-Ti.



Gambar 2.7 Spektra IR meso  $\text{TiO}_2$  terdoping galium (Myilsamy, dkk., 2018)

Kelemahan  $\text{TiO}_2$  yang lain adalah dapat mengalami aglomerasi, memiliki luas permukaan rendah, memiliki afinitas kecil terhadap matriks organik, dan energi permukaan yang tinggi. Adanya aglomerasi  $\text{TiO}_2$  dapat menyebabkan berkurangnya situs aktif, sehingga aktivitas fotokatalitik mengalami penurunan (Dong, dkk., 2015). Selain itu, luas permukaan  $\text{TiO}_2$  yang rendah juga mengakibatkan aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi polutan organik kurang maksimal. Salah satu cara untuk meminimalisir terjadinya aglomerasi dari partikel  $\text{TiO}_2$  dan meningkatkan luas permukaan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  adalah dengan dilakukan modifikasi permukaan (Chen, dkk., 2012). Modifikasi permukaan dengan surfaktan dapat meningkatkan stabilitas termal, dispersibilitas kristal, dan mengubah sifat beserta keadaan pada permukaan kristal  $\text{TiO}_2$  (Qu, dkk., 2010).

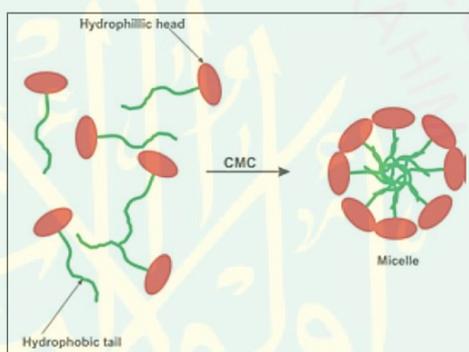
### 2.3 Pengaruh Surfaktan Terhadap Fotokatalis TiO<sub>2</sub>

TiO<sub>2</sub> dengan luas aktif permukaan mesopori memiliki sifat fotokatalitik yang lebih baik daripada TiO<sub>2</sub> pada umumnya. TiO<sub>2</sub> mesopori memiliki luas permukaan yang tinggi, diameter pori yang seragam, dan memiliki kemampuan tinggi dalam menjaga struktur kristal (stabil), sehingga memiliki potensi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi polutan organik (Abdel-Azim, dkk., 2014; Kao, dkk., 2010). TiO<sub>2</sub> mesopori dapat dibentuk dengan menggunakan molekul ampifilik seperti surfaktan (Abdel-Azim, dkk., 2014).

Surfaktan merupakan molekul ampifilik yang memiliki dua bagian yaitu bagian kepala yang bersifat polar (hidrofilik) dan hidrokarbon rantai panjang yang bersifat nonpolar (bagian hidrofobik) (Goronja, dkk., 2016). Surfaktan berperan sebagai *structure directing template* untuk mengarahkan pembentukan pori pada kristal TiO<sub>2</sub>, sehingga dapat terbentuk TiO<sub>2</sub> mesopori dengan pori yang seragam dan luas permukaan yang tinggi (Dai, dkk., 2010). Selain itu, TiO<sub>2</sub> mesopori memiliki volume pori besar yang mengakibatkan peningkatan situs aktif, sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Zhou dan Honggang, 2013).

*Cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB) merupakan surfaktan kationik dengan rumus molekul C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub><sup>+</sup>Br<sup>-</sup>, dengan berat molekul 364,45 g/mol yang dapat digunakan secara efektif dalam mengontrol ukuran pori, sehingga dapat meningkatkan volume pori dan luas permukaan (Chibowski, Paszkiewicz, dan Patkowski, 2011; Linacero, Aguado-Serrano, dan Rojas-Cervantes, 2006). Surfaktan CTAB juga dapat digunakan untuk mencegah terjadinya aglomerasi dan menurunkan energi permukaan, sehingga akan meningkatkan stabilitas termal dari TiO<sub>2</sub> (Li, dkk., 2014).

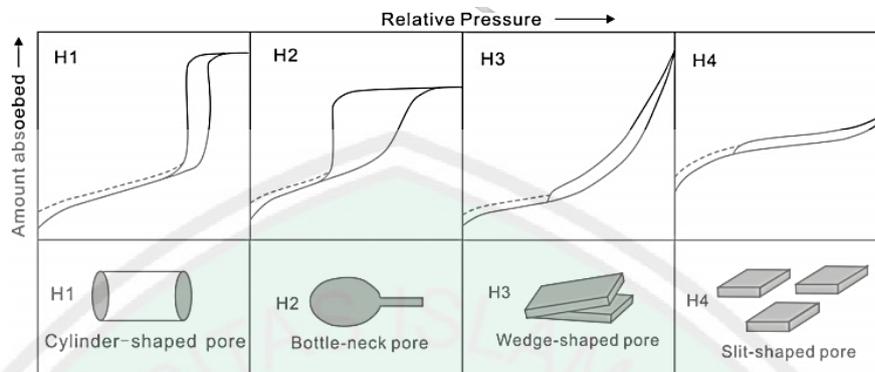
TiO<sub>2</sub> mesopori dapat terbentuk melalui pembentukan misel yang merupakan molekul agregat stabil secara termodinamika. Misel tersebut distabilkan dalam air oleh interaksi antara gugus hidrofilik dan molekul air yang membentuk hidrasi bersifat stabil (Prazeres, dkk., 2012). Pembentukan misel dapat terjadi pada saat surfaktan mencapai kondisi *Critical Micelle Concentration* (CMC) yang merupakan hasil keseimbangan dari bagian hidrofobik dan tolakan ionik antara bagian hidrofilik (Ul Haq, dkk., 2017; Prazeres, dkk., 2012). Pembentukan misel dari surfaktan secara umum dapat diilustrasikan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Pembentukan misel dari surfaktan ketika CMC (Held, 2014)

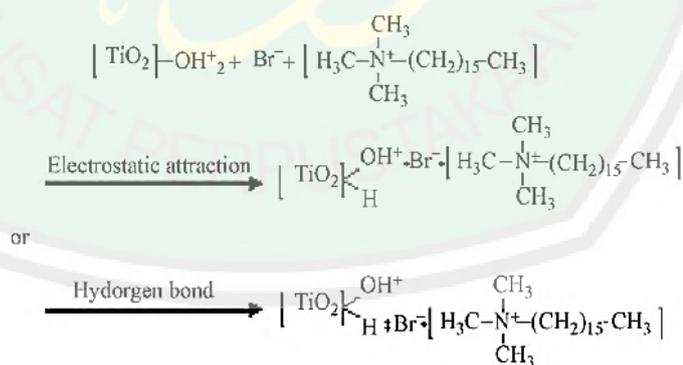
CTAB mempunyai nilai CMC sebesar 0,9 mM, sehingga pada saat mencapai konsentrasi 0,9 mM akan terbentuk misel (Chibowski, dkk., 2012; Qu, dkk., 2010). Kemudian dilakukan pemanasan agar terbentuk pori pada kristal TiO<sub>2</sub> dengan diameter 2-50 nm (mesopori) (Mahoney dan Koodali, 2014). Material padatan mesopori memiliki karakteristik khas ketika dianalisis menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> (Sotomayor, dkk., 2018). Kekhasan material padatan mesopori tersebut ditandai dengan terbentuknya *hysteresis loop*. Adanya

*hysteresis loop* dapat merepresentasikan bentuk pori yang terbentuk. Macam-macam *hysteresis loop* diilustrasikan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Tipe *hysteresis loop* pada material padatan mesopori (Yang., dkk., 2016)

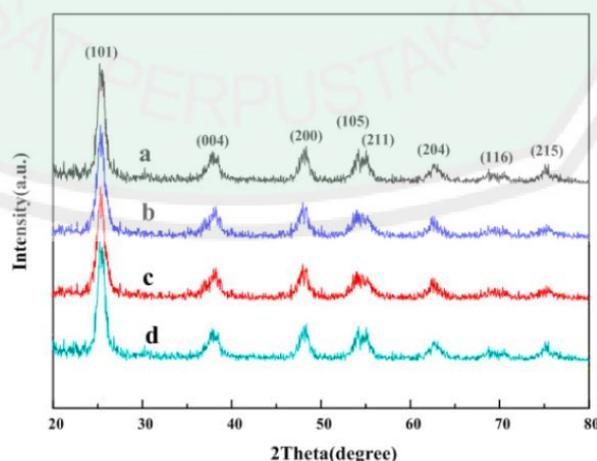
Skematik interaksi antara  $\text{TiO}_2$  dengan surfaktan CTAB pada kondisi asam dapat diamati pada Gambar 2.10. Berdasarkan Gambar 2.10 dapat diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  menjadi bermuatan positif pada kondisi asam dan mudah berikatan secara elektrostatis atau ikatan hidrogen dengan ion  $\text{Br}^-$  pada surfaktan CTAB (Qu, dkk., 2010).



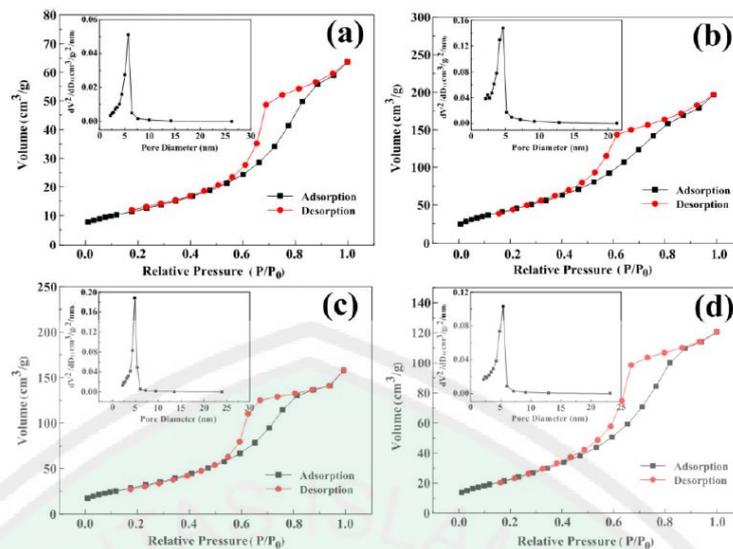
Gambar 2.10 Interaksi  $\text{TiO}_2$  dengan surfaktan CTAB dalam kondisi asam ( $\text{pH} \leq 4$ ) (Qu, dk., 2010)

Wu, dkk. (2018) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  dengan variasi agen pendispersi surfaktan CTAB, *sodium dodecyl benzene sulfonate* (SDBS), dan *polyethylene*

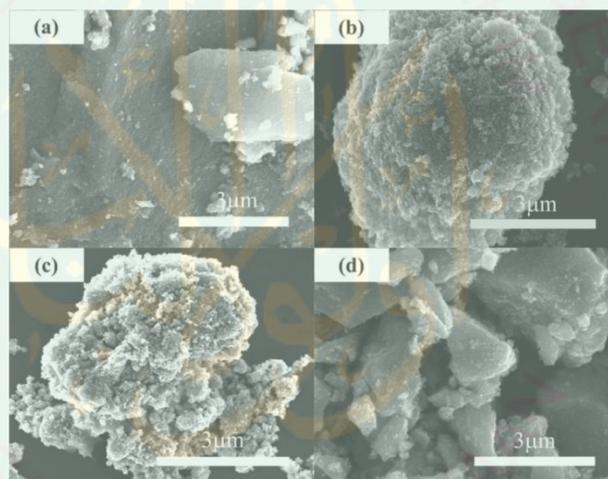
*glycol* (PEG) menggunakan metode sol-gel yang dikombinasikan dengan metode hidrotermal. Pola difraksi sinar-X yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 2.11. Berdasarkan hasil analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> yang diilustrasikan pada Gambar 2.12 dapat diketahui bahwa tipe isoterm yang dihasilkan yaitu tipe IV yang merupakan ciri khas material mesopori. Luas permukaan yang dihasilkan dari TiO<sub>2</sub> tanpa surfaktan, TiO<sub>2</sub>-CTAB, TiO<sub>2</sub>-SDBS, dan TiO<sub>2</sub>-PEG secara berturut-turut yaitu 48,64; 147,94; 102,68; 75,15 m<sup>2</sup>/g. Ukuran pori yang dihasilkan dari TiO<sub>2</sub> tanpa surfaktan, TiO<sub>2</sub>-CTAB, TiO<sub>2</sub>-SDBS, dan TiO<sub>2</sub>-PEG secara berturut-turut yaitu 6,29; 4,91; 5,54; dan 5,29 nm. Morfologi permukaan TiO<sub>2</sub> tanpa surfaktan, TiO<sub>2</sub>-CTAB, TiO<sub>2</sub>-SDBS, dan TiO<sub>2</sub>-PEG ditunjukkan pada Gambar 2.13. Presentase degradasi terhadap *methyl orange* oleh TiO<sub>2</sub>-CTAB, TiO<sub>2</sub>-SDBS, dan TiO<sub>2</sub>-PEG secara berturut-turut yaitu 82,88; 99,16; 96,29; dan 92,11%. Oleh karena itu, TiO<sub>2</sub> dengan agen pendispersi CTAB terbukti memiliki aktivitas fotokatalitik yang tertinggi karena persentase degradasinya paling tinggi. Hal tersebut dikarenakan TiO<sub>2</sub>-CTAB memiliki luas permukaan yang paling tinggi.



Gambar 2.11 Pola difraksi sinar-X dari (a) TiO<sub>2</sub> tanpa surfaktan, (b) TiO<sub>2</sub>-CTAB, (c) TiO<sub>2</sub>-SDBS, dan (d) TiO<sub>2</sub>-PEG (Wu, dkk., 2018)



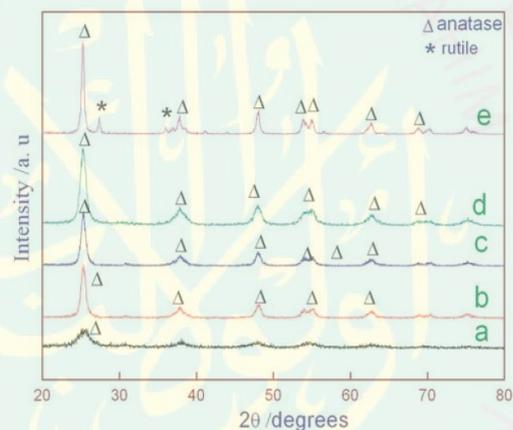
Gambar 2.12 Kurva adsorpsi-desorpsi  $N_2$  dan Distribusi ukuran pori dari (a)  $TiO_2$  tanpa surfaktan, (b)  $TiO_2$ -CTAB, (c)  $TiO_2$ -SDBS, dan (d)  $TiO_2$ -PEG (Wu, dkk., 2018)



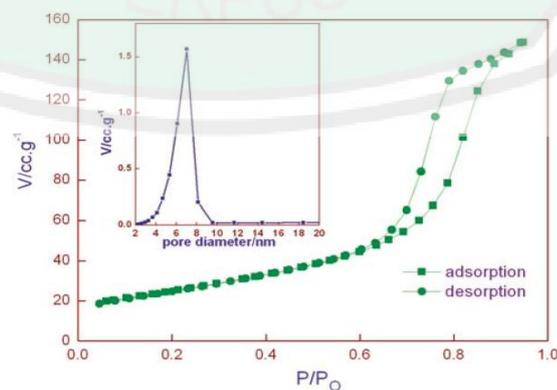
Gambar 2.13 Morfologi permukaan dari (a)  $TiO_2$  tanpa surfaktan, (b)  $TiO_2$ -CTAB, (c)  $TiO_2$ -SDBS, dan (d)  $TiO_2$ -PEG (Wu, dkk., 2018)

Gajjela, dkk. (2010) telah mensintesis  $TiO_2$  mesopori dengan menggunakan variasi jenis surfaktan *Octyltrimethylammoniumbromide* (OTAB), *Dodecyltrimethylammoniumbromide* (DOTAB), dan CTAB yang menghasilkan material  $TiO_2$  100% fasa anatas berdasarkan pola difraksi sinar-X yang diilustrasikan pada Gambar 2.14. Ukuran butir yang didapatkan berada dalam rentang 16-20 nm. Berdasarkan karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi  $N_2$

yang diilustrasikan pada Gambar 2.15 dapat diketahui tipe isoterm, luas permukaan, dan ukuran pori dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Tipe isoterm yang didapatkan merupakan tipe isoterm tipe IV yang menunjukkan bahwa material yang dihasilkan merupakan TiO<sub>2</sub> mesopori. Luas permukaan dihitung menggunakan metode BJH yang menghasilkan luas permukaan dari P-25, OTAB, DOTAB, dan CTAB secara berturut-turut 50; 90; 109; dan 135 m<sup>2</sup>/g. Ukuran pori yang didapat secara berturut-turut dari OTAB; DOTAB; dan CTAB adalah 5,7; 6,1; dan 7 nm. Oleh karena itu, adanya penambahan surfaktan CTAB memiliki potensi tinggi untuk digunakan sebagai *template* agar luas permukaan TiO<sub>2</sub> meningkat.

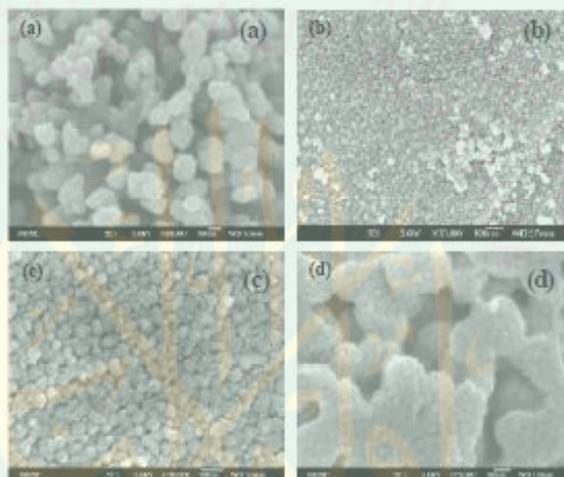


Gambar 2.14 Pola difraksi sinar-X (a) TiO<sub>2</sub> hasil sintesis, (b) TiO<sub>2</sub>-OTAB, (c) TiO<sub>2</sub>-DOTAB, (d) TiO<sub>2</sub>-CTAB, dan (e) P25 (Gajjela, dkk., 2010)



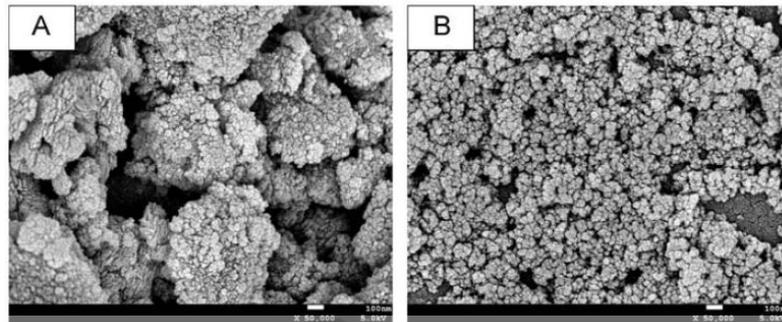
Gambar 2.15 Isoterm adsorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub> menggunakan metode BJH dari TiO<sub>2</sub>-CTAB (Gajjela, dkk., 2010)

Elsanousi, dkk. (2009) melaporkan bahwa hasil karakterisasi menggunakan SEM yang diilustrasikan pada Gambar 2.16 menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan CTAB memiliki morfologi  $\text{TiO}_2$  lebih seragam daripada P25,  $\text{TiO}_2$  tanpa surfaktan, dan  $\text{TiO}_2$  pada penambahan surfaktan *Polyvinylpyrrolidone* (PVP). Ukuran partikel rata-rata yang dihasilkan secara berturut-turut dari P25,  $\text{TiO}_2$  tanpa surfaktan,  $\text{TiO}_2$ -PVP, dan  $\text{TiO}_2$ -CTAB yaitu sebesar 21, 28, 17, dan 13 nm.



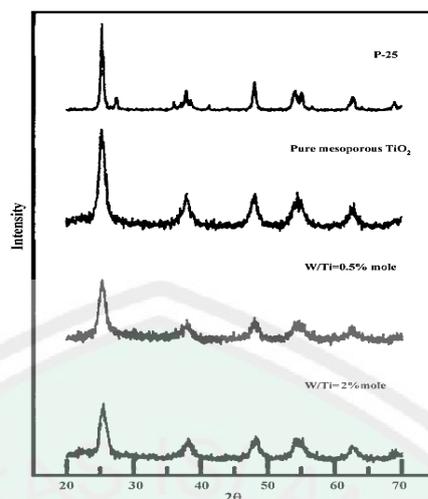
Gambar 2.16 Morfologi partikel (a)  $\text{TiO}_2$ -CTAB, (b)  $\text{TiO}_2$ -PVP, (c) dan (d)  $\text{TiO}_2$  tanpa surfaktan (Elsanousi, dkk., 2009)

Hasil karakterisasi menggunakan SEM pada penelitian yang dilakukan oleh Zhong, dkk. (2013) pada Gambar 2.17 menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$ -CTAB mempunyai jumlah pori lebih banyak daripada  $\text{TiO}_2$  pada umumnya karena surfaktan kationik CTAB memberikan pengaruh yaitu menurunkan tegangan permukaan larutan dan membuat  $\text{TiO}_2$  sangat terdispersi, sehingga partikel  $\text{TiO}_2$ -CTAB mempunyai luas permukaan dan viskositas yang lebih besar daripada  $\text{TiO}_2$ .

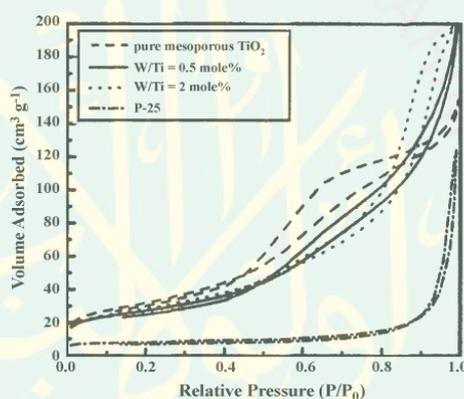


Gambar 2.17 Morfologi partikel (a)  $\text{TiO}_2$  dan (b)  $\text{TiO}_2$ -CTAB (Zhong, dkk., 2013)

Lee, dkk. (2008) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori menggunakan metode sol-gel dengan template surfaktan CTAB pada variasi konsentrasi dopan wolfram 0,5 dan 2%. Hasil sintesis menunjukkan material yang didapatkan merupakan  $\text{TiO}_2$  fasa anatas murni berdasarkan pola difraksi sinar-X yang dapat diamati pada Gambar 2.18. Berdasarkan hasil analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  yang diilustrasikan pada Gambar 2.19 dapat diketahui bahwa tipe isoterm yang dihasilkan yaitu tipe IV yang merupakan ciri khas material mesopori. Luas permukaan dari P-25,  $\text{TiO}_2$ -CTAB, 0,5%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB, dan 2%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB secara berturut-turut yaitu 27, 146, 149, dan 163  $\text{m}^2/\text{g}$ . Ukuran pori yang dihasilkan dari P-25,  $\text{TiO}_2$ -CTAB, 0,5%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB, dan 2%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB secara berturut-turut sebesar 23; 7,3; 6,2; dan 5 nm. Oleh karena itu, dapat terbukti bahwa penambahan CTAB memberikan pengaruh adanya peningkatan luas permukaan  $\text{TiO}_2$ . Selain itu, adanya doping wolfram pada  $\text{TiO}_2$  dapat menurunkan ukuran pori  $\text{TiO}_2$ . Berdasarkan karakterisasi menggunakan UV-DRS dapat diketahui nilai energi celah pita dari  $\text{TiO}_2$ -CTAB, 0,5%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB, dan 2%W/ $\text{TiO}_2$ -CTAB secara berturut-turut yaitu 2,98; 2,98; 1,77 eV.



Gambar 2.18 Pola difraksi sinar-X dari P25 (paling atas), meso-TiO<sub>2</sub>, 0,5%W-TiO<sub>2</sub>, dan 2% W-TiO<sub>2</sub> (Lee, dkk., 2008)



Gambar 2.19 Isoterm adsorpsi dan desorpsi N<sub>2</sub> menggunakan metode BET dari P25, meso-TiO<sub>2</sub>, 0,5%W-TiO<sub>2</sub>, dan 2% W-TiO<sub>2</sub> (Lee, dkk., 2008)

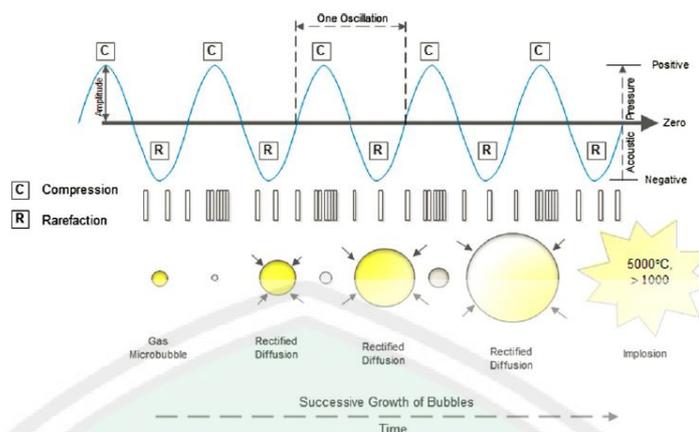
#### 2.4 Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sonikasi

Metode sonikasi adalah metode yang sangat efektif untuk dimanfaatkan dalam mensintesis material berukuran nanometer (Hielscher, 2005). Metode sonikasi memanfaatkan gelombang suara dengan frekuensi tinggi yaitu sekitar 20 kHz hingga 10 MHz untuk menginisiasi reaksi kimia dari prekursor dan menginduksi pembentukan partikel selama irradiasi (Wongpisutpaisan, dkk., 2011; Wattanawikkam dan Pecharapa, 2015). Ketika cairan disonikasi pada

intensitas tinggi, gelombang suara yang merambat ke dalam media cair dapat menghasilkan tekanan tinggi (kompresi) atau tekanan rendah (*rarefaction*) tergantung pada frekuensi yang digunakan (Smart dan Elaine, 2012).

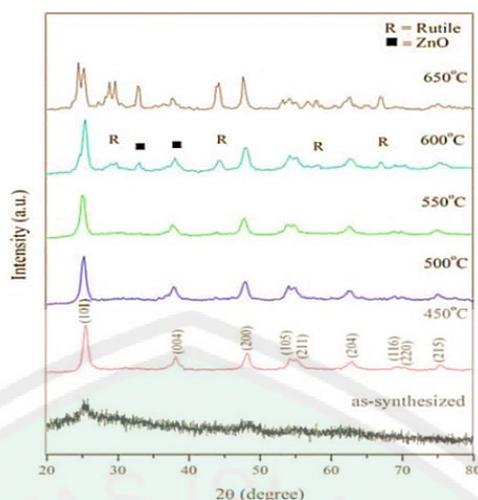
Gelombang suara berintensitas tinggi dapat menciptakan gelembung vakum kecil dalam cairan pada tekanan rendah. Gelembung tersebut dapat mencapai volume dimana gelembung tersebut tidak mampu menyerap energi pada tekanan tinggi yang mengakibatkan gelembung tersebut dapat pecah (Hielscher, 2005). Fenomena tersebut dinamakan dengan kavitasi akustik. Kavitasi akustik merupakan proses pembentukan, pertumbuhan, dan meletusnya gelembung gas secara implosif dalam larutan yang disonikasi pada intensitas gelombang ultrasonik yang tinggi yaitu melebihi 20000 MHz, sehingga menyebabkan peningkatan suhu dan tekanan di dalam gelembung hingga 5000°C dan ~1000 atm disertai dengan laju pemanasan dan pendinginan yang lebih besar dari 10<sup>9</sup> K/sekon (Mao, dkk., 2014; Perkasa, dkk., 2014; Neppolian, dkk., 2008; Hielscher, 2005). Proses kavitasi akustik dapat diilustrasikan pada Gambar 2.20.

Secara umum, kavitasi dalam cairan dapat menyebabkan *degassing* yang diawali dari reaksi kimia dengan hasil reaksi berupa radikal bebas seperti radikal OH akibat pemutusan ikatan secara homolitik dari pelarut (Hielscher, 2005; Ijani-Roshan, dkk., 2011). Kemudian mempercepat reaksi kimia dengan memfasilitasi pencampuran reaktan melalui tumbukan antarpartikel dalam larutan tersebut (Bang dan Suslick, 2015). Setelah itu, meningkatkan reaksi polimerisasi dan depolimerisasi dengan mendispersikan agregat (deaglomerasi) atau dengan memutus ikatan kimia secara permanen dalam rantai polimerik dan meningkatkan laju difusi, sehingga menghasilkan nanopartikel (Hielscher, 2005).



Gambar 2.20 Skematik proses kavitasasi akustik (Abbas, dkk., 2013)

Wattanawikkam dan W. Pecharapa (2015) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping Zn menggunakan metode sonikasi dengan adanya variasi suhu kalsinasi  $450^\circ\text{C}$  -  $700^\circ\text{C}$  dengan interval  $50^\circ\text{C}$ . Pola XRD yang dapat diamati pada Gambar 2.21 memperlihatkan bahwa  $\text{TiO}_2$  mengkristal dengan fasa anatas murni pada suhu  $450^\circ\text{C}$  -  $550^\circ\text{C}$ .  $\text{TiO}_2$  fasa rutil dan ZnO baru terbentuk pada suhu  $600^\circ\text{C}$ . Berdasarkan persamaan debye-scherrer dapat diketahui ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  yang dihasilkan berada dalam rentang 7,1-9,8 nm. Berdasarkan karakterisasi menggunakan TEM yang diilustrasikan pada Gambar 2.22 dapat diketahui bahwa morfologi serbuk  $\text{TiO}_2$  berbentuk *spherical* dengan ukuran partikel  $\text{TiO}_2$ -Zn yang seragam. Choi dan Chul-Hee (2013) juga telah mensintesis  $\text{TiO}_2$ , tetapi dengan variasi jenis dopan Ag, Pt, W, dan Cr menggunakan metode sonikasi. Berdasarkan data XRD dapat diketahui hasil sintesis yang didapatkan adalah 100%  $\text{TiO}_2$  fasa anatas pada sampel  $\text{TiO}_2$  doping W dan Cr. Sedangkan, selain  $\text{TiO}_2$  fasa anatas, fasa Ag juga terdeteksi pada  $\text{TiO}_2$  doping Ag dan fasa Pt juga terdeteksi pada  $\text{TiO}_2$  doping Pt. Partikel yang terbentuk memiliki ukuran diameter  $\sim 5$  nm yang terdistribusi pada permukaan  $\text{TiO}_2$  berdasarkan karakterisasi menggunakan TEM.



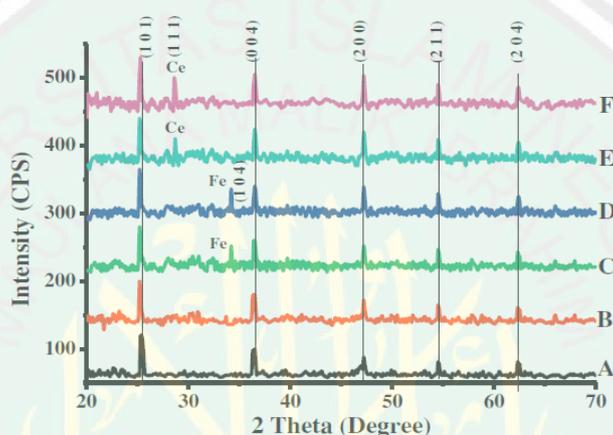
Gambar 2.21 Pola difraksi sinar-X  $\text{TiO}_2\text{-Zn}$  dengan variasi suhu kalsinasi (Wattanawikkam dan W. Pecharapa, 2015)



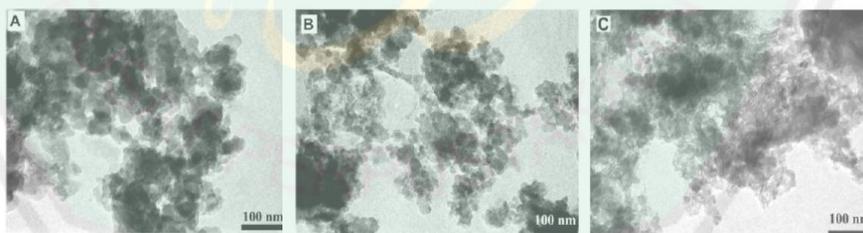
Gambar 2.22 Hasil karakterisasi TEM  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan waktu sonikasi 30 menit (Wattanawikkam dan W. Pecharapa, 2015)

Shirsath, dkk. (2013) melaporkan bahwa berdasarkan pola XRD yang diilustrasikan pada Gambar 2.23,  $\text{TiO}_2$  doping Fe atau Ce yang disintesis menggunakan perbandingan metode antara metode sonikasi (US) dengan metode konvensional (CV) menunjukkan bahwa hasil sintesis yang didapatkan adalah  $\text{TiO}_2$  fasa anatas dengan adanya puncak khas hematit yang teramati pada difraktogram  $\text{TiO}_2\text{-Fe}$  dan puncak khas  $\text{CeO}_2$  atau  $\text{CeTiO}_3$  yang teramati pada difraktogram  $\text{TiO}_2\text{-Ce}$ . Berdasarkan hasil karakterisasi TEM pada Gambar 2.24

dapat diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis yang didapatkan berbentuk *spherical* dengan ukuran partikel 10-50 nm. Rata-rata ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesis menggunakan metode sonikasi yaitu sebesar 197 nm. Sedangkan, rata-rata ukuran partikel  $\text{TiO}_2$  yang disintesis menggunakan metode konvensional yaitu sebesar 298 nm. Oleh karena itu, adanya radiasi ultrasonik dapat membantu terbentuknya ukuran partikel yang lebih kecil, sehingga luas permukaan meningkat.



Gambar 2.23 Pola difraksi sinar-X dari (a)  $\text{TiO}_2$  (CV), (b)  $\text{TiO}_2$  (US), (c)  $\text{Fe-TiO}_2$  (CV), (d)  $\text{Fe-TiO}_2$  (US), (e)  $\text{Ce-TiO}_2$  (CV), dan (f)  $\text{Ce-TiO}_2$  (US) (Shirsath, dkk., 2013)



Gambar 2.24 Hasil karakterisasi menggunakan TEM dari (a)  $\text{TiO}_2$ , (b)  $\text{Fe-TiO}_2$ , dan (c)  $\text{Ce-TiO}_2$  yang disintesis menggunakan metode sonikasi (Shirsath, dkk., 2013)

## 2.5 Pandangan Islam tentang Fotokatalis $\text{TiO}_2$ Mesopori Terdoping Galium untuk Pengolahan Limbah Zat Warna Tekstil

Setiap manusia memiliki peran sebagai khalifah di bumi, sehingga sudah seharusnya mengemban kewajiban untuk memelihara dan menjaga bumi dari

kerusakan sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat Fathir ayat 39 sebagai berikut:

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

Artinya: "Dialah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka."

Shihab (2002) dalam tafsir Quraish Shihab telah menafsirkan surat Fathir ayat 39 tersebut dimana Allah telah menjadikan manusia sebagai khalifah untuk membangun dan mengolah bumi. Oleh karena itu, sudah seharusnya manusia untuk bersyukur dan tidak kufur akan nikmat yang telah diberikanNya. Salah satu upaya untuk bersyukur atas nikmatNya yang telah menjadikan manusia sebagai khalifah di bumi yaitu menjaga bumi dari kerusakan. Kerusakan di bumi akibat manusia merupakan wujud dari perbuatan manusia yang kufur akan nikmat. Pengolahan limbah zat warna menggunakan metode fotokatalis untuk mengurangi pencemaran air merupakan suatu bentuk tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* yang kemudian ditugaskan untuk dapat menjaga, melindungi, mengelola, maupun memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya.

Salah satu contoh pencemaran air yaitu pencemaran akibat pembuangan limbah zat warna tekstil tanpa disertai pengolahan terlebih dahulu, sehingga dapat menurunkan kualitas air sampai ke tingkat tertentu. Kualitas air yang turun tersebut ditandai dengan penampilan air yang menjadi berwarna, sehingga dapat meningkatkan kadar *Chemical Oxygen Demand* (COD) dan *Biological Oxygen*

*Demand* (BOD). Tingginya kadar COD dan BOD dapat mengurangi kadar suplai oksigen terhadap makhluk hidup akuatik baik tumbuhan maupun hewan. Akibatnya, organisme akuatik baik tumbuhan maupun hewan dapat mengalami kematian dalam waktu yang singkat. Selain itu, bahaya limbah zat warna jika dikonsumsi manusia melalui air yang tercemar tersebut adalah dapat mengakibatkan penyakit kanker yang kemudian juga dapat menyebabkan kematian. Berkaitan dengan hal tersebut, Allah berfirman melalui surat al Mukminun ayat 18 sampai 20 yang berbunyi:

وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً بِقَدَرٍ فَأَسْكَنَتْهُ فِي الْأَرْضِ وَإِنَّا عَلَىٰ ذَهَابٍ بِهٖءَ لَقَادِرُونَ ۝۱۸ فَأَنْشَأْنَا لَكُمْ بِهِءَ  
جَنَّتٍ مِّنْ نَّخِيلٍ وَأَعْنَابٍ لَّكُمْ فِيهَا فَوَاقِهِ كَثِيرَةٌ وَمِنْهَا تَأْكُلُونَ ۝۱۹ وَشَجَرَةً تَخْرُجُ مِنْ طُورِ سَيْنَاءَ  
تَنْبُتُ بِالذُّهْنِ وَصَبِغٍ لِلَّكِلَيْنِ ۝۲۰

Artinya: "Dan Kami turunkan air dari langit menurut suatu ukuran; lalu Kami jadikan air itu menetap di bumi, dan sesungguhnya Kami berkuasa menghilangkannya. Lalu dengan air itu, Kami tumbuhkan untuk kamu kebun-kebun kurma dan anggur; di dalam kebun-kebun itu kamu peroleh buah-buahan yang banyak dan sebahagian dari buah-buahan itu kamu makan, dan pohon kayu ke luar dari Thursina (pohon zaitun), yang menghasilkan minyak, dan pemakan makanan bagi orang-orang yang makan."

Al-Qurthubi (2009) mengatakan bahwa ayat tersebut berisi tentang nikmat-nikmat yang Allah berikan kepada makhluk-Nya. Adapun nikmat yang paling besar adalah air yang menjadi sumber kehidupan manusia serta menunjang pertumbuhannya. Al-Maraghi (1993) menyatakan bahwa air yang tersimpan di dalam perut bumi seperti air sungai dan air mata air dapat dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan manusia, sehingga air memiliki peranan penting dalam kehidupan makhluk hidup. Rasulullah SAW bersabda:

قال ابن أبي حاتم : حَدَّثَنَا أَبِي , حَدَّثَنَا أَبُو الْجَمَاهِر , حَدَّثَنَا سَعِيدُ بْنُ بَشِيرٍ , حَدَّثَنَا قَتَادَةُ عَنْ أَبِي مَيْمُونَةَ , عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ أَنَّهُ قَالَ : يَا نَبِيَّ اللَّهِ إِذَا رَأَيْتَكَ قَرَّتْ عَيْنِي , وَطَابَتْ نَفْسِي , فَأَخْبِرْنِي عَنْ كَلِّ شَيْءٍ , "كَلِّ شَيْءٍ خُلِقَ مِنْ مَاءٍ".

Artinya: "Ibnu Abu Hatim mengatakan, telah menceritakan kepada kami ayahku, telah menceritakan kepada kami Abul Jamahir, telah menceritakan kepada kami Sa'id ibnu Basyir, telah menceritakan kepada kami Qatadah, dari Abu Maimunah, dari Abu Hurairah, bahwa ia pernah berkata kepada Nabi SAW, "Wahai Nabiyullah, apabila aku melihatmu pandanganku menjadi tenang dan hatiku senang. Maka ceritakanlah kepadaku tentang segala sesuatu." Rasulullah bersabda: Segala sesuatu diciptakan dari air"

Sebagaimana telah dijelaskan melalui firman Allah SWT pada QS al Mukminun (23):18-20, QS al Anbiya' (20):30, dan hadits diatas dapat diketahui bahwa air merupakan sumber penghidupan, yang mengindikasikan semua makhluk ciptaan-Nya tersusun atas molekul-molekul air dan selalu membutuhkan air untuk melangsungkan kehidupannya. Air yang dapat dimanfaatkan oleh makhluk hidup memiliki syarat tertentu seperti tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak mengandung senyawaan yang berbahaya seperti senyawa zat warna tekstil yang mengandung gugus azo. Ketika air telah tercemar akibat adanya limbah zat warna tekstil, maka air tidak dapat berfungsi sesuai dengan peruntukannya. Pencemaran air tersebut dapat ditanggulangi menggunakan metode fotokatalisis dengan menggunakan titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) terdoping galium (Ga) sebagaimana Allah SWT telah menyerukan kepada manusia untuk senantiasa mengambil hikmah dari apa yang telah Dia ciptakan baik yang apa yang ada di langit maupun bumi melalui firman-Nya dalam QS al Jatsiyah (45): 13 berikut ini:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ۝۱۳

Artinya: "Dan dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang

*demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”*

As-Suyuthi dan Jalaluddin Muhammad dalam Tafsir Jalalain (1990), Ibnu Katsir dalam Tafsir Ibnu Katsir (2000), Musa dalam Tafsir Hidayatul Insan (2018), Kementerian Agama dalam Tafsir Kemenag RI (2017) telah menjelaskan maksud dari QS al Jatsiyah:13 yakni Allah telah menciptakan apa yang di langit (seperti matahari, bulan, bintang-bintang, air hujan, dan lain-lainnya) dan apa yang ada di bumi (berupa binatang-binatang, pohon-pohonan, tumbuh-tumbuhan, sungai-sungai, dan lain-lainnya) dengan tujuan untuk dimanfaatkan oleh manusia demi kemaslahatannya sebagai rahmat dari-Nya. Pemanfaatan ciptaan Allah yang berada di langit seperti matahari dan yang berada di bumi seperti  $TiO_2$  serta logam galium untuk menanggulangi pencemaran air yang terjadi akibat pembuangan limbah zat warna tekstil merupakan salah satu representasi dari surat al Jatsiyah ayat 13 tersebut.

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2018–April 2019 di Laboratorium Anorganik, Jurusan Kimia, UIN Malang. Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Laboratorium karakterisasi material, Jurusan Teknik Metalurgi dan Material, ITS Surabaya. Karakterisasi menggunakan FTIR dan DRS dilakukan di Laboratorium Instrumen, UIN Malang. Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> dilakukan di Laboratorium Instrumentasi, Jurusan Teknik Kimia, ITB Bandung. Karakterisasi menggunakan SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Energi dan Lingkungan, ITS Surabaya.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, spatula, krusible, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, mortar *agate*, tanur, oven, *ultrasonic bath cleaner*, seperangkat alat XRD, FTIR, DRS, adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>, dan SEM-EDX.

##### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium(IV) isopropoksida (Ti(OCH(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)<sub>4</sub>) (Sigma-Aldrich 97%), galium(III) asetilasetonat (Ga(C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>)<sub>3</sub>) (Sigma-Aldrich 99,99%), isopropanol *p.a.*, asam asetat glasial *p.a.*, akuades, dan *cetyltrimethylammonium bromide* (CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>15</sub>N(Br)(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) (Sigma-Aldrich ≥ 99%).

### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 4 tahapan yaitu:

1. Sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) menggunakan metode sonikasi pada penambahan surfaktan CTAB dengan variasi konsentrasi dopan galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%.
2. Karakterisasi fotokatalis TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) pada penambahan surfaktan CTAB dengan variasi konsentrasi dopan galium (III) menggunakan XRD, FTIR, DRS, adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>, dan SEM-EDX.
3. Analisis data

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Sintesis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dengan Metode Sonikasi

Langkah pertama yaitu disiapkan 2 erlenmeyer 250 mL. Masing-masing erlenmeyer diisi pelarut isopropanol sebanyak 15 mL. Erlenmeyer 1 ditambahkan TTIP sebanyak 10 mL secara *drop wise* (tetes per tetes). Erlenmeyer 2 ditambahkan CTAB sebanyak 0,0161 g. Kemudian kedua erlenmeyer disonikasi menggunakan *ultrasonic cleaning bath* selama 15 menit. Selanjutnya, dicampurkan kedua larutan tersebut, sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi Ga 0%. Setelah itu, disonikasi kembali selama 15 menit. Kemudian ditambahkan asam asetat hingga pH 4. Larutan yang didapatkan disonikasi kembali selama 30 menit. Selanjutnya, didiamkan selama 3 hari hingga berubah menjadi gel. Gel yang didapatkan kemudian dioven pada suhu 100°C selama 12 jam, sehingga didapatkan padatan. Setelah itu, digerus padatan tersebut menggunakan mortar *agate* dan dibentuk pelet. Pelet yang didapatkan kemudian dikalsinasi pada suhu 450°C selama 2 jam. Selanjutnya, digerus kembali

menggunakan mortar *agate*. Padatan yang didapatkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD. Selanjutnya, diulangi prosedur pada variasi konsentrasi dopan galium 0,5; 1; 1,5; dan 2% dengan adanya penambahan  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$  secara berturut-turut sebanyak 0,062; 0,125; 0,189; dan 0,253 g pada larutan TTIP 10 mL dalam keempat *beaker glass* yang berbeda, sehingga akan didapatkan  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan variasi konsentrasi dopan galium 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%. Langkah terakhir yang dilakukan adalah karakterisasi menggunakan FTIR, DRS, adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$ , dan SEM-EDX.

#### 3.4.2 Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk, kristalinitas, dan parameter kisi  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan adanya variasi konsentrasi dopan galium. Karakterisasi XRD dilakukan dengan menggunakan logam target pada tabung sinar X yaitu Cu. Radiasi monokromator yang digunakan yaitu  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ) pada 30 kV dengan arus 30 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  ( $^\circ$ ) = 5-90. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan XRD yaitu ditempatkan sampel yang sudah dihaluskan pada sampel *holder*. Selanjutnya, disinari dengan sinar-X, sehingga diperoleh data *output* berupa difraktogram.

#### 3.4.3 Karakterisasi Menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui karakter vibrasi khas dari surfaktan CTAB,  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi, dan  $\text{TiO}_2$  mesopori setelah kalsinasi. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan FTIR adalah dihaluskan standar KBR menggunakan mortar *agate*.

Kemudian ditambahkan serbuk sampel yang akan dianalisis, lalu dihaluskan kembali. Selanjutnya, dibuat pelet dengan cara ditekan hingga tekanan mencapai 8 Torr. Kemudian, pelet yang dihasilkan diletakkan pada sampel *holder* dan dikenai radiasi IR dengan bilangan gelombang 4000 sampai 400  $\text{cm}^{-1}$ .

#### 3.4.4 Karakterisasi Menggunakan DRS

Karakterisasi menggunakan DRS bertujuan untuk mengetahui karakteristik serapan sinar dan nilai energi celah pita dari  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi konsentrasi dopan galium yaitu 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Karakterisasi menggunakan DRS juga dilakukan pada  $\text{TiO}_2$  anatas sigma-aldrich (SA) sebagai pembanding. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan DRS adalah menghaluskan sampel yang akan dikarakterisasi. Kemudian serbuk halus yang didapatkan ditempatkan pada sampel *holder*. Selanjutnya dikenai sampel *holder* dikenai radiasi elektromagnetik UV-Vis dan diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm.

#### 3.4.5 Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi $\text{N}_2$

Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  bertujuan untuk menentukan luas permukaan dan ukuran pori  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2$  terdoping Ga dengan nilai energi celah pita terkecil. Metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan adalah metode Brunauer-Emmet-Teller (BET). Metode yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori adalah metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Langkah pertama pada saat karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  adalah dilakukan proses *degassing*. *Degassing* dilakukan dengan cara

memanaskan pada suhu antara 200-300°C selama  $\geq 6$  jam dalam kondisi vakum. Kemudian ditimbang TiO<sub>2</sub> hasil sintesis setelah *degassing*.

#### 3.4.6 Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi, distribusi ukuran partikel, dan komposisi TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi konsentrasi dopan galium yaitu 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan SEM-EDX adalah serbuk TiO<sub>2</sub> hasil sintesis yang sudah dihaluskan ditempatkan pada tempat sampel yang sudah direkatkan menggunakan *carbon tape*. Kemudian dimasukkan kedalam sampel *holder* pada alat SEM-EDX. Setelah itu, dilakukan pengukuran pada perbesaran 5.000; 10.000; 20.000; dan 30.000 kali. Pengukuran kandungan unsur dan *mapping* distribusi unsur dilakukan dengan perbesaran 5.000 kali.

#### 3.5 Analisis Data

1. Data XRD TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan variasi konsentrasi dopan galium 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% yang didapatkan, dibandingkan dengan standar *The Inorganic Crystal Structural Database* (ICSD) no. 9852 untuk TiO<sub>2</sub> fasa anatas, no. 62679 untuk TiO<sub>2</sub> fasa rutil, no. 409671 untuk  $\alpha$ -GaOOH, no. 27431 untuk  $\alpha$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dan no. 152085 untuk  $\gamma$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan program origin. Analisis dilakukan untuk mengidentifikasi fasa dari material hasil sintesis. Selain itu, juga dapat diketahui pengaruh adanya variasi konsentrasi dopan galium terhadap puncak khas TiO<sub>2</sub>. Kemudian dilakukan proses *refinement* dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica untuk mendapatkan data

kristalografi dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis pada variasi konsentrasi dopan galium. Hasil *refinement* yang dilakukan diamati melalui 2 parameter yaitu nilai  $R_p$  (%) dan  $R_{wp}$  (%). Nilai  $R_p$  (%) dan  $R_{wp}$  (%) yang didapatkan menunjukkan tingkat eror/kesalahan dan tingkat ketidakcocokan antara pola difraksi hasil kalkulasi dan pola difraksi hasil observasi. Nilai  $R_p$  (%) dan  $R_{wp}$  (%) yang dapat diterima pada hasil *refinement* adalah dibawah 10% dimana semakin kecil nilai  $R_p$  (%) dan  $R_{wp}$  (%), maka hasil yang didapatkan akan semakin baik. Selanjutnya, ditentukan ukuran kristal TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi konsentrasi dopan galium menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

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

dengan  $D$  adalah ukuran partikel (nm),  $\lambda$  adalah panjang gelombang radiasi ( $\lambda$  Cu K $\alpha$  :1,5405 Å),  $K$  adalah konstanta (0,89),  $\beta$  adalah lebar setengah puncak *peak* (*FWHM*, radian), dan  $\theta$  adalah sudut Bragg (°)

2. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan FTIR adalah berupa transmittan (%) dan bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>). Analisis dilakukan dengan membuat grafik hubungan antara transmittan (%) sebagai sumbu y dan bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) sebagai sumbu x, sehingga dapat diamati modus vibrasi gugus fungsi yang muncul pada surfaktan CTAB, TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi, dan TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi. Kemudian dilakukan perbandingan diantara ketiganya, sehingga dapat diketahui jika masih terdapat adanya kandungan surfaktan CTAB terhadap spektrum TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi dan TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi .

3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan DRS berupa nilai reflektansi ( $R$ ) dari panjang gelombang 200-800 nm. Kemudian dibuat grafik hubungan antara panjang gelombang (sumbu  $x$ ) dan nilai reflektansi sebagai (sumbu  $y$ ), sehingga diketahui kecenderungan nilai reflektansi terhadap peningkatan panjang gelombang dengan adanya pengaruh dopan galium. Analisis lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan pendekatan teori Kubelka-Munk yang ditunjukkan melalui persamaan 3.2.

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

dengan  $F(R)$  adalah faktor Kubelka-Munk,  $k$  adalah koefisien absorpsi molar,  $s$  adalah koefisien *scattering*, dan  $R$  adalah nilai reflektansi.

Selanjutnya dibuat grafik hubungan panjang gelombang (sumbu  $x$ ) dengan nilai  $F(R)$  (sumbu  $y$ ). Nilai  $F(R)$  adalah sebanding dengan nilai koefisien absorpsi, tetapi berbanding terbalik dengan nilai reflektansi dan koefisien *scattering*. Kemudian dapat ditentukan nilai energi celah pita dari material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi konsentrasi dopan galium dengan memplotkan grafik hubungan antara  $(F(R)hv)^{1/2}$  (sumbu  $y$ ) terhadap energi ( $hv$ ) (sumbu  $x$ ). Plot grafik tersebut berkorelasi dengan plot energi *band gap* yang ditentukan melalui persamaan Tauc untuk transisi pada *indirect band gap* yang dijabarkan pada persamaan 3.3 dimana nilai  $\alpha$  pada persamaan Tauc akan sebanding dengan nilai  $F(R)$  pada persamaan Kubelka-Munk. Energi celah pita dihitung pada saat sumbu  $y = 0$  karena berdasarkan persamaan 3.3 yang merupakan persamaan Tauc dapat diperoleh persamaan regresi linear  $(\alpha hv)^{1/2} = Bhv - BE_g$  yang sebanding dengan persamaan  $y = ax+b$  dimana nilai  $(\alpha hv)^{1/2}$  menunjukkan sumbu  $y$ , nilai *slope* ( $x$ ) menunjukkan

nilai *band gap* dan nilai intersep ditunjukkan oleh  $-BE_g$  ( $\alpha$  merupakan koefisien absorpsi dan  $B$  merupakan konstanta).

$$\alpha = \frac{B(h\nu - E_g)^2}{h\nu} \dots\dots\dots (3.3)$$

$$\alpha h\nu = B(h\nu - E_g)^2 \dots\dots\dots (3.4)$$

$$(\alpha h\nu)^{1/2} = Bh\nu - BE_g \dots\dots\dots (3.5)$$

Ketika dimasukkan nilai  $y = 0$  maka  $Bh\nu = BE_g$ , sehingga didapatkan nilai energi celah pita ( $E_g$ ) sama dengan nilai  $h\nu$  ( $h$  adalah tetapan planck ( $4,1211 \times 10^{-15}$  eV.s) dan  $\nu$  adalah frekuensi ( $s^{-1}$ ))

Oleh karena itu, energi celah pita dihitung dengan cara ditarik garis lurus pada kemiringan grafik hingga pada titik potong sumbu  $x$ . Berdasarkan nilai energi celah pita yang didapatkan dapat dihitung nilai panjang gelombang ( $\lambda$ ) menggunakan persamaan 3.6.

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} \dots\dots\dots (3.6)$$

dengan  $E_g$  merupakan energi celah pita (eV),  $c$  adalah kecepatan cahaya ( $3 \times 10^8$  m/s), dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang (nm).

4. Data yang didapatkan dari analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi  $N_2$  yaitu berupa data tekanan relatif ( $P/P_o$ ), volume gas  $N_2$  yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel ( $V$ ), dan  $(1/[W((P_o/P)-1)])$ . Langkah selanjutnya yaitu dibuat grafik isothermal adsorpsi-desorpsi  $N_2$  dengan cara menghubungkan tekanan relatif ( $P/P_o$ ) sebagai sumbu  $x$  dengan volume gas  $N_2$  yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel ( $V$ ) sebagai sumbu  $y$ . Hasil grafik yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan tipe grafik isothermal adsorpsi-desorpsi yang telah ditetapkan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), sehingga dapat diketahui karakteristik pori dari sampel. Analisis selanjutnya yaitu membuat grafik penentuan luas permukaan dari

sampel yang menghubungkan tekanan relatif ( $P/P_o$ ) sebagai sumbu  $x$  dengan ( $1/[W((P_o/P)-1)]$ ) sebagai sumbu  $y$ . Kemudian akan didapatkan sebuah persamaan  $y = ax+b$  dimana melalui persamaan tersebut diperoleh nilai *slope* ( $s$ ) dan intersep ( $i$ ). Berat gas nitrogen yang dapat membentuk lapisan monolayer ( $W_m$ ) didapatkan dengan menggunakan persamaan 3.7.

$$W_m = \frac{1}{s+i} \dots\dots\dots (3.7)$$

Selanjutnya, dihitung nilai luas permukaan ( $St$ ) melalui persamaan 3.8.

$$St = \frac{W_m}{M} \cdot N \cdot Acs \dots\dots\dots (3.8)$$

dengan  $N$  adalah Bilangan Avogadro ( $6,0225 \times 10^{23}$  molekul/mol),  $W_m$  adalah berat gas nitrogen (g), dan  $Acs$  adalah *Molecular cross section area* dari  $N_2$  yang besarnya adalah  $16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$

Analisis yang ketiga yaitu dibuat plot hubungan ukuran pori (nm) sebagai sumbu  $x$  dengan volume gas  $N_2$  yang diadsorpsi per gram sampel ( $\text{cm}^3/\text{g}$ ) sebagai sumbu  $y$ . Ukuran pori dari sampel ditunjukkan oleh titik optimum yang didapatkan dari grafik tersebut.

5. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX adalah mikrograf dan spektra atomik. Gambar yang diperoleh selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan *software image-J* untuk mengetahui diameter butirnya. Hasil yang didapatkan yaitu berupa morfologi dan komposisi unsur material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dengan adanya variasi konsentrasi dopan galium.

## BAB IV

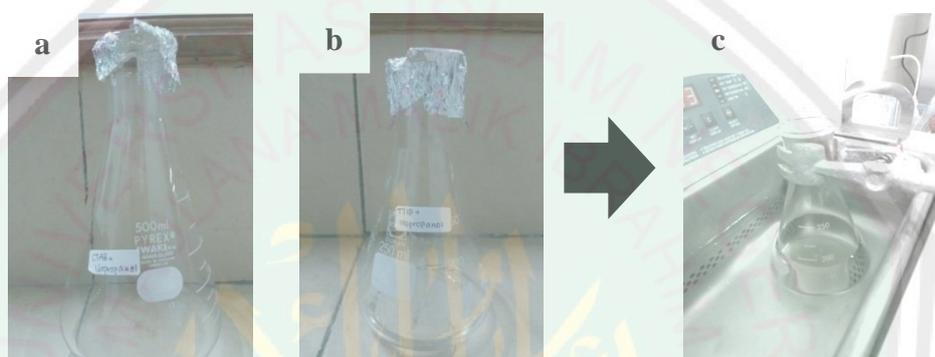
### HASIL DAN PEMBAHASAN

TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) dalam penelitian ini disintesis menggunakan metode sonikasi. Sintesis ini dilakukan dengan variasi konsentrasi dopan Galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% untuk mengetahui konsentrasi optimum penambahan dopan pada TiO<sub>2</sub> mesopori terhadap aktivitas fotokatalitiknya. Karakterisasi terhadap hasil sintesis dilakukan menggunakan instrumen (a) XRD untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk, (b) FTIR untuk mengidentifikasi modus vibrasi gugus fungsi, (c) DRS untuk mengetahui karakteristik sifat optik seperti serapan sinar dan energi celah pita, (d) Adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran pori, dan (e) SEM-EDX untuk mengetahui morfologi, komposisi unsur, dan *mapping* distribusi unsur.

#### 4.1 Sintesis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium (III)

Sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) dilakukan dengan menggunakan prekursor TTIP, Ga(*acac*)<sub>3</sub>, pelarut isopropanol, agen pembentuk pori surfaktan kationik CTAB, dan agen polimerisasi asam asetat glasial. Awal proses sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.1. Proses sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori tanpa dopan ditunjukkan pada Gambar 4.2. Proses sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori dengan adanya penambahan dopan galium ditunjukkan pada Gambar 4.3. Berdasarkan Gambar 4.2 dan 4.3 dapat diketahui bahwa adanya penambahan dopan galium memberikan perbedaan warna larutan, gel, maupun padatan yang dihasilkan yaitu kuning. Sedangkan, warna yang dihasilkan pada larutan pada saat sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori tanpa dopan adalah bening dengan warna gel maupun padatan yang

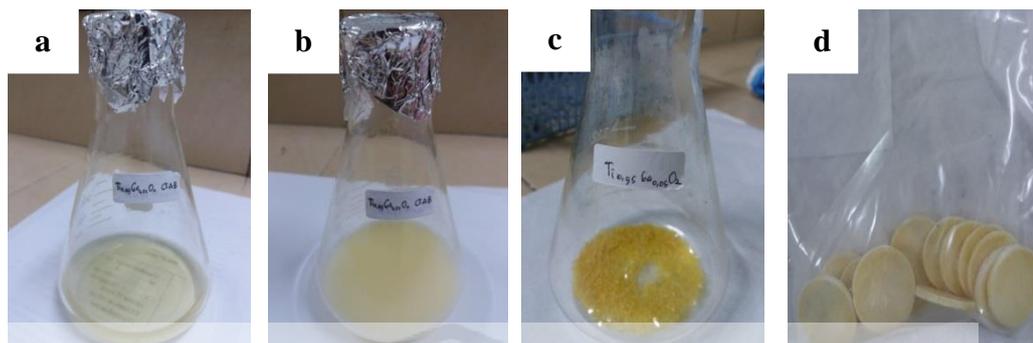
dihasilkan adalah putih. Hasil dari pelet yang dihasilkan pada proses sintesis kemudian dikalsinasi untuk membentuk serbuk  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dimana hasil sintesis tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.4. Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diamati bahwa serbuk yang dihasilkan setelah kalsinasi pada  $\text{TiO}_2$  mesopori dengan semua variasi konsentrasi dopan galium memiliki karakteristik warna yang sama yaitu putih.



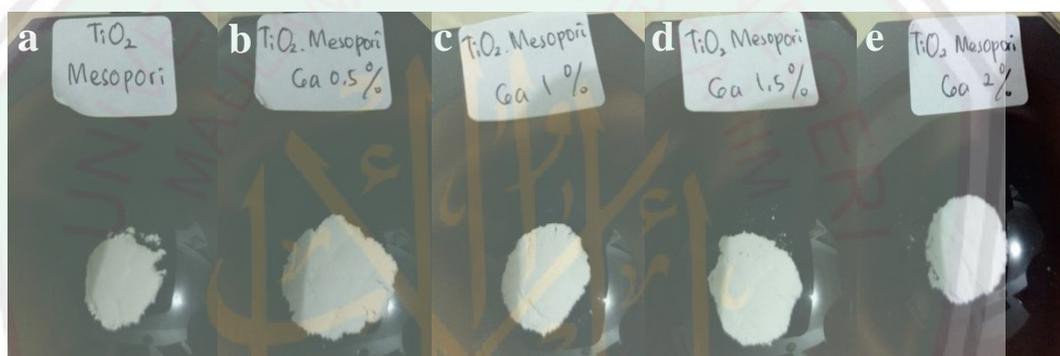
Gambar 4.1 Proses sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dimana (a) hasil pencampuran TTIP dengan  $\text{Ga}(\text{acac})_3$  dalam isopropanol, (b) hasil pelarutan CTAB dalam isopropanol, dan (c) proses sonikasi larutan a dan b.



Gambar 4.2 Proses sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori dimana (a) hasil pencampuran TTIP, CTAB, asam asetat, dan isopropanol; (b) hasil gel setelah *aging* larutan a selama 3 hari; (c) hasil pengeringan larutan b pada suhu  $100^\circ\text{C}$ ; dan (d) hasil pelet padatan c yang dihasilkan.



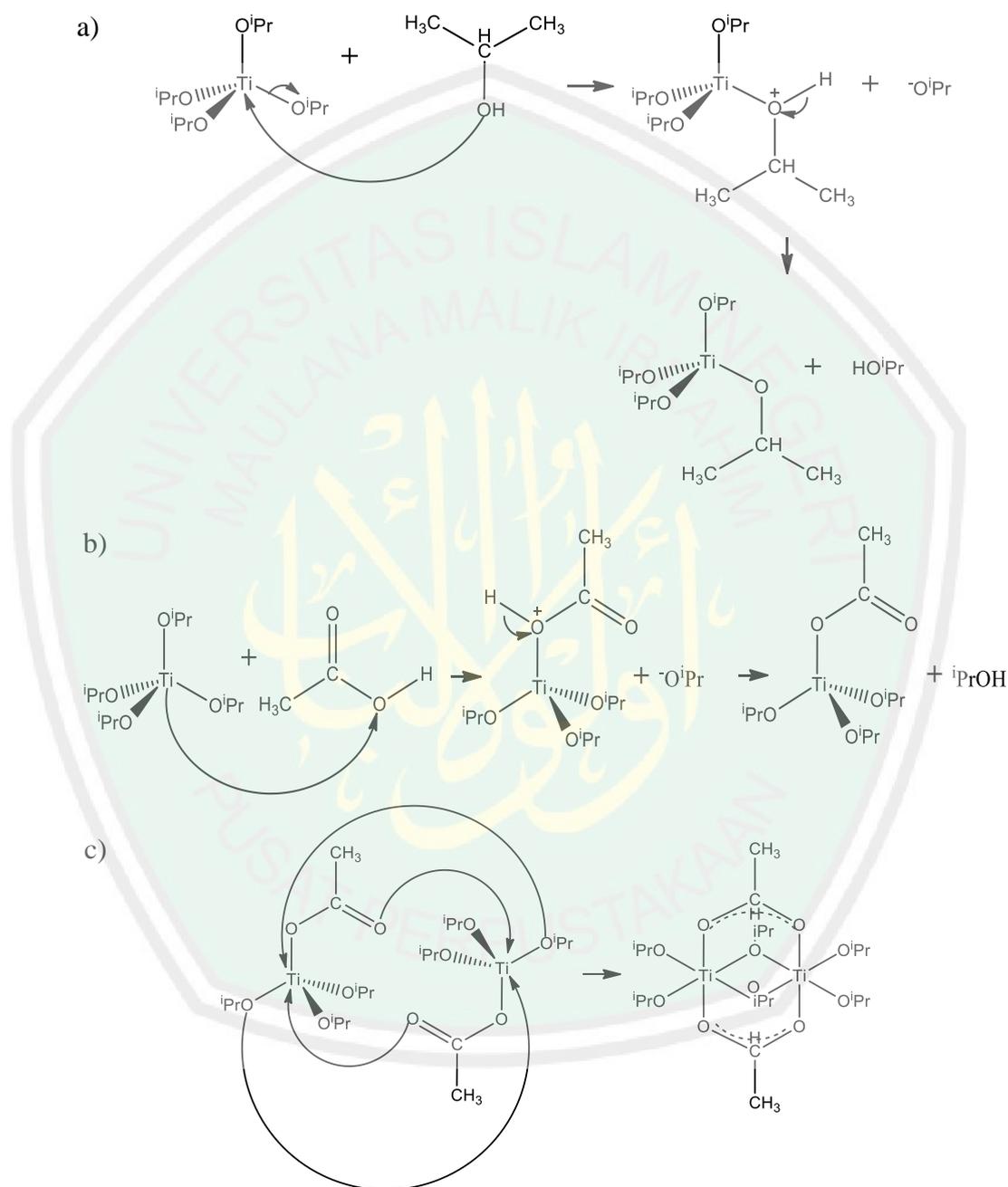
Gambar 4.3 Proses sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium dimana (a) hasil pencampuran TTIP,  $\text{Ga}(\text{acac})_3$ , CTAB, asam asetat, dan isopropanol; (b) hasil gel setelah *aging* larutan a selama 3 hari; (c) hasil pengeringan larutan b pada suhu  $100^\circ\text{C}$ ; dan (d) hasil pelet padatan c yang dihasilkan.



Gambar 4.4 Hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium (a) 0; (b) 0,5; (c) 1; (d) 1,5; dan (e) 2% setelah kalsinasi

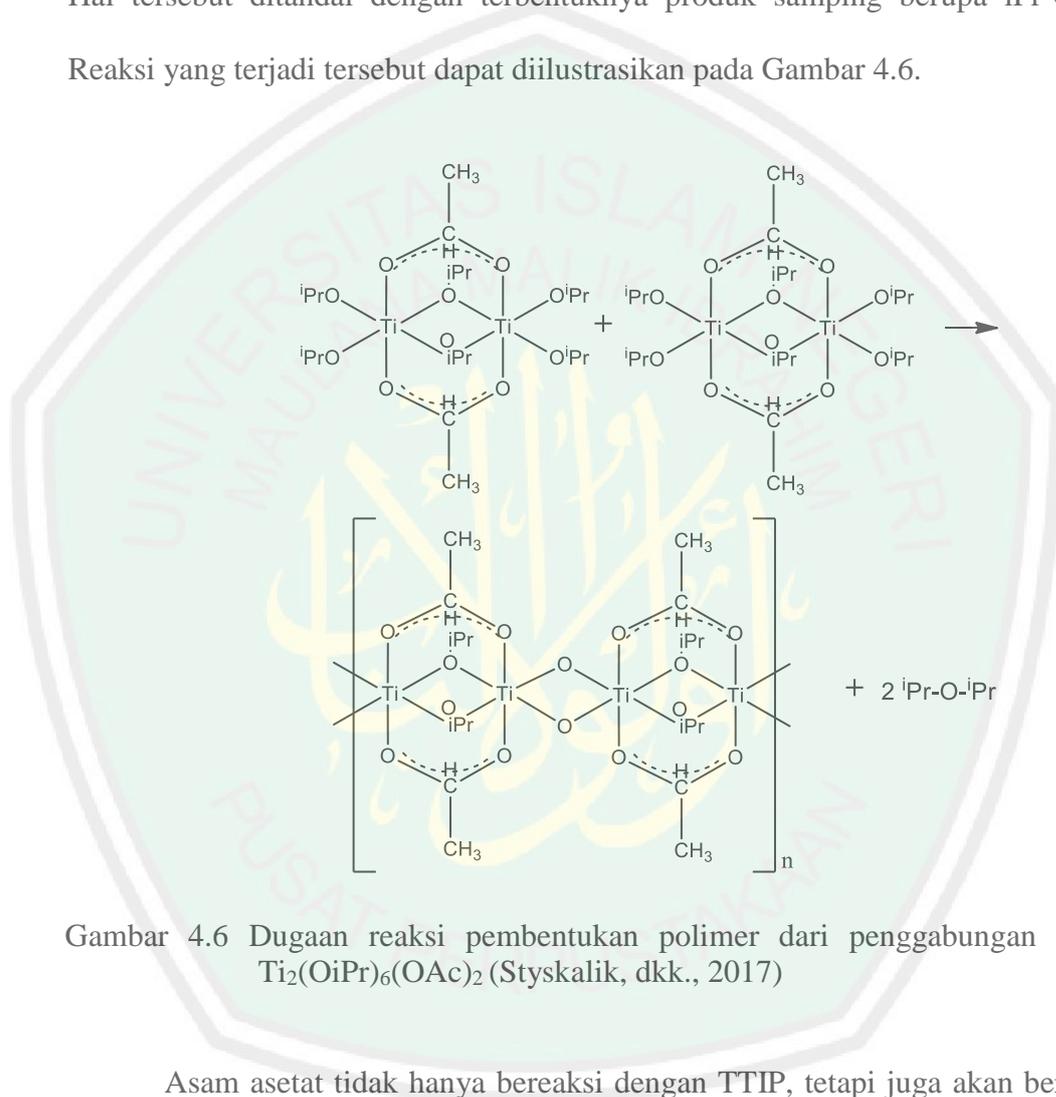
Prinsip reaksi dasar yang terjadi yaitu hidrolisis, kondensasi, dan polimerisasi. Reaksi pertama yang terjadi yaitu *alcoholic permutation* (Bashiri, dkk., 2017). Reaksi tersebut terjadi antara TTIP dengan pelarut isopropanol, yang menghasilkan produk berupa TTIP dan isopropanol kembali, sehingga tidak menghasilkan produk baru (Gambar 4.5.a). Kemudian, terjadi reaksi esterifikasi antara TTIP dengan asam asetat yang menghasilkan  $\text{Ti}(\text{iOPr})_3(\text{OAc})$  dan isopropanol (Gambar 4.5.b) (Debecker, dkk., 2012).  $\text{Ti}(\text{iOPr})_3(\text{OAc})$  yang dihasilkan akan bereaksi dengan  $\text{Ti}(\text{iOPr})_3(\text{OAc})$  yang lain, sehingga terjadi reaksi kondensasi. Produk yang dihasilkan yaitu berupa dimer  $\text{Ti}_2(\text{OiPr})_6(\text{OAc})_2$

(Gambar 4.5.c). Adanya ligan asetat yang terikat pada atom pusat tersebut berperan sebagai ligan bidentat ketika terjadi reaksi kondensasi (Eremeeva, dkk., 2017).



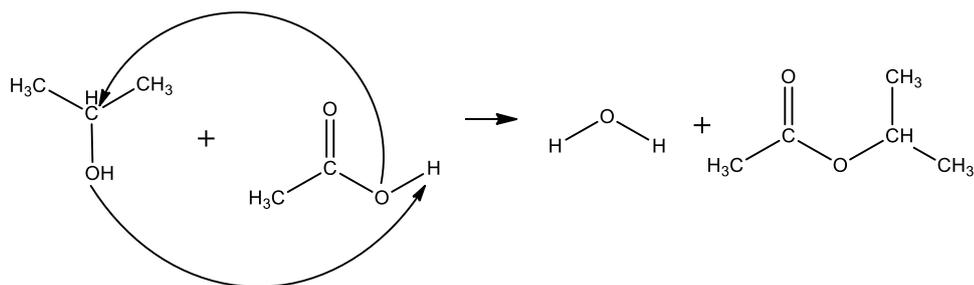
Gambar 4.5 Dugaan mekanisme (a) reaksi *alcoholic permutation* antara  $\text{Ti}(\text{O}i\text{Pr})_4$  dengan isopropanol, (b) reaksi esterifikasi antara  $\text{Ti}(\text{O}i\text{Pr})_4$  dengan asam asetat, dan (c) reaksi kondensasi pembentukan dimer  $\text{Ti}_2(\text{O}i\text{Pr})_6(\text{OAc})_2$  (Bashiri, dkk., 2017; Debecker, dkk., 2005; dan Eremeeva, dkk., 2017 )

Selanjutnya, terjadi reaksi polimerisasi dimana dimer  $\text{Ti}_2(\text{OiPr})_6(\text{OAc})_2$  akan bergabung dengan  $\text{Ti}_2(\text{OiPr})_6(\text{OAc})_2$  yang lain, sehingga dapat terbentuk rantai polimer yang panjang. Reaksi polimerisasi yang terjadi termasuk dalam reaksi eliminasi eter karena terjadi pelepasan gugus eter (Styskalik, dkk., 2017). Hal tersebut ditandai dengan terbentuknya produk samping berupa  $\text{iPr-O-iPr}$ . Reaksi yang terjadi tersebut dapat diilustrasikan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Dugaan reaksi pembentukan polimer dari penggabungan dimer  $\text{Ti}_2(\text{OiPr})_6(\text{OAc})_2$  (Styskalik, dkk., 2017)

Asam asetat tidak hanya bereaksi dengan TTIP, tetapi juga akan bereaksi dengan isopropanol. Reaksi antara asam asetat dengan isopropanol termasuk dalam reaksi *non-hydrolytic hydroxylation* karena terjadi pembentukan  $\text{H}_2\text{O}$  secara *in situ* selama reaksi (Debecker, dkk., 2012; Hay dan Raval, 2001). Oleh karena itu precursor TTIP dapat pula terhidrolisis oleh adanya  $\text{H}_2\text{O}$ . Reaksi yang terjadi dapat diilustrasikan pada Gambar 4.7.

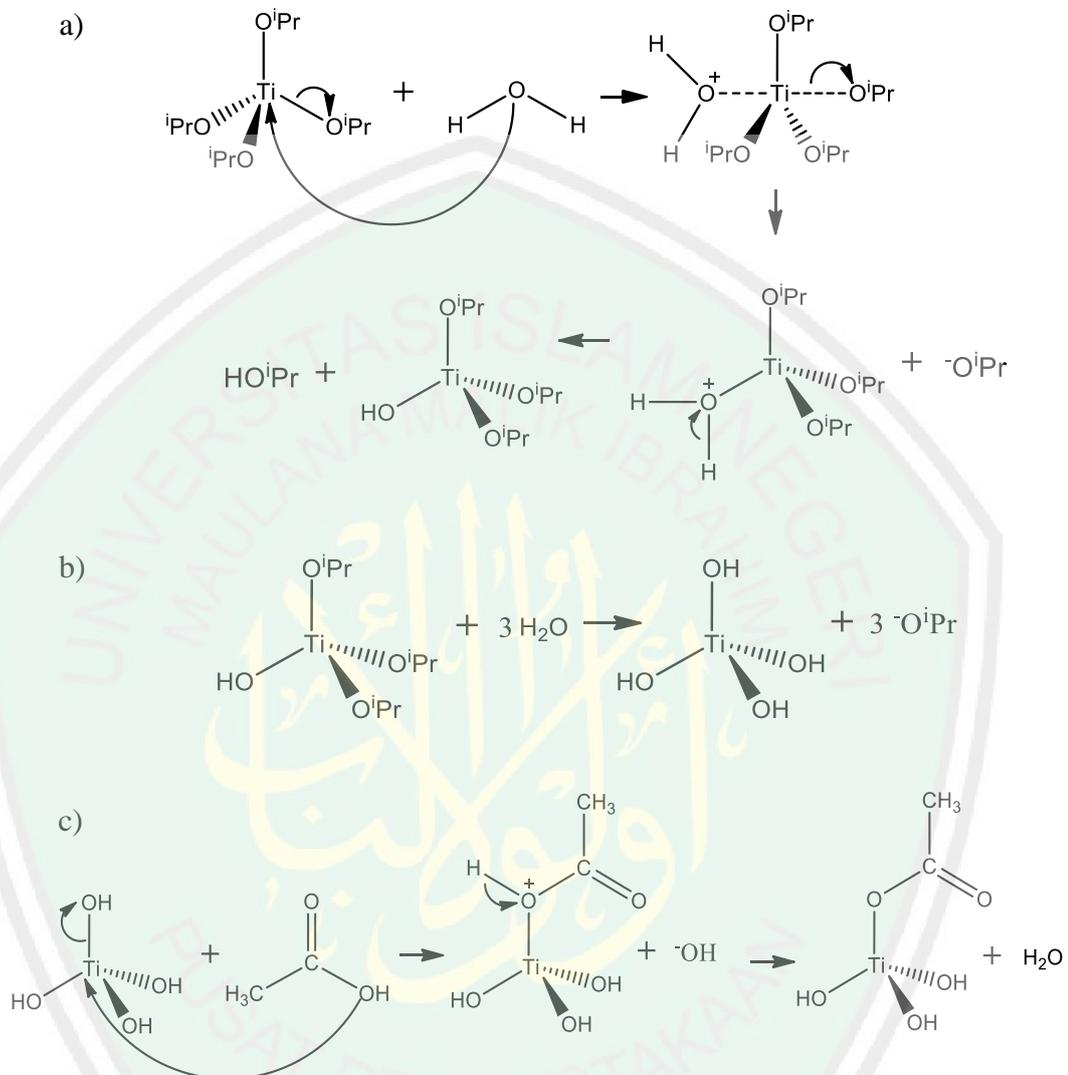


Gambar 4.7 Dugaan reaksi pembentukan  $\text{H}_2\text{O}$  secara *in situ* pada *non-hydrolytic hydroxylation* (Debecker, dkk., 2012; Hay dan Raval, 2001)

Reaksi hidrolisis kemudian dapat terjadi antara TTIP dengan  $\text{H}_2\text{O}$  yang terbentuk pada reaksi *non hydrolytic hydroxylation* sebelumnya. Tipe reaksi yang terjadi tersebut adalah reaksi substitusi nukleofilik ( $\text{S}_{\text{N}}2$ ). Tahap awal reaksi yaitu nukleofil  $\text{H}_2\text{O}$  menyerang ion titanium ( $\text{Ti}^{4+}$ ) pada TTIP yang bersifat sangat elektropositif. Kemudian secara bersamaan gugus isopropoksida dapat tersubstitusi oleh gugus hidroksil karena nukleofilisitas  $\text{H}_2\text{O}$  lebih besar daripada isopropanol (Gambar 4.8.a). Hal tersebut dapat dilihat dari keasamannya dimana nilai  $\text{pK}_a$   $\text{H}_2\text{O}$  (15,7) lebih kecil dari  $\text{pK}_a$  isopropanol (16,5) (Ballinger dan Long, 1960). Selain itu, juga dipengaruhi oleh faktor keruahan struktur dimana isopropanol lebih ruah daripada  $\text{H}_2\text{O}$ , sehingga nukleofilisitas isopropanol adalah lebih lemah daripada  $\text{H}_2\text{O}$  (Fessenden J dan Fessenden R., 1986). Reaksi hidrolisis tersebut terjadi secara berkesinambungan hingga keempat gugus isopropoksi dapat tersubstitusi oleh gugus hidroksil (Gambar 4.8.b).

Tahap selanjutnya yaitu reaksi kondensasi dimana pada reaksi ini terjadi penggabungan monomer monomer membentuk polimer dengan disertai pelepasan molekul sederhana seperti  $\text{H}_2\text{O}$  dan  ${}^i\text{PrOH}$ . Reaksi kondensasi yang terjadi dibantu oleh adanya agen polimerisasi yaitu asam asetat. Asam asetat akan terikat pada atom pusat Ti sebagai ligan bidentat dan kemudian membentuk senyawa

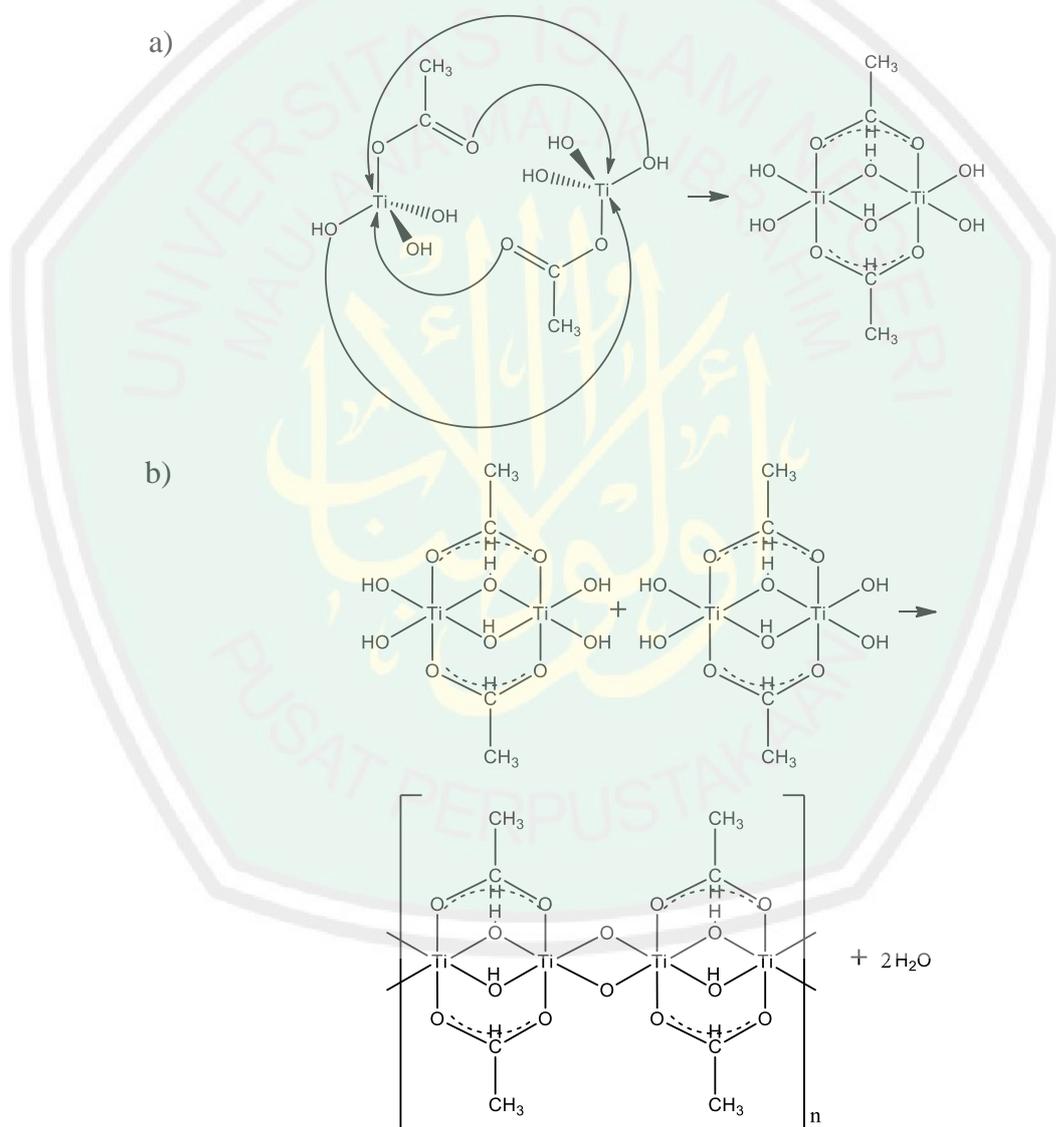
kompleks yang menjaga rantai polimer yang terbentuk adalah tidak bercabang. Reaksi antara  $\text{Ti}(\text{OH})_4$  dengan asam asetat dapat diamati pada Gambar 4.8.c.



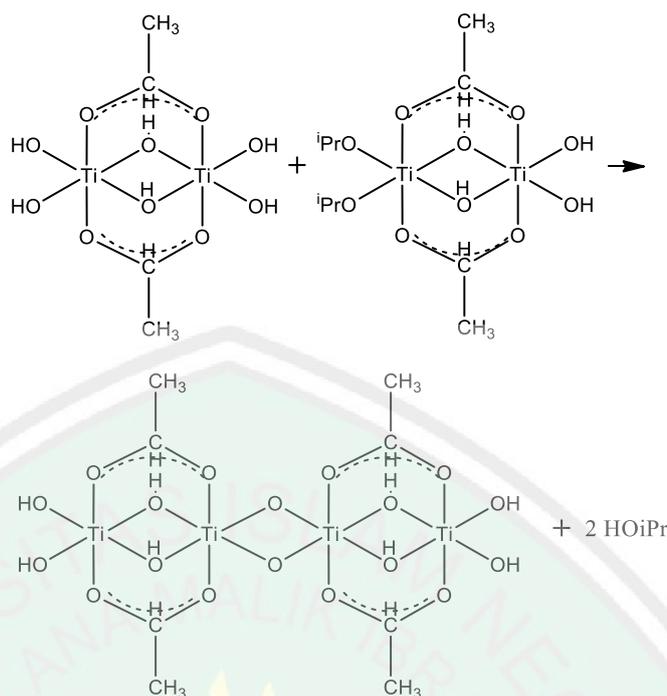
Gambar 4.8 Dugaan (a) mekanisme reaksi hidrolisis TTIP oleh  $\text{H}_2\text{O}$ , (b) reaksi hidrolisis  $\text{Ti}(\text{OiPr})_3(\text{OH})$  oleh  $\text{H}_2\text{O}$ , (c) mekanisme reaksi esterifikasi dengan adanya asam asetat (Pillai dan Hehir, 2017)

Kemudian  $\text{Ti}(\text{OH})_3\text{OAc}$  akan bereaksi dengan  $\text{Ti}(\text{OH})_3\text{OAc}$  yang lainnya, sehingga terjadi pembentukan senyawa kompleks dengan asam asetat bertindak sebagai ligan bidentat. Selain itu, juga akan terjadi reaksi *olation* atau pembentukan jembatan *-ol* yang dapat diamati pada Gambar 4.9.a (Bergek, dkk.,

2017). Kemudian akan terjadi reaksi *oxolation* atau pembentukan jembatan *-oxo* disertai dengan adanya pelepasan air (Bashiri, dkk., 2017). Reaksi yang terjadi dapat diamati pada Gambar 4.9.b. Pembentukan jembatan *-oxo* juga dapat terjadi dengan adanya pelepasan alkohol yang pada penelitian ini digunakan isopropanol. Reaksi tersebut disebut juga reaksi *alkoxolation* (Bergek, dkk., 2017). Reaksi *alkoxolation* dapat diamati pada Gambar 4.10.



Gambar 4.9 Dugaan reaksi (a) pembentukan senyawa kompleks dengan terbentuknya jembatan *-ol*, (b) polimerisasi melalui reaksi *oxolation* atau pembentukan jembatan *-oxo* (Bergek, dkk., 2017 dan Bashiri, dkk., 2017)

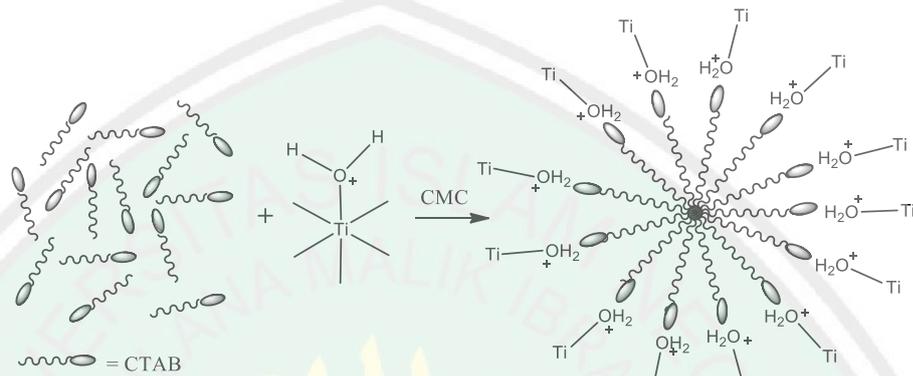


Gambar 4.10 Dugaan reaksi polimerisasi melalui reaksi *alkoxolation* atau pembentukan jembatan *alkoxo* (Bergek, dkk., 2017)

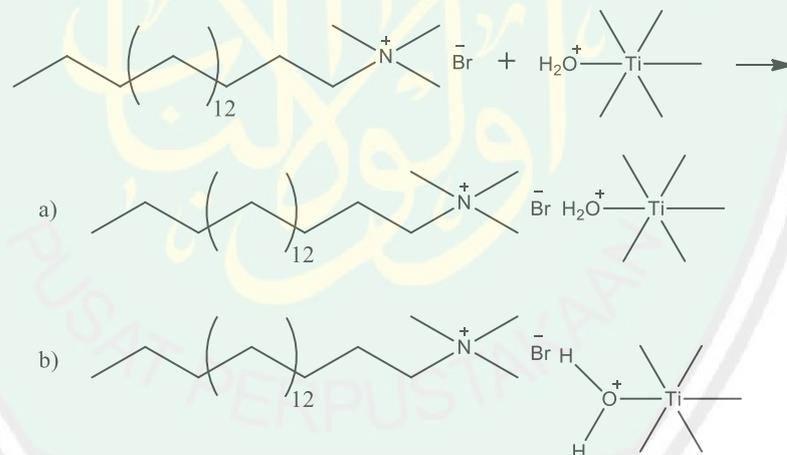
Sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori pada penelitian kali ini diinisiasi dengan adanya penambahan surfaktan kationik CTAB. Pembentukan pori berukuran meso (2-50 nm) diinisiasi dengan adanya pembentukan misel pada titik CMC dimana bagian hidrofobik dan hidrofilik dari CTAB akan berkumpul hingga terjadi keseimbangan dari bagian hidrofobik dan tolakan ionik antara bagian hidrofilik (Ul Haq, dkk., 2017; Prazeres, dkk., 2012). Kemudian  $\text{TiO}_2$  akan berinteraksi dengan bagian hidrofilik dari CTAB seperti yang diilustrasikan pada Gambar 4.11.

Sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terjadi pada kondisi pH 4 (asam). Kondisi reaksi pada pH 4 tersebut mengindikasikan bahwa pH reaksi berada dibawah titik isoelektrik dari  $\text{TiO}_2$  (6-6,5), sehingga  $\text{TiO}_2$  pada permukaan adalah bermuatan positif (Zhou, dkk., 2006).  $\text{TiO}_2$  dapat berinteraksi dengan CTAB secara elektrostatis melalui ion  $\text{O}^+$  pada  $\text{H}_2\text{O}^+$  yang terikat di permukaan  $\text{TiO}_2$  dengan

ion  $\text{Br}^-$  yang merupakan bagian hidrofilik pada CTAB. Selain itu,  $\text{TiO}_2$  dapat berinteraksi dengan CTAB melalui ikatan hidrogen yang terjadi antara atom hidrogen pada permukaan  $\text{TiO}_2$  dengan ion  $\text{Br}^-$  pada CTAB (Qu, dkk., 2010). Interaksi yang terjadi antara  $\text{TiO}_2$  dengan CTAB diilustrasikan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.11 Dugaan interaksi antara CTAB dengan  $\text{TiO}_2$  pada pembentukan misel (Kao, 2010 dan Qu, dkk., 2010)

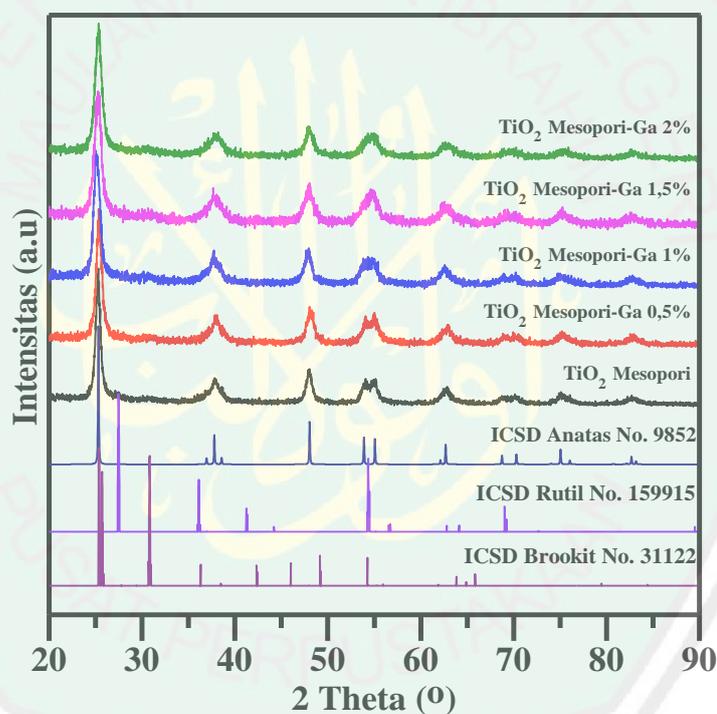


Gambar 4.12 Interaksi antara CTAB dengan  $\text{TiO}_2$  melalui (a) interaksi elektrostatis dan (b) ikatan hidrogen (Qu, dkk., 2010)

#### 4.2 Karakterisasi Struktur Hasil Sintesis $\text{TiO}_2$ Mesopori terdoping Galium

Karakterisasi struktur hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium dilakukan dengan menggunakan XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dari  $\text{TiO}_2$  mesopori dan pengaruh adanya doping galium pada pola difraksi sinar-X

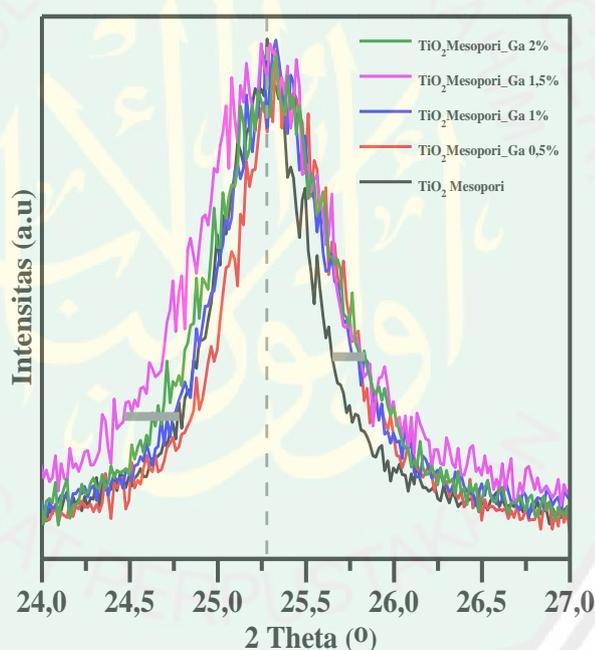
yang dihasilkan. Pola difraksi sinar-X sampel  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium ditunjukkan pada Gambar 4.13. Fasa  $\text{TiO}_2$  mesopori hasil sintesis diidentifikasi dengan cara membandingkan pola difraksi  $\text{TiO}_2$  mesopori hasil sintesis dengan pola difraksi standar  $\text{TiO}_2$  fasa anatas (ICSD no. 9852), fasa rutil (ICSD no. 159915), dan fasa brookit (ICSD no.31122). Berdasarkan perbandingan tersebut dapat diketahui bahwa fasa dari  $\text{TiO}_2$  mesopori hasil sintesis adalah anatas.  $\text{TiO}_2$  fasa anatas memiliki karakteristik puncak pada posisi  $2\theta$  ( $^\circ$ )= 25, 37, 48, 54, 55, 62, 68, 70, 74, 75, 76, 81, 82, dan 83.



Gambar 4.13 Pola difraksi sinar-X  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping Ga (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%

Berdasarkan Gambar 4.13 tersebut dapat diamati pula bahwa tidak terdapat puncak lain seperti  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  dan  $\text{GaTiO}_3$  sebagai akibat penambahan galium (III) pada  $\text{TiO}_2$ . Oleh karena itu, galium (III) telah terbukti berhasil berperan sebagai dopan pada kristal  $\text{TiO}_2$ . Adanya dopan galium pada kristal  $\text{TiO}_2$

memberikan pengaruh terhadap adanya pelebaran puncak pada posisi  $2\theta = 25^\circ$ . Hal tersebut dapat diamati melalui Gambar 4.14. Pelebaran puncak tersebut menandakan bahwa adanya dopan galium dapat menyebabkan terjadinya *non-uniform strain*, sehingga dopan  $\text{Ga}^{3+}$  dapat bertindak sebagai doping interstisi yaitu menempati hole pada kristal  $\text{TiO}_2$  (Banerjee, dkk., 2012). Adanya pelebaran puncak ditandai dengan meningkatnya nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM) pada  $\text{TiO}_2$  mesopori yang didoping Ga dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  mesopori tanpa doping. Data FWHM dari  $\text{TiO}_2$  mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dapat dirangkum melalui Tabel 4.1.



Gambar 4.14 Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X pada posisi  $2\theta = 25^\circ$

Tabel 4.1 Data FWHM dari  $\text{TiO}_2$  mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%

No	Sampel	FWHM
1	$\text{TiO}_2$ Mesopori	0,1171
2	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 0,5%	0,2676
3	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 1%	0,2676
4	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 1,5%	0,736
5	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 2%	0,2007

Selanjutnya, melalui karakterisasi menggunakan XRD dapat diketahui pula ukuran kristal yang dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer pada intensitas relatif 100% yaitu pada posisi  $2\theta = 25^\circ$ . Hasil perhitungan ukuran kristal tersebut dapat dirangkum pada Tabel 4.2. Berdasarkan Tabel 4.2 tersebut dapat diketahui bahwa pendopongan oleh logam galium (III) pada kristal  $\text{TiO}_2$  dapat menyebabkan adanya penurunan ukuran kristal.

Tabel 4.2 Ukuran kristal dari  $\text{TiO}_2$  mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%

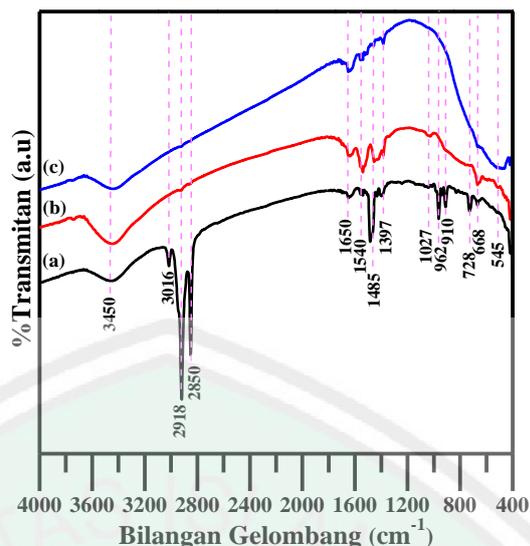
No	Sampel	Ukuran kristal (nm)
1	$\text{TiO}_2$ Mesopori	68,275
2	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 0,5%	29,805
3	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 1%	29,806
4	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 1,5%	10,862
5	$\text{TiO}_2$ Mesopori-Ga 2%	39,607

Kemudian, dilakukan proses *refinement* untuk mendapatkan data kristalografi dari  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis dan mengetahui pengaruh dopan galium terhadap data kristalografi  $\text{TiO}_2$  tanpa doping. *Refinement* dilakukan menggunakan aplikasi Rietica dengan metode Le Bail. *Refinement* dilakukan dengan menggunakan standar  $\text{TiO}_2$  fasa anatase no.9852 dengan struktur tetragonal, grup ruang  $I4_1/amd$ , panjang  $a$  dan  $b$  sebesar  $3,7842 \text{ \AA}$ , panjang  $c$  sebesar  $9,5146 \text{ \AA}$ , dan volume sel  $136,25 \text{ \AA}^3$ . Hasil *refinement* dari  $\text{TiO}_2$  Mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan galium (III) 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% ditampilkan pada Tabel 4.3 yang mengindikasikan bahwa data difraksi sampel  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping l (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% memiliki kesesuaian yang baik dengan data standar  $\text{TiO}_2$  fasa anatase (ICSD no. 9852). Hal tersebut ditandai dengan nilai *R-profile* ( $R_p$ ) kurang dari 15%, *R-weight profile* ( $R_{wp}$ ) yang didapatkan kurang dari 20%, dan *Good of Fitness* ( $\chi^2$ ) kurang dari 5 (Andrieux, dkk., 2018).

Tabel 4.3 Data kristalografi TiO<sub>2</sub> hasil sintesis

Parameter	Sampel				
	TiO <sub>2</sub> Mesopori	TiO <sub>2</sub> Mesopori- Ga 0,5%	TiO <sub>2</sub> Mesopori- Ga 1%	TiO <sub>2</sub> Mesopori- Ga 1,5%	TiO <sub>2</sub> Mesopori- Ga 2%
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Grup Ruang	I4 <sub>1</sub> /amd	I4 <sub>1</sub> /amd	I4 <sub>1</sub> /amd	I4 <sub>1</sub> /amd	I4 <sub>1</sub> /amd
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4	4
Panjang <i>a</i> dan <i>b</i> (Å)	3,7880	3,7848	3,7942	3,7904	3,7879
Panjang <i>c</i> (Å)	9,507	9,5027	9,5146	9,5070	9,5070
Volume Sel Satuan (Å <sup>3</sup> )	136,4209	136,1206	136,9708	136,5866	136,2641
<i>R<sub>p</sub></i> (%)	11,56	11,44	11,18	11,55	10,58
<i>R<sub>wp</sub></i> (%)	10,23	10,45	9,93	11,30	9,37
GoF ( $\chi^2$ )	0,1212	0,1061	0,1046	0,1234	0,1384

Pembentukan pori pada TiO<sub>2</sub> mesopori dibantu dengan adanya penggunaan surfaktan CTAB sebagai *template*. Karakterisasi menggunakan XRD tidak dapat digunakan untuk mengamati adanya kandungan senyawa yang tidak kristalin seperti surfaktan CTAB. Oleh karena itu, identifikasi adanya kandungan CTAB pada TiO<sub>2</sub> mesopori dilakukan menggunakan spektroskopi FTIR. Karakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR dilakukan untuk mengetahui modus vibrasi gugus fungsi yang muncul pada surfaktan CTAB, TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum dikalsinasi, dan TiO<sub>2</sub> mesopori setelah dikalsinasi, sehingga dapat diidentifikasi apabila masih terdapat kandungan surfaktan CTAB pada TiO<sub>2</sub> mesopori. Hasil spektra IR yang diperoleh dapat diamati pada Gambar 4.15. Hasil identifikasi modus vibrasi gugus fungsi yang muncul dirangkum pada Tabel 4.4.



Gambar 4.15 Spektra IR dari (a) surfaktan CTAB, (b) TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi, dan (c) TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi

Tabel 4.4 Identifikasi spektra IR

Sampel	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Jenis modulus vibrasi
CTAB	3463	Vibrasi ulur O-H <sup>a</sup>
	3061	Vibrasi ulur C-H pada -CH <sub>3</sub> <sup>a</sup>
	2919	Vibrasi ulur asimetri C-H pada -CH <sub>2</sub> - <sup>a</sup>
	2850	Vibrasi ulur simetri C-H pada -CH <sub>2</sub> - <sup>a</sup>
	1652	Vibrasi tekuk O-H <sup>b</sup>
	1541	Vibrasi ulur C-N <sup>a</sup>
	1485	Vibrasi tekuk C-H <i>scissoring</i> <sup>c</sup>
	1397	Vibrasi tekuk C-H <i>scissoring</i> <sup>c</sup>
	962	Vibrasi tekuk C-H <i>rocking</i> <sup>c</sup>
	911	Vibrasi tekuk C-H <i>rocking</i> <sup>c</sup>
	728	Vibrasi tekuk C-H <i>rocking</i> <sup>c</sup>
	668	Vibrasi <i>skeletal</i> C-C <sup>a</sup>
	TiO <sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi	3447
1650		Vibrasi tekuk O-H <sup>b</sup>
1541		Vibrasi ulur C-N <sup>a</sup>
1454		Vibrasi tekuk C-H <i>scissoring</i> <sup>c</sup>
1397		Vibrasi tekuk C-H <i>scissoring</i> <sup>c</sup>
1028		Vibrasi tekuk C-O <sup>a</sup>
756		Vibrasi tekuk C-H <i>rocking</i> <sup>c</sup>
668	Vibrasi <i>skeletal</i> C-C <sup>a</sup>	
TiO <sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi	3447	Vibrasi ulur O-H <sup>b</sup>
	1650	Vibrasi tekuk O-H <sup>b</sup>
	1559	Vibrasi tekuk C-N <sup>a</sup>
	1397	Vibrasi tekuk C-H <i>scissoring</i> <sup>c</sup>
	450-950	Vibrasi Ti-O-Ti <sup>b</sup>

<sup>a</sup> Mistry, 2009, <sup>b</sup> Ananth, dkk., 2016, <sup>c</sup> Silverstein, dkk., 2005

Berdasarkan Gambar 4.15 dan Tabel 4.4 dapat diamati bahwa pada surfaktan CTAB, TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi, dan TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi memiliki modus vibrasi ulur gugus fungsi O-H yang muncul pada bilangan gelombang 3463 cm<sup>-1</sup> (CTAB) dan 3447 cm<sup>-1</sup> (TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum dan sesudah kalsinasi). Selain itu, modus vibrasi tekuk gugus fungsi O-H juga muncul pada ketiganya yaitu pada bilangan gelombang 1652 cm<sup>-1</sup> (CTAB) dan 1650 cm<sup>-1</sup> (TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum dan sesudah kalsinasi). Adanya vibrasi O-H yang muncul pada CTAB adalah karena CTAB bersifat higroskopis (GBiosciences, 2016). Sedangkan, adanya vibrasi O-H yang teramati pada TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum dan sesudah kalsinasi tersebut adalah sebagai akibat dari adanya gugus hidroksil yang terikat pada permukaan TiO<sub>2</sub> (Myilsamy, dkk., 2018).

Surfaktan CTAB memiliki tiga gugus fungsi khas yaitu C-H, C-N, dan C-C, sehingga adanya ketiga modus vibrasi gugus fungsi tersebut baik pada surfaktan CTAB maupun TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi menunjukkan adanya kandungan surfaktan CTAB. Modus vibrasi ulur gugus fungsi C-H teramati hanya pada CTAB yaitu pada bilangan gelombang 3016, 2919, dan 2850 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan, modus vibrasi tekuk gugus fungsi C-H yang muncul terdiri dari dua macam yaitu vibrasi tekuk C-H *scissoring* dan *rocking*.

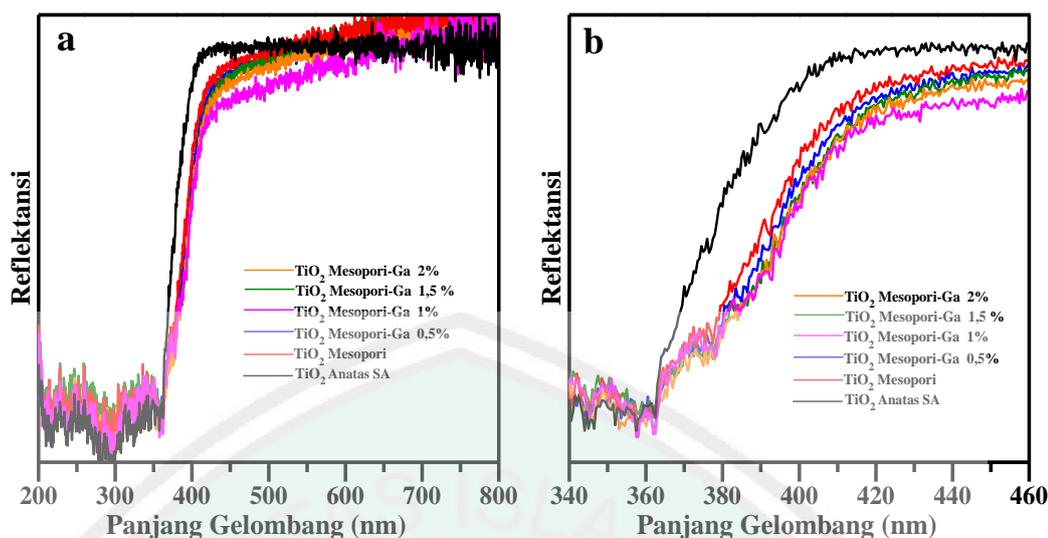
Vibrasi tekuk gugus fungsi C-H *scissoring* terbagi kembali menjadi dua puncak yaitu pada daerah bilangan gelombang sekitar 1450 dan 1397 cm<sup>-1</sup>. Puncak modus vibrasi tekuk gugus fungsi C-H *scissoring* yang pertama hanya teramati pada CTAB (1485 cm<sup>-1</sup>) dan TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum dikalsinasi (1454 cm<sup>-1</sup>). Puncak modus vibrasi tekuk gugus fungsi C-H *scissoring* yang kedua yaitu

pada bilangan gelombang  $1397\text{ cm}^{-1}$  teramati baik pada CTAB,  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi, maupun  $\text{TiO}_2$  mesopori setelah kalsinasi. Modus vibrasi tekuk gugus fungsi C-H *rocking* teramati pada bilangan gelombang 728, 910, dan  $962\text{ cm}^{-1}$  (CTAB) dan  $755\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi). Modus vibrasi tekuk C-N teramati pada bilangan gelombang  $1541\text{ cm}^{-1}$  (CTAB dan  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi) dan  $1559\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{TiO}_2$  mesopori setelah kalsinasi). Secara visual, persen transmittan modus vibrasi tekuk C-H dan C-N semakin menurun dari CTAB,  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi, dan  $\text{TiO}_2$  mesopori setelah kalsinasi. Hal tersebut menunjukkan bahwa kandungan surfaktan CTAB masih didapatkan pada  $\text{TiO}_2$  mesopori setelah kalsinasi dengan intensitas yang rendah.

Modus vibrasi C-C *skeletal* teramati pada bilangan gelombang  $668\text{ cm}^{-1}$  baik pada CTAB maupun  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi. Persen transmittan puncak pada vibrasi *skeletal* C-C  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi adalah lebih tinggi daripada CTAB karena pada  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi masih terdapat kandungan asam asetat yang belum teruapkan secara sempurna. Kandungan asam asetat juga terdeteksi melalui munculnya modus vibrasi C-O yang teramati pada bilangan gelombang  $1028\text{ cm}^{-1}$ . Modus vibrasi tersebut juga hanya diperoleh pada  $\text{TiO}_2$  mesopori sebelum kalsinasi. Selanjutnya, teramati adanya modus vibrasi Ti-O-Ti pada bilangan gelombang  $450\text{-}950\text{ cm}^{-1}$  pada  $\text{TiO}_2$  setelah dilakukan kalsinasi. Hal tersebut menunjukkan telah terbentuknya  $\text{TiO}_2$  setelah dilakukan kalsinasi pada suhu  $450^\circ\text{C}$  melalui munculnya vibrasi Ti-O-Ti tersebut.

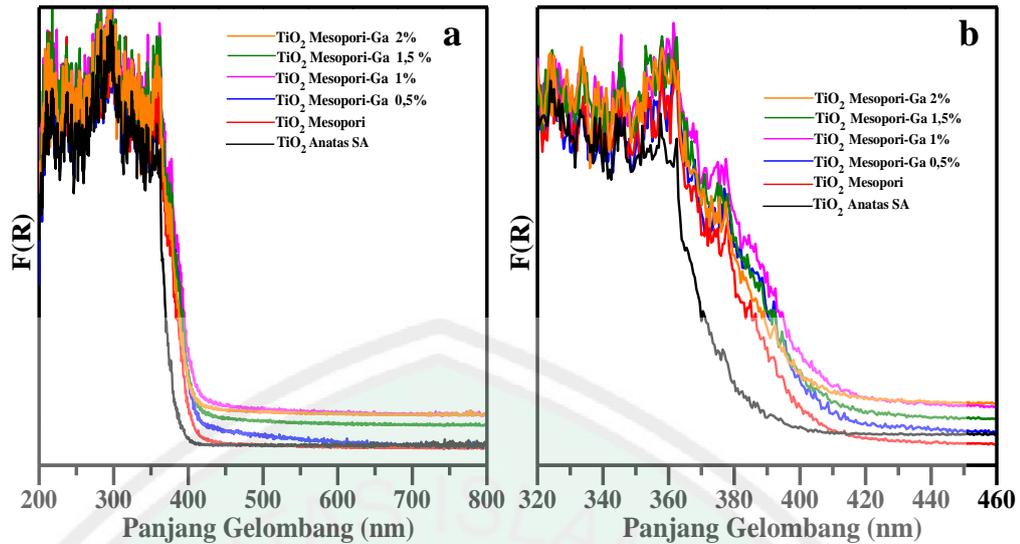
#### 4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium Menggunakan DRS

Karakterisasi menggunakan DRS bertujuan untuk mengetahui karakter serapan sinar dan nilai energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%. Karakterisasi menggunakan DRS juga dilakukan pada TiO<sub>2</sub> anatas sigma-aldrich (SA) sebagai pembanding karakteristik serapan sinar dan energi celah pita yang dihasilkan dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Hasil karakterisasi menggunakan DRS terdapat 3 plot grafik. Grafik yang pertama yaitu plot hubungan antara nilai reflektansi dengan panjang gelombang yang ditunjukkan pada Gambar 4.16. Berdasarkan Gambar 4.16 dapat diamati bahwa TiO<sub>2</sub> fasa anatas sigma-aldrich memiliki nilai reflektansi paling tinggi pada daerah radiasi elektromagnetik UV dan cahaya tampak. Sedangkan, TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi Ga<sup>3+</sup> 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% memiliki nilai reflektansi yang hampir mirip dan lebih rendah dari nilai reflektansi TiO<sub>2</sub> anatas SA. Meskipun demikian, TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% memiliki nilai reflektansi yang paling rendah pada daerah radiasi elektromagnetik cahaya tampak. Nilai reflektansi adalah berbanding terbalik dengan nilai absorbansi, sehingga dapat diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% memiliki kemampuan mengabsorpsi sinar pada rentang panjang gelombang cahaya tampak paling besar dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga hasil sintesis yang lain.



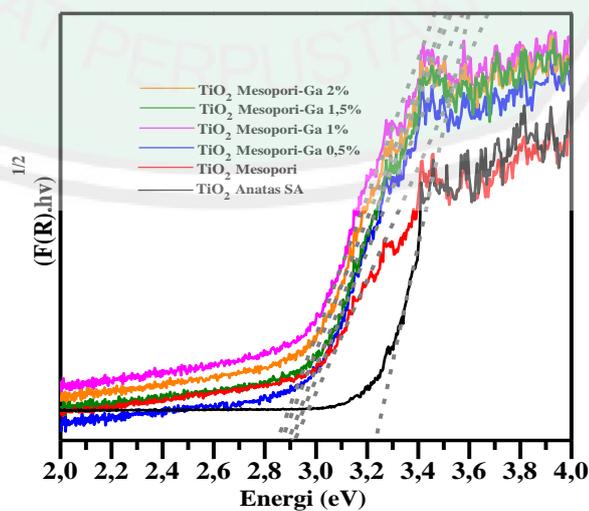
Gambar 4.16 Plot hasil DRS TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium antara reflektansi dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm

Grafik yang kedua yaitu plot hubungan antara faktor kubelka-munk ( $F(R)$ ) dengan panjang gelombang yang diilustrasikan pada Gambar 4.17. Faktor kubelka-munk adalah sebanding dengan koefisien absorpsi per *scattering* ( $k/s$ ), sehingga nilai  $F(R)$  menunjukkan koefisien absorpsi optik. Berdasarkan Gambar 4.17 dapat diketahui bahwa baik TiO<sub>2</sub> anatas SA maupun TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% memiliki nilai  $F(R)$  yang tinggi pada daerah UV. Akan tetapi, pada rentang panjang gelombang cahaya tampak (400-800 nm) TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% memiliki nilai  $F(R)$  yang paling tinggi dibandingkan TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga yang lainnya. Hal tersebut menunjukkan bahwa adanya dopan galium dengan konsentrasi 1% adalah paling optimum untuk meningkatkan absorpsi sinar pada rentang panjang gelombang cahaya tampak.



Gambar 4.17 Plot hasil DRS  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium antara faktor Kubelka-Munk ( $F(R)$ ) dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm

Grafik yang ketiga yaitu plot hubungan antara  $(F(R)hv)^{1/2}$  dengan energi (eV) yang diilustrasikan pada Gambar 4.18. Plot tersebut digunakan untuk menentukan nilai energi celah pita dari  $\text{TiO}_2$  anatas SA dan  $\text{TiO}_2$  mesopori-Ga hasil sintesis dimana nilai energi celah pita tersebut diperoleh dengan cara menarik garis lurus pada grafik hingga memotong sumbu x. Hasil penentuan nilai energi celah pita dirangkum pada Tabel 4.5.



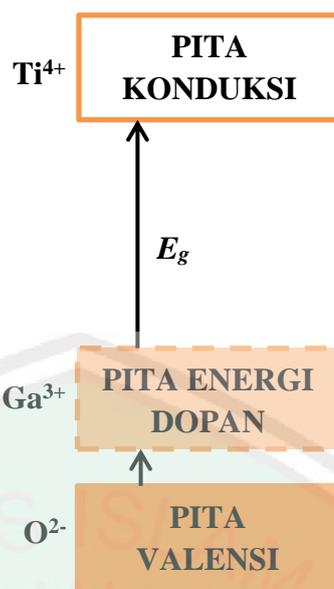
Gambar 4.18 Penentuan nilai energi celah pita

Tabel 4.5 Hasil penentuan energi celah pita TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga

No	Sampel	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)	d spacing (Å)
1	TiO <sub>2</sub> Anatas SA	3,23	383	
2	TiO <sub>2</sub> Mesopori	2,97	418	3,51362
3	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%	2,94	421	3,52044
4	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%	2,88	429	3,56150
5	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%	2,91	425	3,51393
6	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%	2,89	427	3,53958

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa energi celah pita TiO<sub>2</sub> Anatas SA adalah sebesar 3,23 eV. Sedangkan, energi celah pita TiO<sub>2</sub> mesopori tanpa doping adalah sebesar 2,97 eV. Lee, dkk. (2008) melaporkan bahwa TiO<sub>2</sub> mesopori dengan agen pembentuk pori surfaktan CTAB yang disintesis menggunakan metode sol-gel memiliki energi celah pita sebesar 2,98 eV.

Adanya penambahan konsentrasi dopan galium dapat menyebabkan penurunan energi celah pita TiO<sub>2</sub> mesopori. Hal tersebut dikarenakan terbentuknya pita energi dopan Ga<sup>3+</sup> diatas pita valensi dari TiO<sub>2</sub> yang diilustrasikan pada Gambar 4.19, sehingga transisi yang terjadi yaitu dari pita energi dopan ke pita konduksi TiO<sub>2</sub>. Akan tetapi, semakin bertambahnya konsenrasi dopan galium yang ditambahkan tidak berbanding lurus dengan penurunan energi celah pita TiO<sub>2</sub> yang didapatkan dimana TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% memiliki nilai energi celah pita paling rendah yaitu sebesar 2,88 eV dibandingkan dengan yang lainnya, sehingga TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% merupakan fotokatalis hasil sintesis yang paling aktif pada daerah cahaya tampak.



Gambar 4.19 Dugaan diagram pita energi  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{Ga}^{3+}$  (Ameta dan Ameta, 2017)

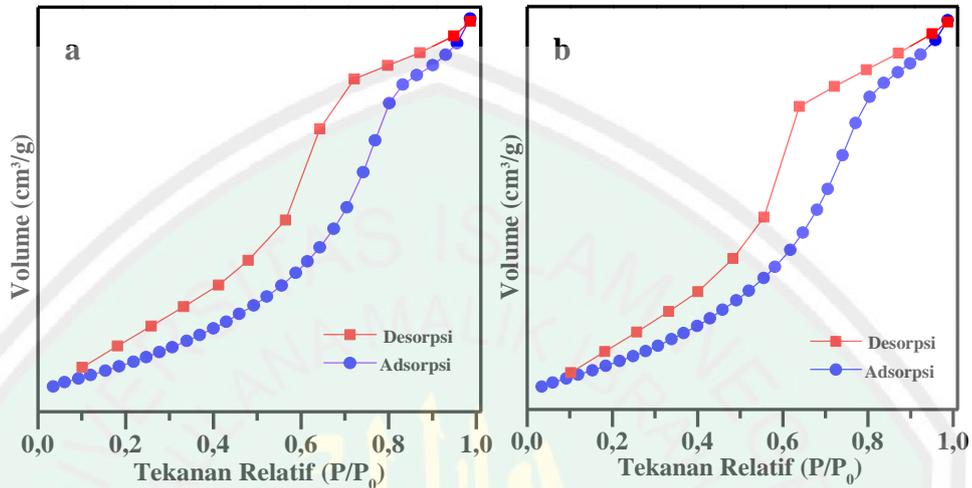
Penambahan konsentrasi dopan yang tidak linear dengan penurunan energi celah pita dapat diamati melalui data *d spacing* yang dihasilkan melalui karakterisasi menggunakan instrumen XRD dimana pada Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa nilai *d spacing* adalah berbanding terbalik dengan nilai energi celah pita. Nilai *d spacing* adalah berbanding lurus dengan konstanta kisi, sehingga ketika nilai *d spacing* besar maka nilai konstanta kisi juga besar. Rockett (2007) menjelaskan bahwa nilai energi celah pita adalah berbanding terbalik dengan nilai konstanta kisi. Hal tersebut disebabkan karena semakin kecil jarak atom, maka akan semakin kuat interaksi interatomik. Akibatnya semakin besar pula nilai energi celah pita. Perbedaan jarak interatomik tersebut dapat diakibatkan oleh adanya multivalensi dari logam galium sebagai dopan. Lewis (1961) menjelaskan bahwa galium memiliki 3 valensi yang berbeda yaitu +1, +2, +3.

#### 4.4 Karakterisasi Hasil Sintesis TiO<sub>2</sub> Mesopori Terdoping Galium Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub>

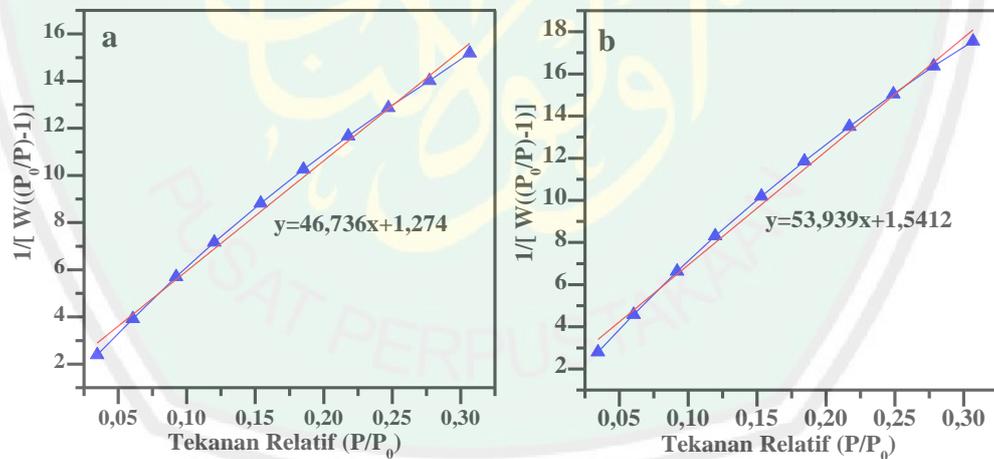
Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> dilakukan untuk mengetahui tipe isoterm, luas permukaan dan ukuran pori dari TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% sebagai hasil sintesis dengan nilai energi celah pita yang paling rendah. Penentuan luas permukaan dilakukan dengan menggunakan metode BET. Sedangkan, penentuan ukuran pori dilakukan dengan menggunakan metode BJH. Hasil penentuan tipe isoterm dari TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% ditunjukkan pada Gambar 4.13. Berdasarkan Gambar 4.20 dapat diketahui bahwa tipe isoterm dari TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori doping galium 1% adalah tipe IV. Berdasarkan klasifikasi IUPAC telah dijelaskan bahwa isoterm dengan tipe IV merupakan karakteristik material padatan mesopori yang ditandai dengan adanya *hysteresis loop*. *Hysteresis loop* terjadi karena volume gas N<sub>2</sub> yang diadsorpsi adalah berbeda dengan volume gas N<sub>2</sub> yang didesorpsi. Adanya *hysteresis loop* tersebut teramati karena terjadinya kondensasi kapiler akibat *pore blocking* dan kavitasi. Tipe *hysteresis loop* pada TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% adalah H<sub>2</sub> yang menggambarkan bentuk pori yang dihasilkan adalah *interconnected* (Myilsamy, dkk., 2018).

Hasil kurva penentuan luas permukaan menggunakan metode BET ditunjukkan pada Gambar 4.21. Berdasarkan kurva tersebut diperoleh persamaan  $y=ax+b$  dimana  $a$  menunjukkan *slope* dan  $b$  menunjukkan intersep. Luas permukaan dapat ditentukan melalui nilai *slope* dan intersep yang diperoleh dimana perhitungannya dapat diamati pada Lampiran 9. Hasil luas permukaan dari TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1% secara berturut-turut

sebesar  $72,537 \text{ m}^2/\text{g}$  dan  $62,771 \text{ m}^2/\text{g}$ . Adanya doping galium sebesar 1% pada  $\text{TiO}_2$  mesopori dapat menurunkan luas permukaan. Hal ini dapat terjadi dikarenakan terjadinya penyumbatan pori oleh dopan galium.



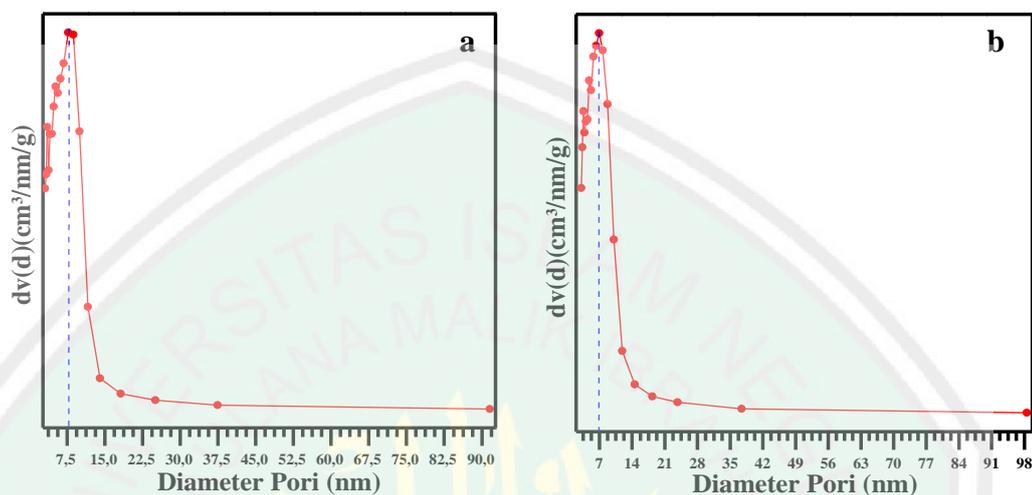
Gambar 4.20 Isoterm adsorpsi-desorpsi  $\text{N}_2$  dari (a)  $\text{TiO}_2$  Mesopori dan (b)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 1%



Gambar 4.21 Penentuan luas permukaan menggunakan metode BET

Kurva distribusi ukuran pori yang dihasilkan melalui metode BJH adsorpsi ditunjukkan pada Gambar 4.22. Berdasarkan kurva tersebut, ukuran pori yang dihasilkan dari  $\text{TiO}_2$  mesopori dan  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium 1% secara berturut-turut sebesar  $7,72 \text{ nm}$  dan  $6,91 \text{ nm}$ . Oleh karena itu, terbukti bahwa

material yang disintesis memiliki pori berukuran meso karena berada dalam rentang ukuran 2 hingga 50 nm. Hasil karakterisasi dari adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> secara lengkap dapat diamati pada Tabel 4.6.



Gambar 4.22 Distribusi ukuran pori dari (a) TiO<sub>2</sub> mesopori dan (b) TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 1%

Tabel 4.6 Hasil karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub>

Parameter	TiO <sub>2</sub> Mesopori	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%	TiO <sub>2</sub> *
Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	72,537	62,771	50,1
Volume pori adsorpsi BJH (cm <sup>3</sup> /g)	0,191	0,163	-
Luas permukaan adsorpsi BJH (m <sup>2</sup> /g)	101,448	91,482	-
Diameter pori adsorpsi BJH (nm)	7,7176	6,9131	4,76
Volume pori desorpsi BJH (cm <sup>3</sup> /g)	0,181	0,159	-
Luas permukaan desorpsi BJH (m <sup>2</sup> /g)	123,704	114,521	-
Diameter pori desorpsi BJH (nm)	5,3213	5,2337	3,66
Volume pori total (cm <sup>3</sup> /g)	0,1824	0,1537	-
Rata-rata diameter pori (nm)	10,0566	9,7929	5,45

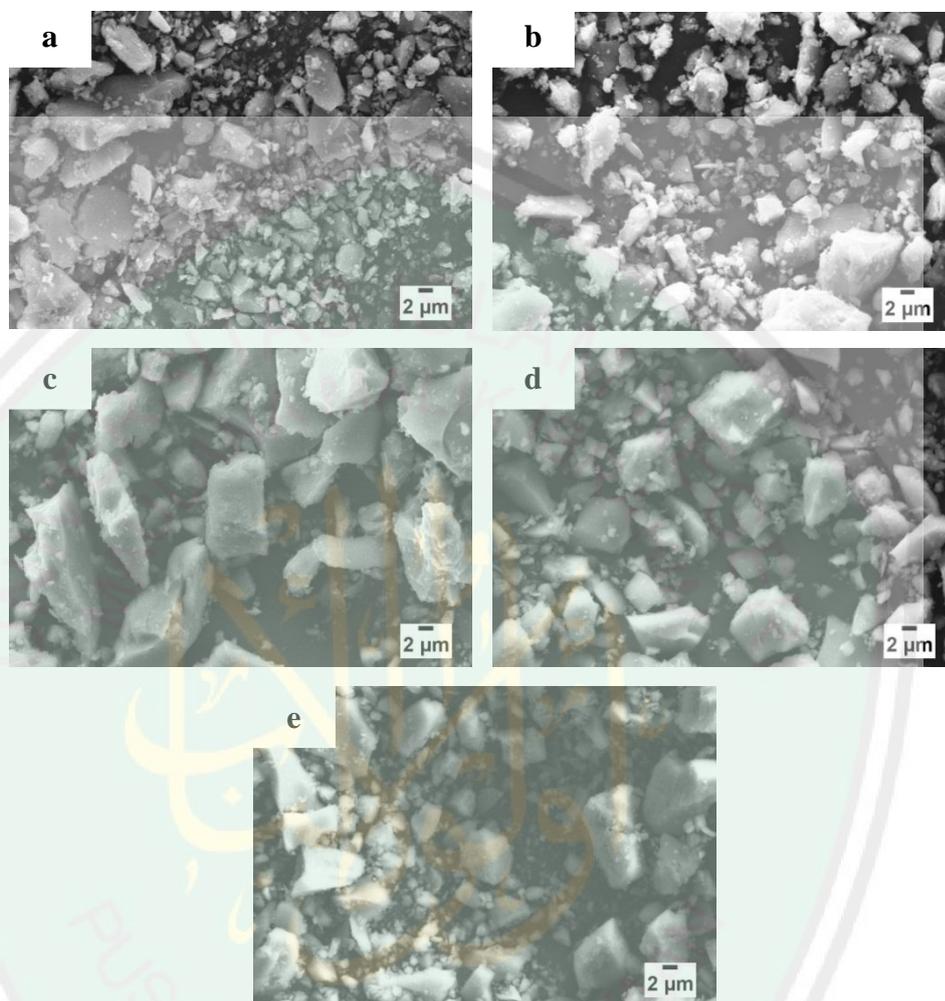
\*Shalan, dkk., 2013

Berdasarkan Tabel 4.6 dapat diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  mesopori memiliki luas permukaan yang lebih tinggi daripada  $\text{TiO}_2$ . Hal tersebut mengindikasikan bahwa surfaktan CTAB memiliki pengaruh yang cukup signifikan untuk meningkatkan luas permukaan  $\text{TiO}_2$ . Selain itu, dapat pula diamati melalui data diameter pori baik diameter pori adsorpsi BJH, diameter pori desorpsi BJH, maupun rata-rata diameter pori dimana  $\text{TiO}_2$  mesopori terbukti memiliki diameter pori yang lebih besar daripada  $\text{TiO}_2$  tanpa adanya penambahan surfaktan CTAB. Ukuran pori diambil dari data diameter pori adsorpsi BJH karena material yang dihasilkan merupakan material mesopori dengan karakteristik volume gas  $\text{N}_2$  yang diadsorpsi adalah berbeda dengan volume gas  $\text{N}_2$  yang didesorpsi. Gas  $\text{N}_2$  yang diadsorpsi diasumsikan akan mengisi seluruh pori, sehingga ukuran pori diambil dari data diameter pori adsorpsi BJH (Sotomayor, dkk., 2018).

#### **4.5 Karakterisasi Hasil Sintesis $\text{TiO}_2$ Mesopori Terdoping Galium Menggunakan SEM-EDX**

Material hasil sintesis  $\text{TiO}_2$  Mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX. Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan partikel dari  $\text{TiO}_2$  Mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%. Sedangkan, karakterisasi menggunakan EDX bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur penyusunnya. Morfologi permukaan partikel dari  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% adalah *irregular* atau tidak beraturan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 4.23. Komposisi unsur

penyusun dari  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dirangkum pada Tabel 4.7.



Gambar 4.23 Morfologi permukaan dari (a)  $\text{TiO}_2$  Mesopori, (b)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 0,5%, (c)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 1%, (d)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 1,5%, dan (e)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 2%.

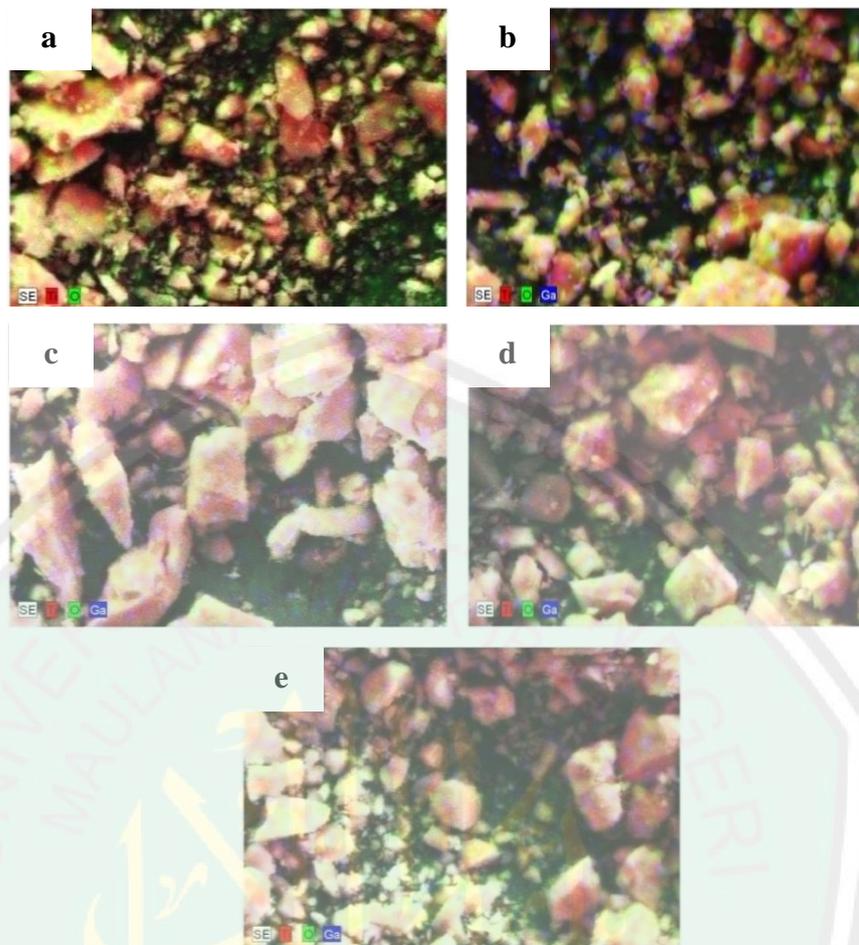
Berdasarkan Tabel 4.7 dapat diketahui bahwa pada sampel  $\text{TiO}_2$  mesopori mengandung komposisi unsur Ti dan O. Sedangkan, pada sampel  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium mengandung komposisi unsur Ti, O, dan Ga. Persentase komposisi unsur galium hasil karakterisasi menggunakan EDX secara berturut-turut dari  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan

0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% adalah 0; 0,67; 0,95; 1,43; dan 1,34%. Persentase konsentrasi dopan yang teridentifikasi pada saat karakterisasi menggunakan SEM-EDX adalah berbeda dengan persentasi konsentrasi dopan pada perhitungan. Hal tersebut dikarenakan karakterisasi menggunakan SEM-EDX memiliki kelemahan yaitu hanya dapat menganalisis pada daerah tertentu, sehingga baik persentase komposisi unsur maupun morfologi yang dapat dianalisis adalah tidak secara keseluruhan (Ebnesajjad, 2014 dan Bergstrom, 2015).

Tabel 4.7 Data hasil EDX TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga

Sampel	Unsur	% Massa Atom
TiO <sub>2</sub> Mesopori	Ti	26,01
	O	73,99
TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%	Ti	21,99
	O	77,34
	Ga	0,67
TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%	Ti	29,44
	O	69,60
	Ga	0,95
TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%	Ti	28,87
	O	69,70
	Ga	1,43
TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%	Ti	27,31
	O	71,35
	Ga	1,34

*Mapping* persebaran unsur penyusun dari TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% dapat diamati pada Gambar 4.20. Berdasarkan Gambar 4.24 tersebut dapat diamati bahwa distribusi unsur-unsur penyusun dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori terdoping galium (III) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% adalah homogen. Hal tersebut diakibatkan karena sintesis dilakukan dengan metode sonikasi. Perkasa, dkk. (2014) menyatakan bahwa efek kavitas akustik pada metode sonikasi dapat mendorong terbentuknya struktur yang lebih homogen dalam waktu yang cepat.



Gambar 4.24 *Mapping* persebaran unsur penyusun pada (a)  $\text{TiO}_2$  Mesopori, (b)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 0,5%, (c)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 1%, (d)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 1,5%, dan (e)  $\text{TiO}_2$  Mesopori-Ga 2% (warna merah menandakan persebaran unsur titanium (Ti), warna hijau menandakan persebaran unsur oksigen (O), dan warna biru menandakan persebaran unsur galium (Ga)).

#### 4.6 Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2$ Mesopori Terdoping Galium (III) berdasarkan Perspektif Islam

Allah menciptakan segala sesuatu baik yang berada di langit maupun di bumi dengan manfaat tertentu sebagaimana firman-Nya melalui surat Luqman ayat 20 berikut:

أَلَمْ تَرَوْا أَنَّ اللَّهَ سَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ وَأَسْبَغَ عَلَيْكُمْ نِعَمَهُ ظَهْرَةَ وَبَاطِنَةً  
وَمِنَ النَّاسِ مَن يُجَادِلُ فِي اللَّهِ بِغَيْرِ عِلْمٍ وَلَا هُدًى وَلَا كِتَابٍ مُّنِيرٍ ۝

Artinya: “*Tidakkah kamu perhatikan sesungguhnya Allah telah menundukkan untuk (kepentingan) mu apa yang ada di langit dan apa yang di bumi dan menyempurnakan untukmu nikmat-Nya lahir dan batin. Dan diantara manusia ada yang membantah tentang (keesaan) Allah tanpa ilmu pengetahuan atau petunjuk dan tanpa kitab yang memberi penerangan.*”

Quthub dalam Tafsir Fi Zhilalil Qur’an (2003) menjelaskan makna firman Allah SWT pada surat Luqman ayat 20 tersebut yaitu keteraturan diantara segala kebutuhan manusia di bumi dan ketertiban pada alam semesta tidak terjadi secara tiba-tiba atau kebetulan saja. As-Suyuthi dan Jalaluddin Muhammad dalam Tafsir Jalalain (1990) menafsirkan bahwa Allah telah menundukkan apapun yang berada di langit dan di bumi agar dapat dimanfaatkan. Matahari merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang berada di langit. Matahari memiliki banyak manfaat melalui sinar yang dihasilkan. Salah satu manfaat dari sinar matahari tersebut yaitu dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi berupa foton dalam reaksi fotokatalisis untuk mendegradasi limbah zat warna menjadi senyawa yang tidak berbahaya seperti CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, dan zat anorganik nontoksik (Umar dan Abdul, 2013; Molinari, dkk., 2010). Kemudian Allah memberikan dan menyempurnakan nikmat kepada manusia baik nikmat lahir maupun batin. Salah satu nikmat lahir yaitu diberi kesehatan jasmani seperti dapat melihat, mendengar, dan berjalan. Akibatnya dapat menuntut ilmu dengan lancar baik secara visual, auditori, dan kinestetik. Sedangkan, contoh nikmat batin adalah mendapatkan pengetahuan, kemudian bersyukur akan nikmat tersebut.

TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu ciptaan-Nya di bumi yang keberadaannya melimpah di alam. TiO<sub>2</sub> di alam ditemukan dalam bentuk mineral ilmenit

( $\text{FeTiO}_3$ ), rutil ( $\text{TiO}_2$ ), dan titanit ( $\text{CaSiTiO}_5$ ) (Al-Mamoori dan Saleh, 2013).  $\text{TiO}_2$  memiliki manfaat sebagai material fotokatalis yang digunakan untuk mendegradasi limbah zat warna. Material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  hanya dapat aktif pada daerah sinar UV yang persentasenya hanya 4-5% dari sinar matahari (Jin, dkk., 2015). Sedangkan, sinar matahari tidak hanya mengandung radiasi elektromagnetik ultraviolet (200-400 nm). Akan tetapi, sinar matahari juga mengandung radiasi elektromagnetik inframerah (700 nm-1 mm) sebesar 56% dan cahaya tampak (400-700 nm) sebesar 39% (Skobowiat dan Slominski, 2016; Holick, 2016). Oleh karena itu, dibutuhkan modifikasi  $\text{TiO}_2$  seperti menggunakan logam galium sebagai dopan agar lebih aktif dibawah sinar matahari.

Galium juga merupakan ciptaan-Nya di bumi yang ditemukan dalam batuan sedimen bauksit (60 ppm), mineral *Zinc Sulfide Sphalerite* ( $\text{ZnS}$ ) (40-50 ppm), dan mineral *Wurtzite* ( $[\text{Zn},\text{Fe}]\text{S}$ ) (0,5%) (Brobst dan Pratt, 1973). Logam galium (Ga) memiliki manfaat untuk digunakan sebagai dopan pada  $\text{TiO}_2$  agar aktivitas fotokatalitik dalam mendegradasi limbah zat warna semakin optimum. Oleh karena itu, pemanfaatan sinar matahari sebagai sumber energi foton yang diabsorpsi material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping galium dalam reaksi fotokatalisis merupakan salah satu upaya manusia untuk selalu memikirkan makna ayat-Nya seperti pada QS Luqman:20.

Selain itu, penelitian ini juga menggunakan modifikasi  $\text{TiO}_2$  terdoping Galium dengan agen pembentuk pori surfaktan kationik CTAB. Tujuan modifikasi tersebut adalah untuk meningkatkan luas permukaan dari  $\text{TiO}_2$ . Ketika luas permukaan meningkat, maka ukuran partikel akan menurun, sehingga

aktivitas fotokatalitik akan menjadi semakin optimum. Berkaitan dengan hal tersebut Allah telah berfirman dalam surat al Furqon ayat 1-2 sebagai berikut:

تَبَارَكَ الَّذِي نَزَّلَ الْفُرْقَانَ عَلَى عَبْدِهِ لِيَكُونَ لِلْعَالَمِينَ نَذِيرًا ، الَّذِي لَهُ مَلِكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ  
وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ،

Artinya: “Maha suci Allah yang telah menurunkan Al Furqaan (Al Quran) kepada hamba-Nya, agar dia menjadi pemberi peringatan kepada seluruh alam (1). Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya (2)”.

Berdasarkan ayat tersebut dapat diketahui bahwa Allah telah menciptakan segala sesuatu dan memberikan ukuran secara tepat serta sempurna dimana didalamnya terdapat maksud tersendiri yang dapat menjamin keberlangsungan tugasnya secara teratur (sistematis) (Shihab, 2002; As-Suyuthi dan Jalaluddin Muhammad, 1990). Salah satu contoh representasi ayat tersebut adalah pada penelitian ini dilakukan modifikasi menggunakan surfaktan CTAB untuk membuat material TiO<sub>2</sub> memiliki ukuran pori antara 2-50 nm (mesopori). Mahoney dan Kodali (2014) menyatakan bahwa material mesopori memiliki aktivitas yang lebih baik dalam proses fotokatalisis dibandingkan dengan material mikropori maupun makropori.

Modifikasi fotokatalis TiO<sub>2</sub> menggunakan agen pembentuk pori surfaktan CTAB dan doping menggunakan logam galium merupakan salah satu upaya manusia dalam berpikir untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> agar dapat berfungsi semakin maksimal pada daerah cahaya tampak. Berdasarkan hasil penelitian ini dapat diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> mesopori yang didoping logam galium

(III) memiliki energi celah pita yang lebih rendah dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> mesopori tanpa doping, sehingga lebih aktif dibawah sinar matahari sebagai sumber cahaya tampak yang melimpah. Hasil ini mengindikasikan bahwa material TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium berpotensi untuk dimanfaatkan dalam proses fotokatalisis untuk mendegradasi limbah zat warna tekstil menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O yang lebih aman bagi lingkungan karena menjaga lingkungan adalah salah satu bentuk konservasi bagi kesejahteraan lingkungan yang merupakan tugas manusia sebagai *khalifatullah fil 'ardh*.

Manusia selain diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit dan di bumi juga diperintahkan untuk senantiasa mengingat Allah SWT yang Maha Menciptakan segala sesuatu sebagaimana telah dijelaskan dalam Al-Qur'an surat ali Imran ayat 190 sampai 191 berikut:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ۗ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ  
 اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا  
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۗ

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (190), (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Rabb kami, tiadalah Engkau menciptakan semua ini dengan sia-sia, Maha suci engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka (191)”*”

Allah SWT memerintahkan manusia melalui surat ali Imran ayat 190 untuk melihat, merenung, berpikir dan mengambil pelajaran karena sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi terdapat tanda-tanda kemahakuasaan Allah.

Tanda-tanda tersebut diperuntukan untuk manusia sebagai makhluk yang berakal melalui lafadz لِأُولِي الْأَلْبَابِ (Al-Qurthubi, 2009 dan Shihab, 2002).

Orang yang berakal (*Ulul Albab*) adalah orang yang memperhatikan penciptaan langit dan bumi lalu mengingat penciptanya yakni Allah, dalam segala keadaan baik dalam keadaan berdiri, duduk atau berbaring. Perintah mengingat Allah tersebut merujuk pada kata yadzkuruna berpokok pada kata dzikir. Selain itu kata dzikir juga dapat dimaknai menyebut yaitu mampu menyebut Asma Allah dengan mulut karena telah teringat terlebih dahulu dalam hati. Kegiatan mengingat (tadzakkur) itu berhubungan dengan kegiatan memikirkan (tafakkur) dimana dalam kegiatan bertafakkur mereka juga mengingat Allah seraya berucap memuji keagungan dan kebesaran-Nya atas ciptaan yang mengandung hikmah dan kemaslahatan. Setelah mengingat dan berpikir, sudah seharusnya manusia bertawakkal dan ridlo, berserah diri dan mengakui kelemahannya. Oleh karena itu, sudah seharusnya semakin bertambah tinggi ilmu seseorang, semakin bertambah ingatlah dia kepada penciptanya (Ash-Shiddieqy, 2000 dan Hamka, 1992).

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

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

1. TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% hasil sintesis teridentifikasi memiliki fasa anatas dengan grup ruang I4<sub>1/amd</sub> berdasarkan hasil XRD. Kandungan surfaktan CTAB teridentifikasi pada TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi dengan %transmitan yang rendah berdasarkan spektra IR.
2. Berdasarkan data DRS menunjukkan TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1% memiliki nilai serapan sinar paling besar pada daerah cahaya tampak daripada hasil sintesis yang lain. Hal tersebut dibuktikan dari nilai energi celah pita yang diperoleh dari TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1% adalah 2,88 eV yang setara dengan 429 nm.
3. Berdasarkan data adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> diketahui luas permukaan dari TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping gallium 1% sebesar 72,537 m<sup>2</sup>/g dan 62,771 m<sup>2</sup>/g. Ukuran pori yang dihasilkan pada TiO<sub>2</sub> mesopori dan TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1% secara berturut-turut sebesar 7,5 dan 6,9 nm, sehingga terbukti telah terbentuk pori berukuran meso.
4. Morfologi TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2% adalah tidak beraturan. Komposisi unsur pada hasil sintesis yaitu Ti, O, dan Ga yang ketiganya terdistribusi secara merata berdasarkan *mapping* persebaran unsur.

#### 4.2 Saran

1. Perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalitik pada rentang UV maupun cahaya tampak untuk mengetahui aktivitas optimum terhadap TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%.
2. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N<sub>2</sub> pada TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5; 1,5; dan 2% untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran porinya. Selain itu, juga untuk mengetahui kecenderungan pengaruh dopan terhadap TiO<sub>2</sub> mesopori pada parameter ukuran pori dan luas permukaan.
3. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan *X-ray Photoelectron Spectroscopy* (XPS) untuk mengetahui valensi dari Ti pada TiO<sub>2</sub> dan Ga sebagai dopan pada kristal TiO<sub>2</sub>.
4. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan *photoluminescence* untuk mengetahui pengaruh dopan galium terhadap laju rekombinasi elektron *hole* pada TiO<sub>2</sub>.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, Shabbar., Khizar Hayat., Eric Karangwa., Mohanad Bashari., dan Xiaoming Zhang. 2013. An Overview of Ultrasound-Assisted Food-Grade Nanoemulsions. *Food Engineering Reviews*, 5(3): 139–57.
- Abdel-Azim, S. M., A. K. Aboul-Gheit., S. M. Ahmed., D. S. El-Desouki., dan M. S. A. Abdel-Mottaleb. 2014. Preparation and Application of Mesoporous Nanotitania Photocatalysts Using Different Templates and pH Media. *International Journal of Photoenergy*, 1–11.
- Al Imam Abdul Fida' Ismail Ibnu Katsir Ad-Dimasyqi. 2000. *Terjemahan Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algasindo.
- Al-Mahally, Imam Jalaluddin dan Imam Jalaluddin As-suyutti.1990. *Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzulnya*. Bandung: Sinar Baru.
- Al-Mamoori dan Saleh. 2013. Effect of PbO Percent on Mechanical Properties of Rubber Compound. *International Journal of Enhanced Research in Science Technology*, 2(3).
- Al-Maraghi, Ahmad Musthafa. 1993. *Tafsir Al-Maraghi*. Semarang: Karya Toha Putra.
- Al-Qurthubi, Syaikh Imam. 2009. *Tafsir al-Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ameta, Rakshit dan Suresh C. Ameta. 2017. *Photocatalysis Principles and Applications*. London: CRC Press.
- Ananth, S., T. Arumanayagam, P. Vivek, dan P. Murugakoothan. 2016. Enhanced Photovoltaic Behavior of Dye Sensitized Solar Cells Fabricated Using Pre Dye Treated Titanium Dioxide Nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 27(1): 146–53.
- Andrieux, Jerome., Bruno Gardiola., dan Olivier Dezellus. 2018. Synthesis Of Ti Matrix Composites Reinforced With TiC Particles: In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction And Modeling. *Journal of Materials Science Applications*. Springer International Publishing.
- Ash-Shiddieqy, Hasbi. 2000. *Tafsir Al-Qur'anul majid An-Nur*. Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Ath-Thabari Abu Ja'far Muhammad bin Jarir. 2007. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Badan Pusat Statistik. 2015. *Highlight of Indonesia Textile & Textile Product Industry*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.

- Ballinger, P. dan F.A. Long. 1960. Acid Ionization Constant of Alcohols and Acidities of Some Substituted Methanols and Related Compounds. *Journal of the American Chemical Society*, 82(4): 795-798.
- Banerjee, Arghya Narayan., Sang Woo Joo., dan Bong-Ki Min. 2012. Photocatalytic Degradation of Organic Dye by Sol-Gel-Derived Gallium-Doped Anatase Titanium Oxide Nanoparticles for Environmental Remediation. *Journal of Nanomaterials*, 1–14.
- Bang, Jin Ho dan Kenneth S. Suslick. 2010. Applications of Ultrasound to The Synthesis of Nanostructured Materials. *Advanced Materials*, 22: 1039-1059.
- Bao, N.N., J.B. Yi., H.M. Fan., X.B. Qin., P. Zhang., B.Y. Wang., J. Ding., dan S. Li. 2012. Vacancy-Induced Room-Temperature Ferromagnetism in Ga-TiO<sub>2</sub>. *Scripta Materialia*, 66(10): 821–24.
- Bashiri, Robabeh., Norani Muti Mohamed., dan Chong Fai Kait. 2017. *Advancement of Sol-Gel Prepared TiO<sub>2</sub> Photocatalyst*. Bandar Seri Iskandar: Petronas Technology University.
- Bergek, Jonatan., Bjorn Elgh., Anders E. C. Palmqvist., dan Lars Nordstierna. 2017. Formation Of Titanium Dioxide Core-Shell Microcapsules Through A Binary-Phase Spray Technique. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 19(23878).
- Bergstrom. 2015. *Mechanics of Solid Polymers Theory and Computational Modeling*. Elsevier Inc.
- Bolis, V., C. Busco., M. Ciarletta., C. Distasi., J. Erriquez., I. Fenoglio., S. Livraghi., dan S. Morel. 2012. Hydrophilic/Hydrophobic Features of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles as a Function of Crystal Phase, Surface Area and Coating, in Relation to Their Potential Toxicity in Peripheral Nervous System. *Journal of Colloid and Interface Science*, 369(1): 28–39.
- Bregadiolli, Bruna Andressa, Silvia Leticia Fernandes, dan Carlos Frederico de Oliveira Graeff. 2017. Easy and Fast Preparation of TiO<sub>2</sub>-Based Nanostructures Using Microwave Assisted Hydrothermal Synthesis. *Materials Research*, 20(4): 912–19.
- Brobst, Donald A dan Walden Pratt. 1973. *Mineral Resources*. Washington DC: US. Government Printing Office.
- Chen, X dan Mao S.S. 2007. Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, And Applications. *Chemical Reviews*, 10(7): 2891-2959.
- Chen, Ke, Jingyi Li, Wenxi Wang, Yumin Zhang, Xiaojing Wang, dan Haiquan Su. 2012. Effects of Surfactants on Microstructure and Photocatalytic

Activity of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Prepared by the Hydrothermal Method. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 15(1): 20–26.

- Chibowski, Stanislaw, Malgorzata Paszkiewicz, dan Jacek Patkowski. 2012. Adsorption Of Poly(Acrylic Acid) On The Surface Of TiO<sub>2</sub> In The Presence Of Different Surfactants. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 48(1): 317-324.
- Choi, Ah Young, dan Chul-Hee Han. 2013. Comparison of Doping Limits among Sonochemically Prepared Metal-Doped TiO<sub>2</sub> Nanopowders in View of Physicochemical Properties. *Research on Chemical Intermediates*, 39(4): 1563–69.
- Dai, Shuxi., Yanqiang Wu., Toshio Sakai., Zuliang Du., Hideki Sakai., dan Masahiko Abe. 2010. Preparation of Highly Crystalline TiO<sub>2</sub> Nanostructures by Acid-Assisted Hydrothermal Treatment of Hexagonal-Structured Nanocrystalline Titania/Cetyltrimethylammonium Bromide Nanoskeleton. *Nanoscale Research Letters*, 5(11): 1829–35.
- Debecker, Damien P dan P. Hubert Mutin. 2012. Non-Hydrolytic Sol–Gel Routes to Heterogeneous Catalysts. *Chemical Society Reviews*, 41: 3624–3650.
- Diebold, U. 2003. Structure and Properties of TiO<sub>2</sub> Surfaces: A Brief Review. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 76(5): 681–87.
- Dong, Haoran., Guangming Zeng., Lin Tang., Changzheng Fan., Chang Zhang., Xiaoxiao He., dan Yan He. 2015. An Overview on Limitations of TiO<sub>2</sub>-Based Particles for Photocatalytic Degradation of Organic Pollutants and the Corresponding Countermeasures. *Water Research*, 79: 128–46.
- Ebnesajjad, Sina. 2014. *Surface Treatment of Materials for Adhesive Bonding*. Elsevier Inc.
- Effendy. 2016. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Indonesian Academic Publishing.
- Elsanousi, Ammar., H M H Fadlalla., Jun Zhang., Feng-Jun Shi., Xiaoxia Ding., Zhixin Huang., dan Chengcun Tang. 2009. Sol-Gel Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles With Different Surfactants and Their Photocatalytic Activity, *Materials Science*, 7.
- Enesca, A., L Andronic., A Duta., dan S Manolache. 2007. Optical Properties And Chemical Stability Of WO<sub>3</sub> And TiO<sub>2</sub> Thin Films Photocatalysts. *Romanian Journal Of Information Science And Technology*, 10(3): 269-277.
- Eremeeva, Elena A., Aleksandr V. Yakovlev., Evgeny A. Pidko., dan Alexandr V. Vinogradov. 2017. UV-Curable Hybrid Organic–Inorganic Composite

Inks With A High Refractive Index For Printing Interference Images And Holograms. *Journal of Materials Chemistry*, 5(5487).

- Etacheri, Vinodkumar., Cristiana Di Valentin., Jenny Schneider., Detlef Bahnemann., dan Suresh C. Pillai. 2015. Visible-Light Activation of TiO<sub>2</sub> Photocatalysts: Advances in Theory and Experiments. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 25: 1–29.
- Feng, Huajun., Liya E. Yu., dan Min-Hong Zhang. 2013. Ultrasonic Synthesis and Photocatalytic Performance of Metal-Ions Doped TiO<sub>2</sub> Catalysts under Solar Light Irradiation. *Materials Research Bulletin*, 48(2): 672–81.
- Fessenden, R. J dan Fessenden, J. S. 1986. *Kimia Organik Edisi Ketiga Jilid 1*. Jakarta: Erlangga.
- Foo, K.Y, B.H. Hameed. 2012. An Overview of Dye Removal Via Activated Carbon Adsorption Process. *Desalination and Water Treatment*, 19: 255-274.
- Gajjela, Satyanarayana Reddy., Krishnamoorthy Ananthanarayana., Christoper Yap., Michael Gratzel, dan Palani Balaya. 2010. Synthesis Of Mesoporous Titanium Dioxide By Soft Template Based Approach: Characterization And Application In Dye-Sensitized Solar Cells. *Energy and Environmental Science*, 3: 838-845.
- Gbiosciences. 2016. *Safety Data Sheet CTAB (Cetyltrimethylammonium bromide) kode DG095*.
- Goronja, Jelena M., Aleksandra M. Janosevic Lezaic., Biljana M. dimitrijevic., Anđelija M. Malenovic., Dragomir R. Stanisavljev., dan Natasa D. Pejic. 2016. Determination Of Critical Micelle Concentration Of Cetyltrimethylammonium Bromide: Different Procedures For Analysis Of Experimental Data. *Hemijska Industrija*, 70(4): 485-492.
- Guo, Weilin., Zhiming Lin., Xikui Wang., dan Guangzhi Song. 2003. Sonochemical Synthesis of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> by Hydrolysis of Titanium Alkoxides. *Microelectronic Engineering*, 66(1–4): 95–101.
- Gupta, Shipra Mital., dan Manoj Tripathi. 2011. A Review of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Chinese Science Bulletin*, 56(16): 1639–57.
- Hajjaji, Anouar., Khaled Trabelsi., Atef Atyaoui., Mounir Gaidi., Latifa Bousselmi., Brahim Bessais., dan My El Khakani. 2014. Photocatalytic Activity of Cr-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Deposited on Porous Multicrystalline Silicon Films. *Nanoscale Research Letters*, 9(1): 543.
- Hamka. 1992. *Tafsir Al-Azhar*. Jakarta: Pustaka Panjimas.

- Hassanjani-Roshan, Amir., Seyed Mohammad Kazemzadeh., Mohammad Reza Vaezi., dan Ali Shokuhfar. 2011. The Effect of Sonication Power on the Sonochemical Synthesis of Titania Nanoparticles. *Journal of Ceramic Processing Research*, 12(3): 299-303.
- Hay dan Raval, 2001. Synthesis of Organic-Inorganic Hybrids via the Non-hydrolytic Sol-Gel Process. *Chemistry of Materials*. 13:3396-3403.
- Held, Paul. 2014. *Rapid Critical Micelle Concentration (CMC) Determination Using Fluorescence Polarization*. Biotek Instruments Inc.
- Hielscher, Thomas. 2005. Ultrasonic Production of Nano-Size Dispersions and Emulsions. *TIMA Editions*, 138-143.
- Holick, Michael F. 2016. Biological Effects of Sunlight, Ultraviolet Radiation Visible Light Infrared Radiation and Vitamin D for Health. *Anticancer Research*, 36: 1345-1356.
- Hosseini, Sayed Mohammad Bagher., Narges Fallah., dan Sayed Javid Royae. 2016. Optimization of Photocatalytic Degradation of Real Textile Dye House Wastewater By Response Surface Methodology. *Water Science and Technology*, 74(9).
- Ismunandar, 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: ITB Press.
- Jaganathan, Venkatesh., M Phil Mgt., dan M Phil Int Busi. 2014. Environmental Pollution Risk Analysis And Management In Textile Industry: A Preventive Mechanism. *European Scientific Journal*, 2: 323-329.
- Jin, Yujian., Na Li., Haiqiu Liu., Xia Hua., Qiuying Zhang., Mindong Chen., dan Fei Teng. 2014. Highly Efficient Degradation of Dye Pollutants By Ce-Doped MoO<sub>3</sub> Catalyst at Room Temperature. *Dalton Transactions*, 43: 12860-12870.
- Jin, Zheng., Wubiao Duan., Bo Liu., Xidong Chen. Feihua Yang., dan Jianping Guo. 2015. Fabrication of Efficient Visible Light Activated Cu-P25-Graphene Ternary Composite for Photocatalytic Degradation of Methyl Blue. *Applied Surface Science*, 356: 707-18.
- Kao, L. H., Hsu, T. C., dan Cheng, K. K. 2010. Novel Synthesis of High-Surface-Area Ordered Mesoporous TiO<sub>2</sub> with Anatase Framework for Photocatalytic Applications. *Journal of Colloid and Interface Science*, 341(2): 359-365.

- Kementerian Agama. 2017. *Tafsir Kemenag RI*. Jakarta: Adhi Aksara Abadi Indonesia
- Khalid, N.R., A. Majid., M. Bilal Tahir., N.A. Niaz., dan Sadia Khalid. 2017. Carbonaceous-TiO<sub>2</sub> Nanomaterials for Photocatalytic Degradation of Pollutants: A Review. *Ceramics International*, 43(17): 14552–14571.
- Khan, Mohammad Mansoob., Syed Farooq Adil., dan Abdullah Al-Mayouf. 2015. Metal Oxides as Photocatalysts. *Journal of Saudi Chemical Society*, 19(5): 462–464.
- Khatun, Nasima., Saurabh Tiwari., C. P. Vinod., Chuan-Ming Tseng., Shun Wei Liu., Sajal Biring., dan Somaditya Sen. 2018. Role of Oxygen Vacancies and Interstitials on Structural Phase Transition, Grain Growth, and Optical Properties of Ga Doped TiO<sub>2</sub>. *Journal of Applied Physics*, 123(24): 245702.
- Kohtani, Shigeru., Akira Kawashima., dan Hideto Miyabe. 2017. Reactivity of Trapped and Accumulated Electrons in Titanium Dioxide Photocatalysis. *Catalysts*. 7(303): 1-16.
- Lee, An-Cheng., Rong-Hsien Lin., Chih-Yuan Yang., Ming-Hui Lin., dan Wen-Yuan Wang. 2008. Preparations and Characterization of Novel Photocatalysts With Mesoporous Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) Via Sol-Gel Method. *Material Chemistry and Physics*, 109(2008): 275-280.
- Lewis, John E. 1961. *The Radiochemistry of Aluminium and Gallium*. Washington: Subcommittee on Radiochemistry National Academy of Sciences-National Research.
- Li, Rumin., Guanmao Chen., Guojun Dong., dan Xiaohan Sun. 2014. Controllable Synthesis of Nanostructured TiO<sub>2</sub> by CTAB-Assisted Hydrothermal Route. *New Journal of Chemistry*, 38 (10): 4684–89.
- Li, Wenxian. 2015. Influence of Electronic Structures of Doped TiO<sub>2</sub> on Their Photocatalysis: Influence of Electronic Structures of Doped TiO<sub>2</sub> on Their Photocatalysis. *Physica Status Solidi (RRL) - Rapid Research Letters*, 9 (1): 10–27.
- Linacero, R., J. Aguado-Serrano., dan L. Rojas-Cervantes. 2006. Preparation of Mesoporous TiO<sub>2</sub> by The Sol-Gel Method Assisted by Surfactants. *Journal of Materials Science*, 41: 2457-2464.
- Liu, Xuemei., Matiullah Khan., Wenxiu Liu., Wei Xiang., Ming Guan., Peng Jiang., dan Wenbin Cao. 2015. Synthesis of Nanocrystalline Ga–TiO<sub>2</sub> Powders by Mild Hydrothermal Method and Their Visible Light Photoactivity. *Ceramics International*, 41(2): 3075–80.

- Luttrell, Tim., Sandamali Halpegamage., Junguang Tao., Alan Kramer., Eli Sutter., dan Matthias Batzill. 2015. Why Is Anatase a Better Photocatalyst than Rutile? - Model Studies on Epitaxial TiO<sub>2</sub> Films. *Scientific Reports*, 4(1).
- M.Q Shihab. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Mahoney, Luther., dan Ranjit Koodali. 2014. Versatility of Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA) Method for Preparation of Mesoporous TiO<sub>2</sub> for Energy and Environmental Applications. *Materials*, 7(4): 2697–2746.
- Mao, Lin., Jia Liu., Shenmin Zhu., Di Zhang., Zhixin Chen., dan Chenxin Chen. 2014. Sonochemical Fabrication of Mesoporous TiO<sub>2</sub> inside Diatom Frustules for Photocatalyst. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21(2): 527–34.
- Marwan Bin Musa. 2018. *Tafsir Hidayatul Insan*. Jakarta.
- Mistry, B.D. 2009. *A Handbook of Spectroscopic Data Chemistry*. Delhi: Mehra Offset Printers.
- Molinari, R., A. Caruso., dan L. Palmisano. 2010. Photocatalytic Processes in Membrane Reactors. *Comprehensive Membrane Science and Engineering*, 165–93.
- Myilsamy, M, M Mahalakshmi, N Subha, dan V Murugesan. 2018. Mesoporous Ga–TiO<sub>2</sub> : Role of Oxygen Vacancies for the Photocatalytic Degradation Under Visible Light. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 18(2): 925–35.
- Neamen, Donald A. 2008. *Semiconductor Physics and Devices Basic Principles Third Edition*. The McGraw-Hill Companies.
- Neppolian, B., Q. Wang., H. Jung., dan H. Choi. 2008. Ultrasonic-Assisted Sol-Gel Method of Preparation of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles: Characterization, Properties, and 4-Chlorophenol Removal Application. *Ultrasonics Sonochemistry*, 15:649-658.
- Qu, Yichun., Wenxin Wang., Liqiang Jing., Shu Song., Xin Shi., Lianpeng Xue., dan Honggang Fu. 2010. Surface Modification of Nanocrystalline Anatase with CTAB in the Acidic Condition and Its Effects on Photocatalytic Activity and Preferential Growth of TiO<sub>2</sub>. *Applied Surface Science*, 257 (1): 151–56.
- Park, Hyunwoong., Yiseul Park., Wooyul Kim., dan Wonyong Choi. 2013. Surface Modification of TiO<sub>2</sub> Photocatalyst for Environmental Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 15: 1–20.

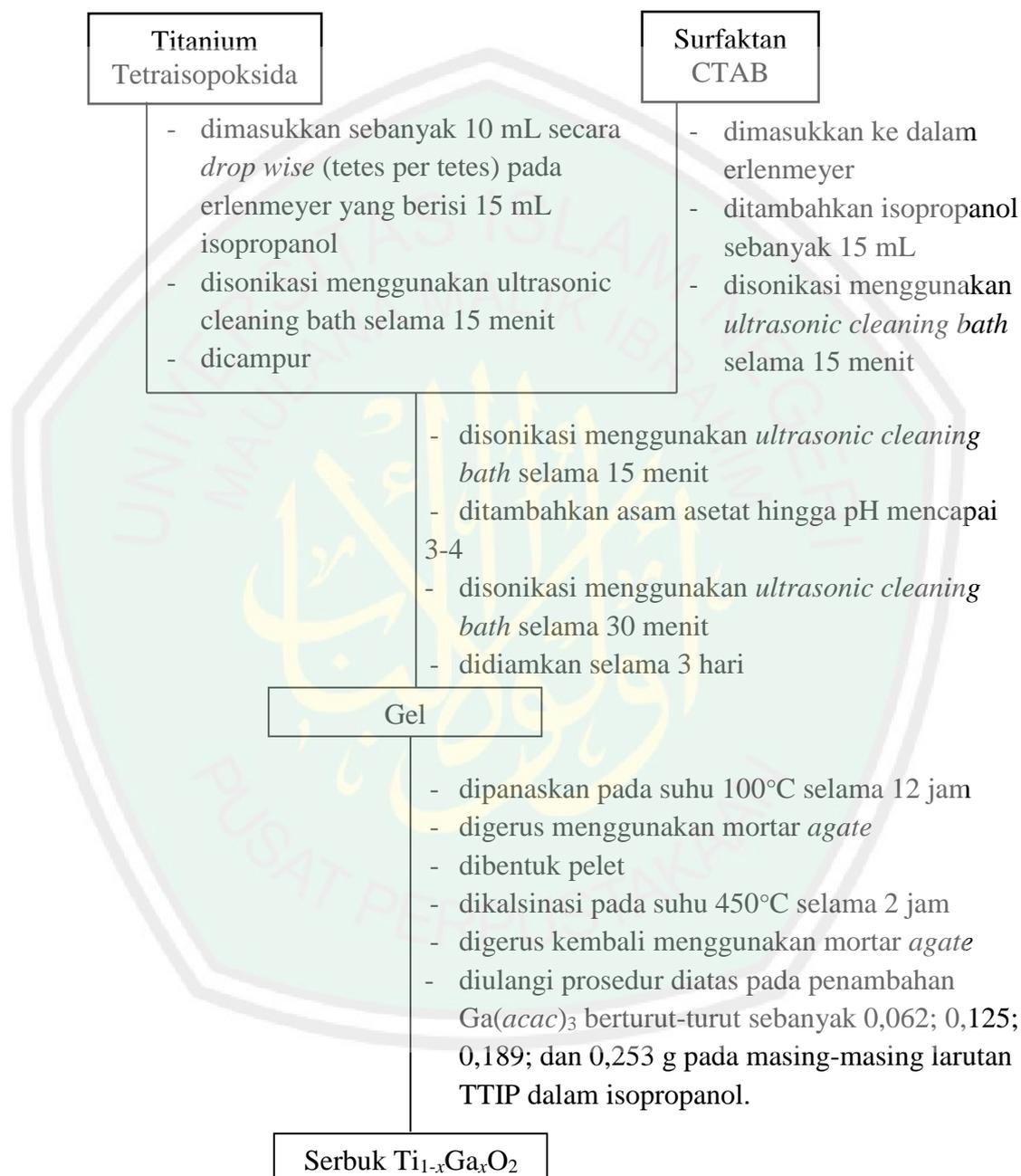
- Perkas, Nina, Poernomo Gunawan, Galina Amirian, Zhan Wang, Ziyi Zhong, dan Aharon Gedanken. 2014. The Sonochemical Approach Improves the CuO–ZnO/TiO<sub>2</sub> Catalyst for WGS Reaction. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 16(16): 7521–7530.
- Pillai dan Hehir. 2017. *Sol-Gel Materials for Energy, Environment and Electronic Applications*. New York: Springer.
- Prazeres, Telmo J.V., Mariana Beija., Fábio V. Fernandes., Paulo G.A. Marcelino., José Paulo S. Farinha., dan J.M.G. Martinho. 2012. Determination of the Critical Micelle Concentration of Surfactants and Amphiphilic Block Copolymers Using Coumarin 153. *Inorganica Chimica Acta*, 381: 181–187.
- Quthb, Sayyid. 2003. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an di Bawah Naungan Al-Qur'an*. Jakarta: Gema Insani Press.
- Rashad, M.M., E.M. Elsayed., M.S. Al-Kotb., dan A.E. Shalan. 2013. The Structural, Optical, Magnetic and Photocatalytic Properties of Transition Metal Ions Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*, 581: 71–78.
- Reyes-Coronado, D., G Rodríguez-Gattorno., M E Espinosa-Pesqueira., C Cab., R de Coss., dan G Oskam. 2008. Phase-Pure TiO<sub>2</sub> Nanoparticles: Anatase, Brookite and Rutile. *Nanotechnology*, 19(14): 145605.
- Rocket, Angus. 2018. *The Materials Science of Semiconductors*. USA: Springer Science Bussines Media LLC.
- Schneider, Jenny., Masaya Matsuoka., Masato Takeuchi., Jinlong Zhang., Yu Horiuchi., Masakazu Anpo., dan Detlef W. Bahnemann. 2014. Understanding TiO<sub>2</sub> Photocatalysis: Mechanisms and Materials. *Chemical Reviews*, 114(19): 9919–9986.
- Selvakumar, Sathian., Rajashimman Manivasagan., dan Karthikeyan Chinnappan. 2013. Biodegradation and Decolourization of Textile Dyes Wastewater Using Ganoderma Lucidum. *Biotech*, 3: 71-79.
- Shalan, A. E., M. Rasly., dan M. M. Rashad. 2014. Organic Acid Precursor Synthesis and Environmental Photocatalysis Applications of Mesoporous Anatase TiO<sub>2</sub> Doped with Different Transition Metal Ions. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 25(7): 3141–3146.
- Shirsath, S.R., D.V. Pinjari., P.R. Gogate., S.H. Sonawane., dan A.B. Pandit. 2013. Ultrasonic Assisted Synthesis of Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles: Characterization and Comparison of Effectiveness for Photocatalytic Oxidation of Dyestuff Effluent. *Ultrasonic Sonochemistry*, 20: 277-286.

- Silverstein, Robert M., Francis X. Webster., David J. Kiemle. 2005. *Spectrometric Identification Of Organic Compounds Seventh Edition*. USA: John Wiley and Sons, Inc.
- Singh, Th. Nando., Th. Gomti Devi., dan Sh. Dorendrajit Singh. 2017. Synthesis, Characterization and Optical Studies of Gallium Activated Titania Nanoparticles. *Nano-Structures & Nano-Objects*, 11: 65–75.
- Skobowiat, Cezary dan Andrzej Slominski. 2016. Sun-derived infrared A (IRA) and ultraviolet B (UVB) radiation: Allies or enemies in melanomagenesis. *Exp Dermatol*, 25(10): 760–762.
- Skocaj, Matej., Metka Filipic., Jana Petkovic., dan Sasa Novak. 2011. Titanium dioxide in our everyday life; is it safe?. *Radiology and Oncology*, 45(4).
- Smart, Lesley E., dan Elaine A. Moore. 2012. *Fourth Edition Solid State Chemistry An Introduction*. New York: CRC Press.
- Sotomayor, Francisco., Katie A. Cyshosz., Matthias Thommes. 2018. Characterization of Micro/Mesoporous Materials by Physisorption: Concept and Case Studies. *Account of Materials and Surface Research*, 3(2): 34-50.
- Styskalik Ales., David Skoda., Craig E. Barnes., and Jiri Pinkas. 2017. The Power of Non-Hydrolytic Sol-Gel Chemistry: A Review. *Catalysts*, 7(168).
- Takeuchi, Masato., Masaya Matsuoka., dan Masakazu Anpo. 2012. Ion Engineering Techniques for the Preparation of the Highly Effective TiO<sub>2</sub> Photocatalysts Operating under Visible Light Irradiation. *Research on Chemical Intermediates*, 38(6): 1261–77.
- Tan, Furui, Tenghao Li, Ning Wang, Sin Ki Lai, Chi Chung Tsoi, Weixing Yu, dan Xuming Zhang. 2016. Rough gold films as broadband absorbers for plasmonic enhancement of TiO<sub>2</sub> photocurrent over 400–800 nm. *Scientific Reports*, 6: 33049.
- Ul Haq, Zia., Noor Rehman., Farman Ali., Nasir Mehmood Khan., dan Hidayat Ullah. 2017. Effect of Electrolyte (NaCl) and Temperature on The Mechanism of Cetyltrimethylammonium Bromide Micelles. *Sains Malaysiana*, 46(5): 733-741.
- Umar, Muhammad., dan Hamidi Abdul Aziz. 2013. Photocatalytic Degradation of Organic Pollutants in Water. *Organic Pollutants - Monitoring, Risk and Treatment*. Intech Open Science.
- Wattanawikkam, C., dan W. Pecharapa. 2015. Synthesis and Characterization of Zn-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles via Sonochemical Method. *Integrated Ferroelectrics*, 165(1): 167–75.

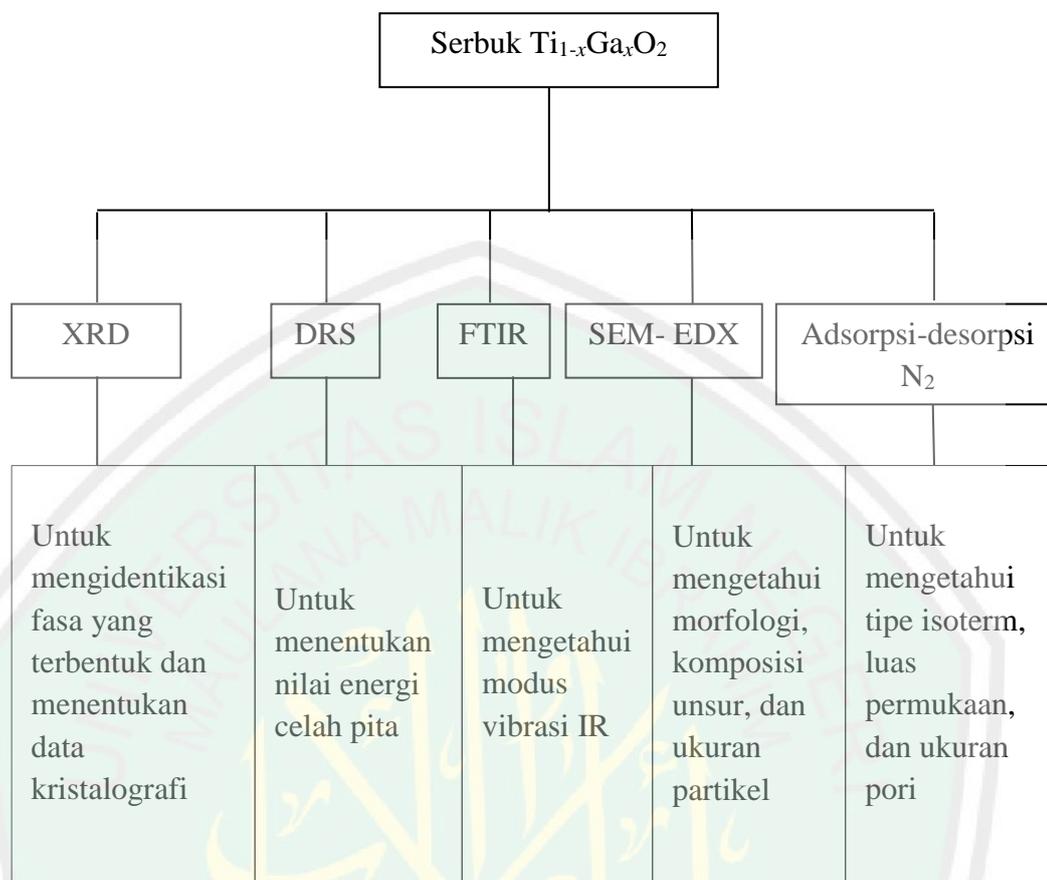
- Wang, C. M., J.G. Kim., E.Y. Kim., Y.H. Kim., dan W.I. Lee. 2005. Effect of Co, Ga, dan Nd Additions on The Photocatalytic Properties of TiO<sub>2</sub> Nanopowders. *Glass Physics and Chemistry*, 31(3): 390-395.
- Wongpisutpaisan, Narongdet., Piyanut Charoonsuk., Naratip Vittayakorn., dan Wisanu Pecharapa. 2011. Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles. *Energy Procedia*, 9: 404–9.
- Wu, Wenzheng., Longjian Zhang., Xiaojie Zhai., Ce Liang., dan Kaifeng Yu. 2018. Preparation and Photocatalytic Activity Analysis of Nanometer TiO<sub>2</sub> Modified By Surfactant. *Nanomaterials and Nanotechnology*. 8:1-8
- Yan, Hui, Xudong Wang, Man Yao, dan Xiaojie Yao. 2013. Band Structure Design of Semiconductors for Enhanced Photocatalytic Activity: The Case of TiO<sub>2</sub>. *Progress in Natural Science: Materials International*, 23 (4): 402–7.
- Yang, Chao, Jinchuan Zhang, Shuangbiao Han, Xiangzeng Wang, Lin Wang, Wenwu Yu, dan Zhenguo Wang. 2016. Compositional Controls on Pore-Size Distribution by Nitrogen Adsorption Technique in the Lower Permian Shanxi Shales, Ordos Basin. *Journal of Natural Gas Science and Engineering* 34: 1369–81.
- Yu, Peter Y., dan Manuel Cardona. 2010. *Fundamentals of Semiconductors: Physics and Materials Properties*. 4th ed. Graduate Texts in Physics. New York: Springer.
- Zhong, jun bo, Jian Li, Fa Feng, Sheng Huang, dan Jun Zeng. 2013. CTAB Assisted Fabrication of TiO<sub>2</sub> with Improved Photocatalytic Performance. *Materials Letters*, 100: 195–97.
- Zhou, Jinkai., Yuxin Zhang., X. S. Zhao., dan Ajay K. Ray. 2006. Photodegradation of Benzoic Acid Over Metal-Doped TiO<sub>2</sub>. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 45: 3503-3511.
- Zhou, Wei., dan Honggang Fu. 2013. Mesoporous TiO<sub>2</sub>: Preparation, Doping, dan as a Composite for Photocatalysis. *Homogeneous and Heterogeneous Catalysis*, 1-11.

## LAMPIRAN

## Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis  $Ti_{1-x}Ga_xO_2$  ( $x = 0; 0,005; 0,01; 0,015; \text{ dan } 0,02$ ) dengan Metode Sonikasi

### L.1.2 Karakterisasi Fotokatalis



## Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material

### L.2.1 Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan (TTIP dan $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$ )

Diketahui :

$$Mr \text{ TTIP } (\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4) : 284,22 \text{ g/mol}$$

$$\rho \text{ TTIP } (\text{Ti}(\text{OCH}(\text{CH}_3)_2)_4) : 0,96 \text{ g/cm}^3$$

#### L.2.1.1 Perhitungan Massa TTIP

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho}$$

$$10 \text{ mL} = \frac{m}{0,96 \text{ g/cm}^3}$$

$$\text{Massa TTIP} = 9,6 \text{ g}$$

#### L.2.1.2 Perhitungan Massa Hasil Sintesis dan Massa $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$

##### L.2.1.2.1 Massa Hasil Sintesis dan $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$ Pada Konsentrasi Ga 0%

$$\text{Massa TiO}_2 \text{ hasil sintesis} \times \frac{Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ TiO}_2} = \text{Massa TTIP} \times \frac{Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ TTIP}}$$

$$m \text{ TiO}_2 \text{ hasil sintesis} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{79,86 \text{ g/mol}} = 9,6 \text{ g} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$m \text{ TiO}_2 \text{ hasil sintesis} = 2,6988 \text{ g}$$

$$\text{Massa Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3 = 0 \text{ g}$$

##### L.2.1.2.2 Massa Hasil Sintesis dan $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$ Pada Konsentrasi Ga 0,5%

$$\text{Massa TiO}_2 \text{ hasil sintesis} \times \frac{0,995 \times Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ Ti}_{0,995}\text{Ga}_{0,005}\text{O}_2} = \text{Massa TTIP} \times \frac{Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ TTIP}}$$

$$m \text{ TiO}_2 \text{ hasil sintesis} \times \frac{0,995 \times 47,9 \text{ g/mol}}{((0,995 \times 47,9) + (0,005 \times 69,72) + (2 \times 16)) \text{ g/mol}} = 9,67 \text{ g}$$

$$\times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$m \text{ TiO}_2 \text{ hasil sintesis} = 2,716 \text{ g}$$

Massa  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$

$$= \frac{0,005 \times Ar \text{ Ga}}{Mr \text{ Ti}_{0,995}\text{Ga}_{0,005}\text{O}_2} \times \frac{\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3}{Ar \text{ Ga}} \times m \text{ TiO}_2 \text{ hasil sintesis pada } 0,5\% \text{ Ga}$$

$$= \frac{0,005 \times 69,72 \text{ g/mol}}{(0,995 \times 47,9 \text{ g/mol}) + (0,005 \times 69,72 \text{ g/mol}) + (2 \times 16 \text{ g/mol})} \times \frac{255,72 \text{ g/mol}}{69,72 \text{ g/mol}} \times 2,7358 \text{ g}$$

$$= 0,062 \text{ g}$$

Massa hasil sintesis dan  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$  pada konsentrasi dopan Ga 1; 1,5;

dan 2% ditentukan dengan cara sama, sehingga diperoleh:

A. Ketika  $x = 0,01$

Massa  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis = 2,7334 g

Massa  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3 = 0,125 \text{ g}$

B. Ketika  $x = 0,015$

Massa  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis = 2,7511 g

Massa  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3 = 0,189 \text{ g}$

C. Ketika  $x = 0,02$

Massa  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis = 2,7689 g

Massa  $\text{Ga}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3 = 0,253 \text{ g}$

### L.2.1.3 Pembuatan Larutan CTAB 0,9 mM

Mol CTAB =  $M \times V$

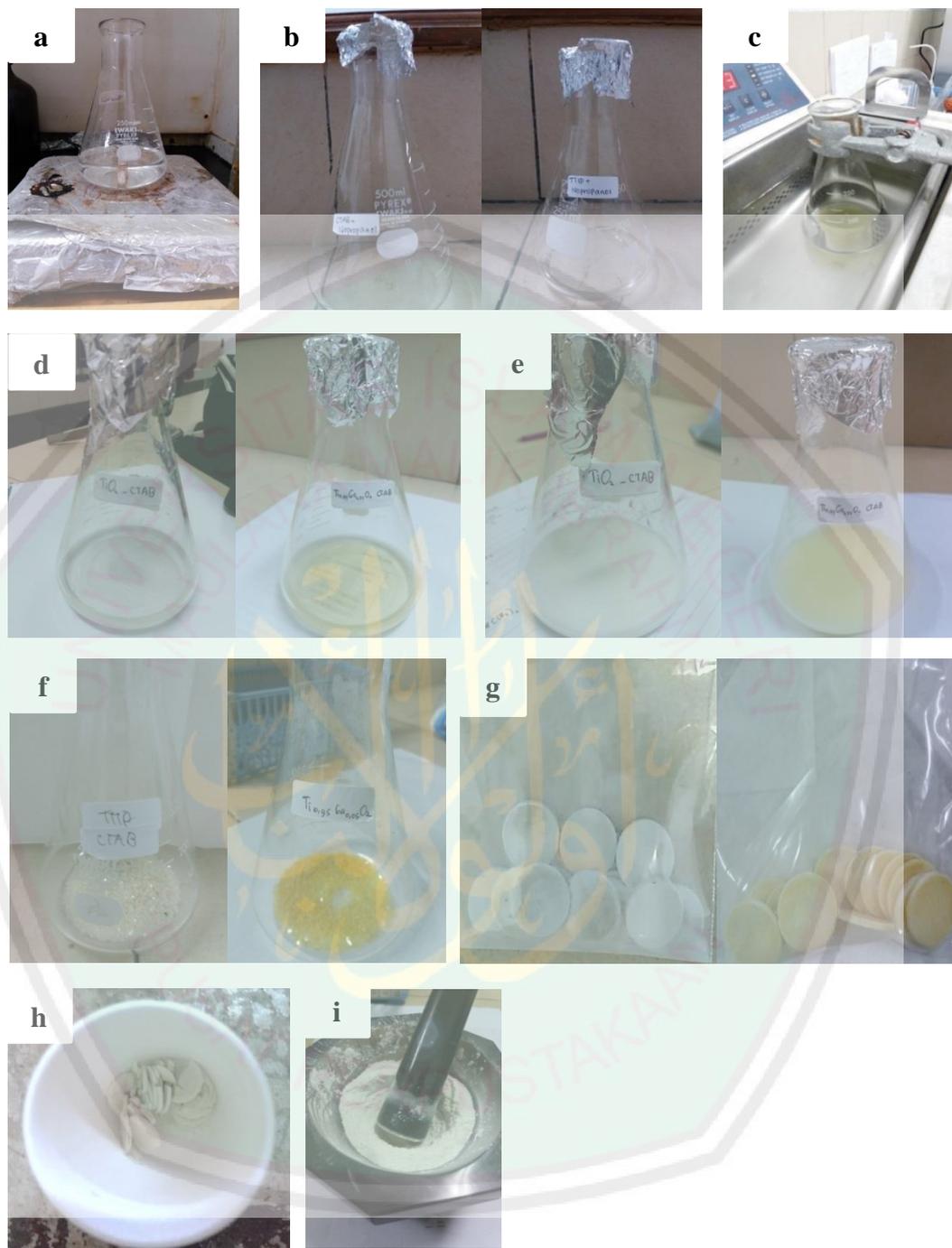
Mol CTAB =  $0,9 \times 10^{-3} \text{ M} \times 0,049 \text{ L}$

Mol CTAB = 0,0000441 mol

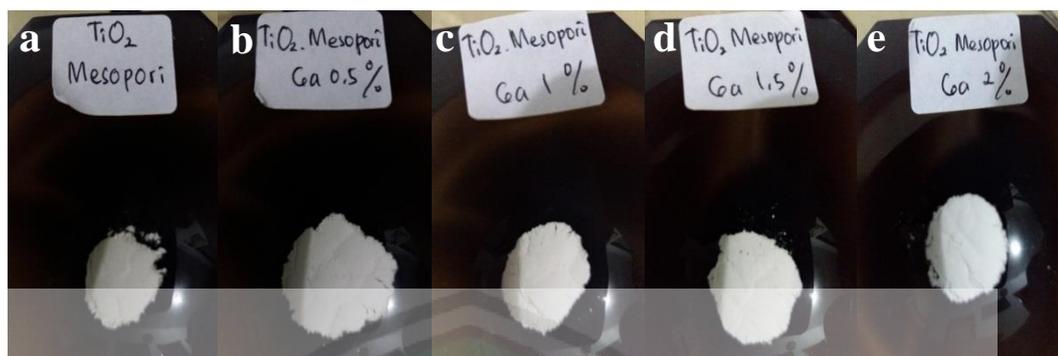
Massa CTAB = 0,0000441 mol  $\times$  364,5 g/mol

Massa CTAB = 0,0161 g

### Lampiran 3. Dokumentasi Proses Sintesis Material



Gambar L.3.1 Proses sintesis  $\text{TiO}_2$  mesopori terdoping galium (a) stirer TTIP,  $\text{Ga}(\text{acac})_3$ , CTAB, isopropanol, (b) hasil pencampuran prekursor pada larutan a, (c) proses sonikasi, (d) hasil larutan dengan penambahan asam asetat, (e) hasil gel setelah aging larutan d, (f) hasil pengeringan gel pada suhu  $100^\circ\text{C}$ , (g) hasil pelet padatan yang dihasilkan, (h) hasil kalsinasi, (i) hasil penggerusan padatan hasil kalsinasi.



Gambar L.3.2 Hasil sintesis TiO<sub>2</sub> mesopori terdoping galium (a) 0; (b) 0,5; (c) 1; (d) 1,5; dan (e) 2%



#### Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

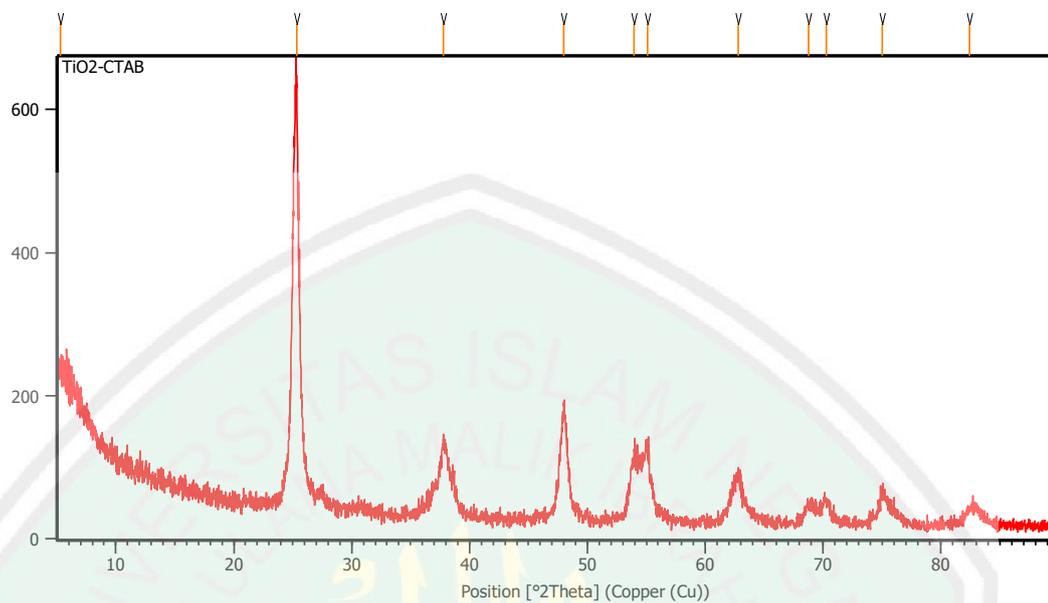
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya. Spesifikasi instrumen XRD yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L.4.1

Tabel L.4.1 Spesifikasi instrumen XRD

	Spesifikasi
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
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Start Position [°2Th.]	5,0084
End Position [°2Th.]	89,9744
Sampel	TiO <sub>2</sub> Mesopori-Ga 0; 0,5; 1; 1,5; dan 2%

## L.4.1 Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

### 1. TiO<sub>2</sub> Mesopori

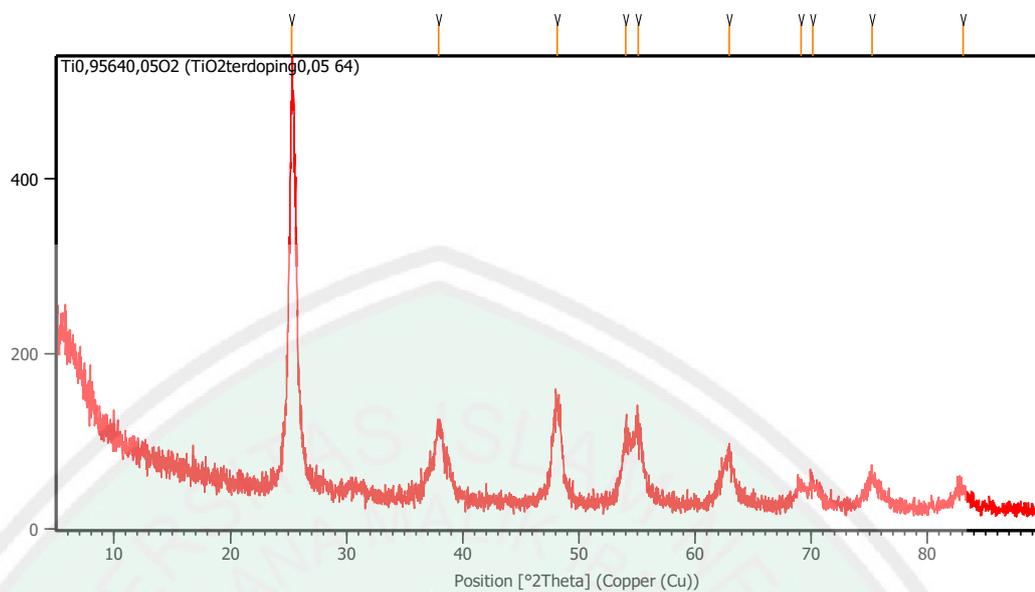


Gambar L.4.1 Difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori

Tabel L.4.2 Data XRD TiO<sub>2</sub> mesopori

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2685	50.75	0.6691	16.77406	8.78
25.3492	578.02	0.1171	3.51362	100.00
37.7728	86.69	0.4015	2.38170	15.00
48.0115	153.32	0.5353	1.89499	26.53
53.9418	80.17	0.6691	1.69983	13.87
55.0913	90.72	0.3346	1.66705	15.70
62.7898	60.51	0.4015	1.47991	10.47
68.7368	23.45	0.6691	1.36567	4.06
70.2607	30.26	0.5353	1.33974	5.24
74.9949	33.82	0.4015	1.26648	5.85
82.4102	17.10	0.9368	1.17029	2.96

## 2. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%

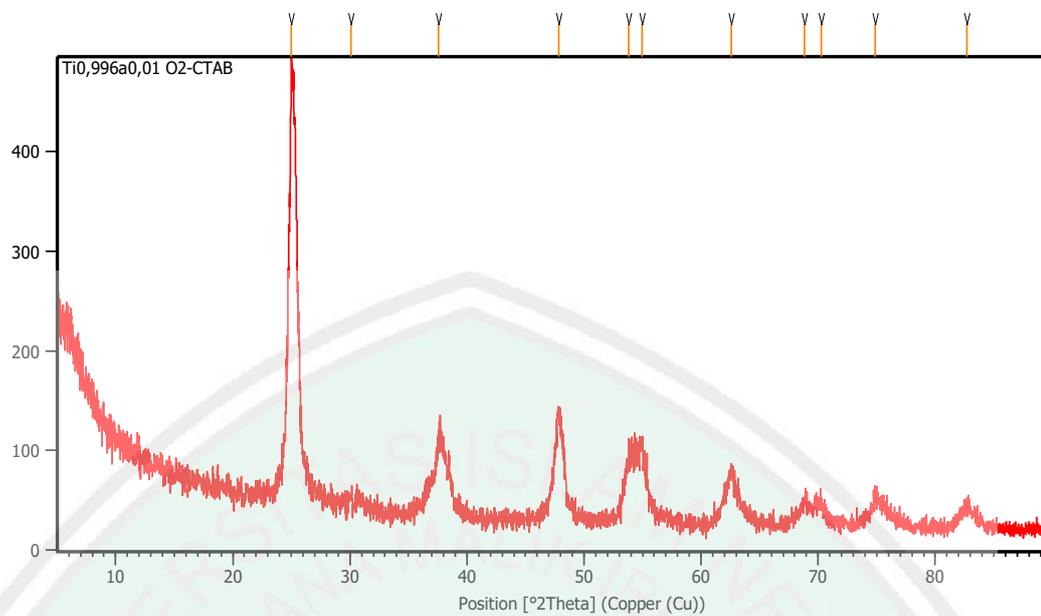


Gambar L.4.2 Difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5%

Tabel L.4.3 Data XRD TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2993	437.17	0.2676	3.52044	100.00
37.9049	71.02	0.3346	2.37369	16.25
48.1303	105.45	0.5353	1.89059	24.12
54.0119	67.74	0.5353	1.69779	15.50
55.1217	76.64	0.6691	1.66620	17.53
62.9407	61.24	0.2007	1.47673	14.01
69.1376	20.08	0.6691	1.35873	4.59
70.0903	25.11	0.4015	1.34258	5.74
75.2337	28.24	0.4015	1.26305	6.46
83.0421	20.18	0.8029	1.16298	4.62

### 3. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

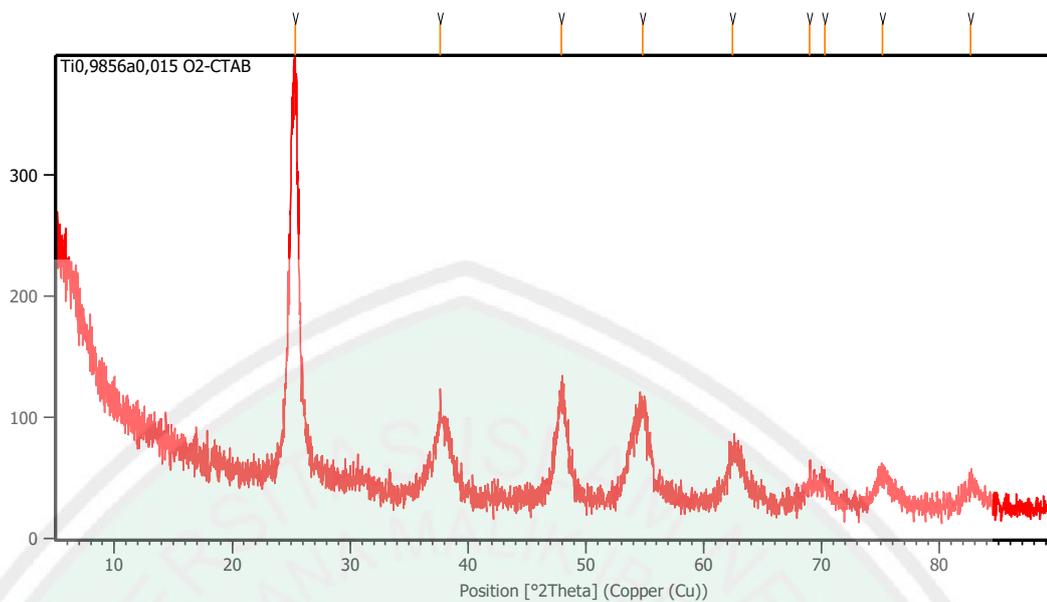


Gambar L.4.3 Difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1%

Tabel L.4.4 Data XRD TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0029	408.79	0.1004	3.56150	100.00
37.5961	71.20	0.4015	2.39248	17.42
47.8645	101.37	0.6691	1.90047	24.80
53.7986	57.41	0.8029	1.70402	14.04
54.9463	73.90	0.2007	1.67111	18.08
62.5897	49.97	0.4684	1.48416	12.22
68.8076	21.01	0.4015	1.36444	5.14
70.2607	21.54	0.5353	1.33974	5.27
74.8926	23.25	0.6691	1.26795	5.69
82.7022	18.66	0.8029	1.16690	4.56

#### 4. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%

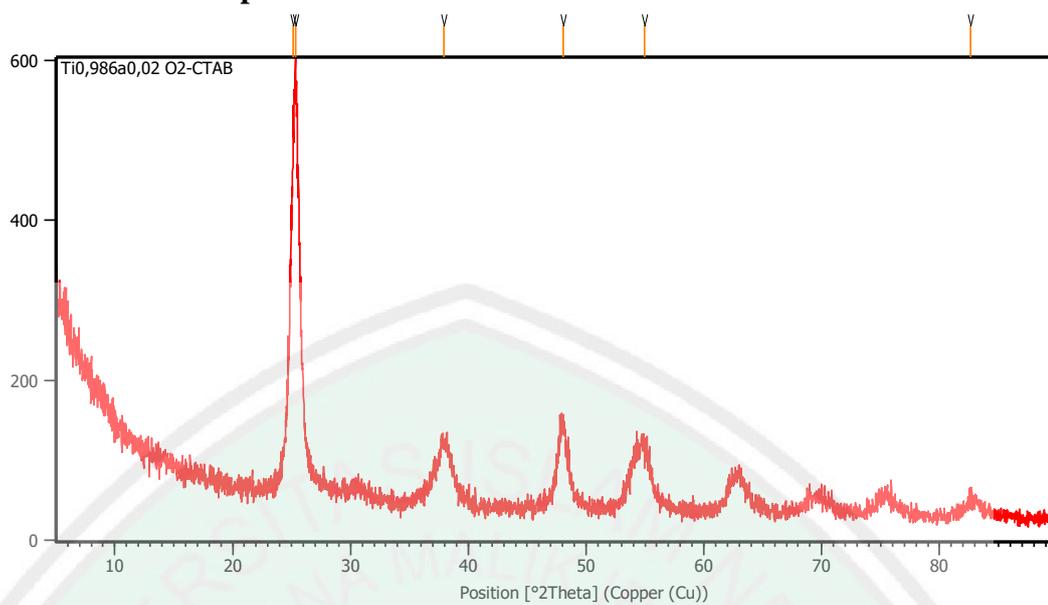


Gambar L.4.4 Difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5%

Tabel L.4.5 Data XRD TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1,5%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3469	317.93	0.7360	3.51393	100.00
37.6421	48.97	0.6691	2.38966	15.40
47.9166	77.47	0.9368	1.89853	24.37
54.8454	58.82	0.6691	1.67394	18.50
62.4453	33.96	0.8029	1.48725	10.68
68.9542	14.53	0.8029	1.36190	4.57
70.2956	16.67	0.8029	1.33916	5.24
75.1330	19.56	0.9368	1.26449	6.15
82.6472	17.79	0.5353	1.16754	5.60

### 5. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



Gambar L.4.5 Difraktogram TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 2%

Tabel L.4.6 Data XRD TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 2%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3850	471.75	0.2007	3.50875	100.00
37.9389	60.84	0.8029	2.37165	12.90
48.0634	92.50	0.6691	1.89307	19.61
54.9622	57.83	0.9368	1.67066	12.26
82.6411	19.59	0.6691	1.16761	4.15

#### L.4.2 Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Debye-Scherrer

1. TiO<sub>2</sub> Mesopori

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,1171 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,3492}{2}\right)}$$

$$D = 68,275 \text{ nm}$$

4. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,736 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,3469}{2}\right)}$$

$$D = 10,862 \text{ nm}$$

2. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,2676 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,2993}{2}\right)}$$

$$D = 29,805 \text{ nm}$$

5. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,2007 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,1602}{2}\right)}$$

$$D = 39,607 \text{ nm}$$

3. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

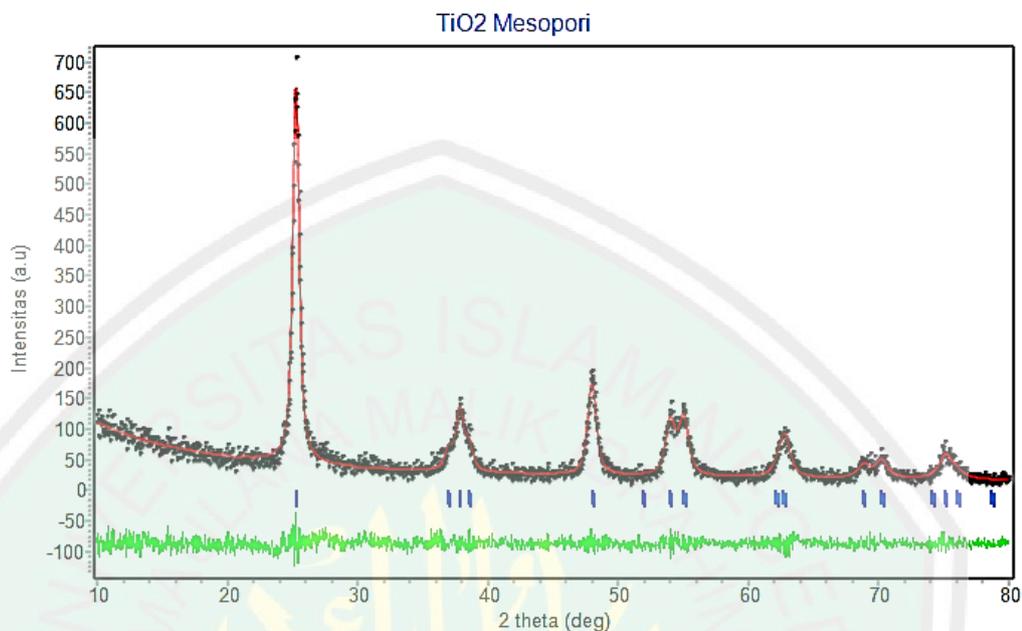
$$D = \frac{0,9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,2676 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,2996}{2}\right)}$$

$$D = 29,806 \text{ nm}$$

## Lampiran 5. Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Menggunakan Program Rietica

### L.5.1 TiO<sub>2</sub> Mesopori

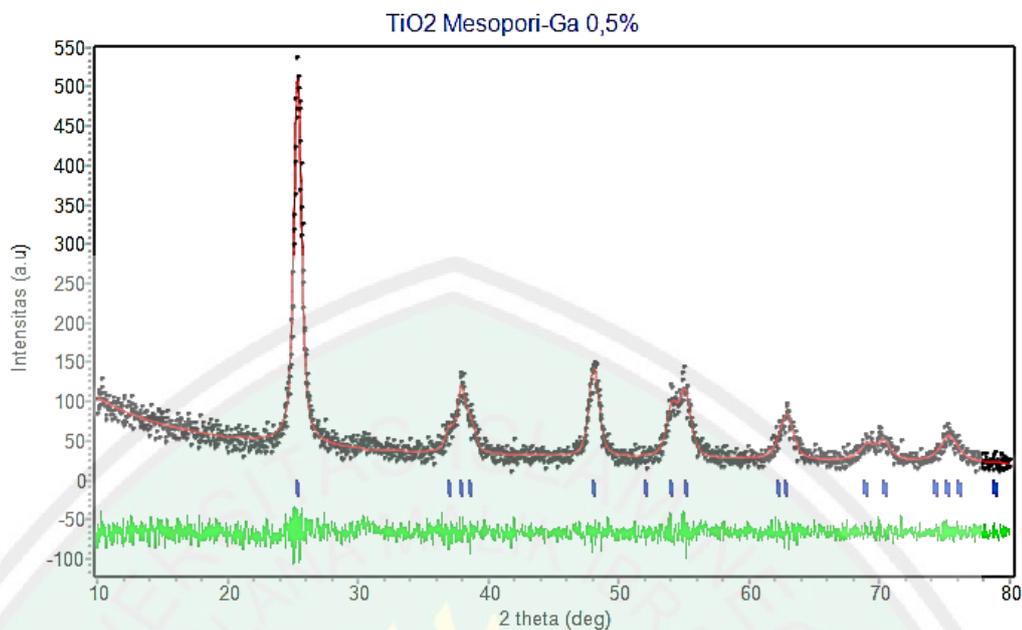


```

CELL PARAMETERS = 3.788016 0.000001 0.001016
                  3.788016 0.000001 0.001016
                  9.507302 0.000008 0.003454
                  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     = 136.420898 0.071666
SCALE * VOLUME  = 1.364209 0.000717
BACKGROUND PARAMETER B 0 = 0.100000E-05 0.000000 0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.316168E-04 0.197416E-09 0.157426E-04
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.328891E-06 -0.484754E-10 0.231381E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1119.06 0.113321E-03 3.68747
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02568 -0.00001 0.00984
HALFWIDTH PARAMETERS U = 1.680996 -0.000139 2.747262
      V = 0.162594 0.000089 1.920112
      W = 0.236012 -0.000010 0.294542
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.204717 0.000162 0.348242
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.022492 -0.000010 0.019856
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000265 0.000000 0.000247
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
| 11.56| 10.23 | 0.1212E+00 |

```

### L.5.2 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%



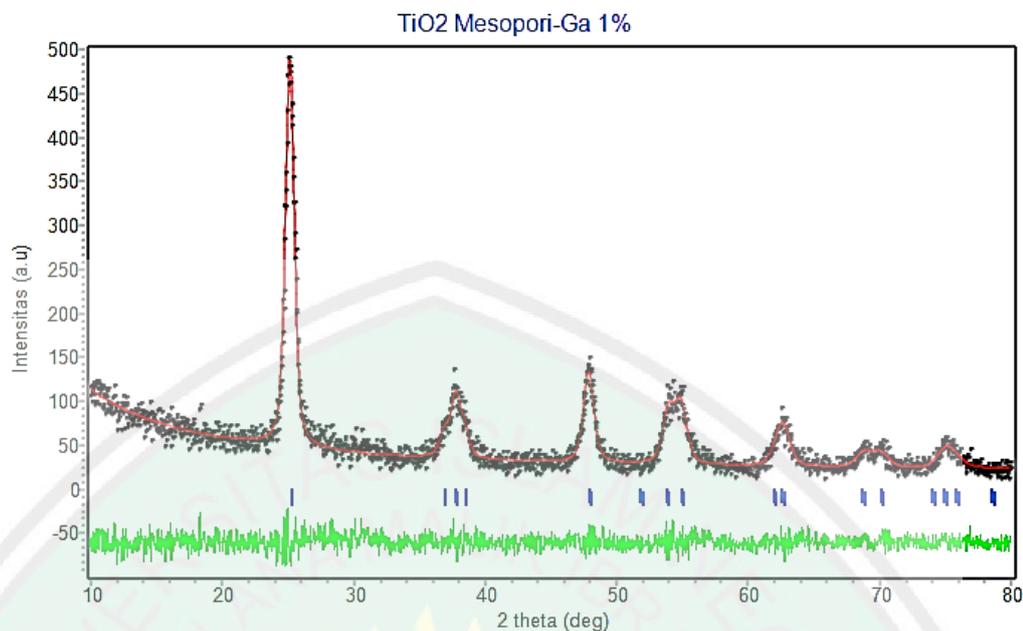
Gambar L.5.2 Plot hasil *refinement* TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 0,5%

```

CELL PARAMETERS = 3.784765 0.000000 0.001297
                 3.784765 0.000000 0.001297
                 9.502682 -0.000003 0.004593
                 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     = 136.120621 0.093176
SCALE * VOLUME  = 1.361206 0.000932
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -2.78249 -0.230501E-02 6.42743
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.268878 0.968166E-04 0.227368
BACKGROUND PARAMETER B 3 = -0.170544E-04 -0.541413E-07 0.935451E-04
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.480757E-07 0.497285E-09 0.912894E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1060.00 0.145359E-01 47.0353
ASYMMETRY PARAMETERS = -0.03204 0.000000 0.01156
HALFWIDTH PARAMETERS U = 5.060489 -0.000584 3.726547
      V = -1.899783 0.000394 2.594167
      W = 0.660380 -0.000056 0.398248
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.416687 0.000144 0.362028
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.036283 -0.000010 0.020412
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000399 0.000000 0.000249
| Rp | Rw | GOF |
+-----+
| 11.44 | 10.45 | 0.1061E+00 |

```

### L.5.3 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%



Gambar L.5.3 Plot hasil *refinement* TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1%

```

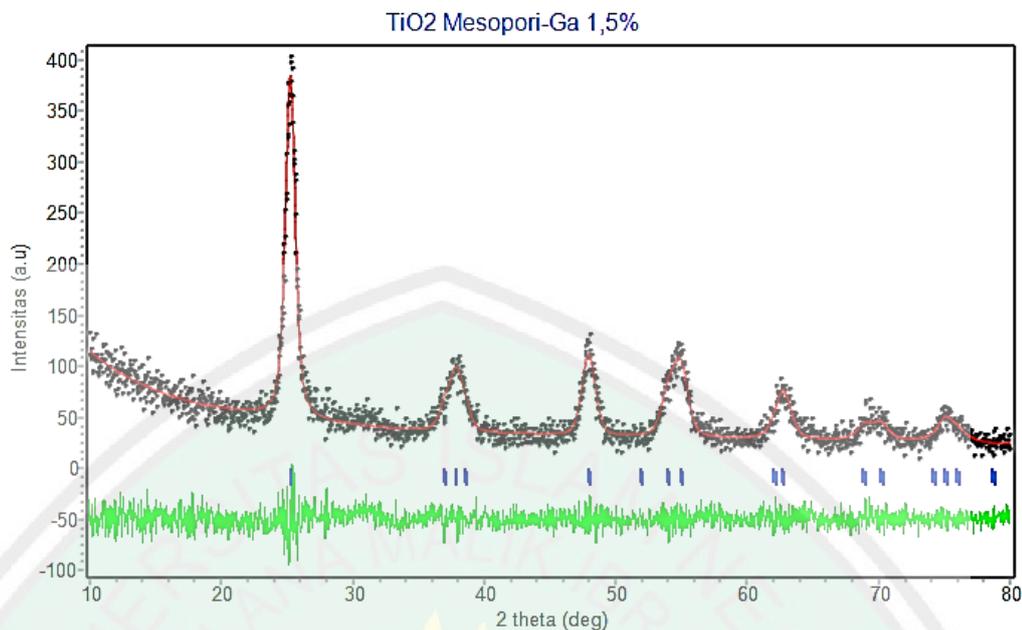
CELL PARAMETERS   =  3.794188  0.000001  0.001328
                   3.794188  0.000002  0.001328
                   9.514600  0.000001  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
RECIPROCAL CELL   =  0.264  0.264  0.105  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME       =  136.970840  0.067811
SCALE * VOLUME    =  1.369708  0.000678
BACKGROUND PARAMETER B 0 =  0.376884  -0.822991E-03  1.49608
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  0.127832  0.248395E-04  0.265055E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 =  1119.94  0.633113E-02  16.0322
ASYMMETRY PARAMETERS   =  0.15402  -0.00001  0.01505
HALFWIDTH PARAMETERS U =  5.260801  0.008980  5.215328
V =  -2.003237  -0.006349  3.657961
W =  0.753121  0.000982  0.561228
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =  0.300625  -0.000522  0.488937
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.017686  0.000032  0.028106
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  -0.000237  -0.000000  0.000353

```

Rp	Rwp	GOF
----	-----	-----

11.18	9.93	0.1046E+00
-------	------	------------

### L.5.4 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%



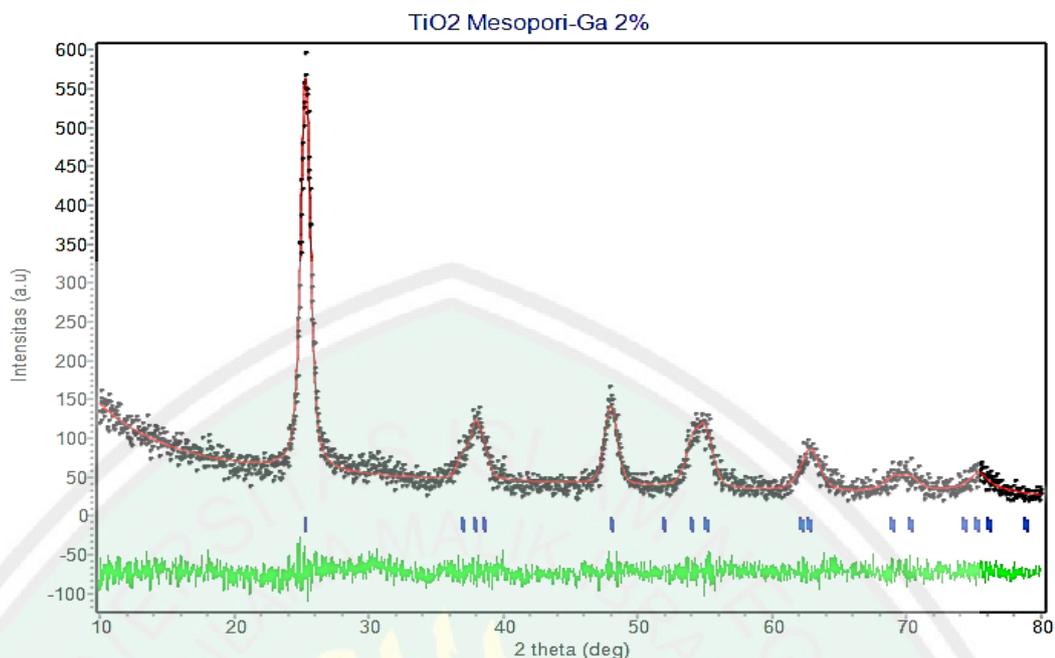
Gambar L.5.4 Plot hasil *refinement* TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1%

```

CELL PARAMETERS = 3.790369 0.000001 0.001996
                 3.790369 0.000001 0.001996
                 9.507035 0.000005 0.007566
                 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     = 136.586578 0.148880
SCALE * VOLUME  = 1.365866 0.001489
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -10.9436 0.103279E-04 9.96113
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.482139 -0.910234E-05 0.470038
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.188503E-02 0.138694E-06 0.719741E-02
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.178040E-06 -0.211916E-10 0.476877E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1217.29 0.102619E-02 64.9594
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.04800 -0.00001 0.02002
HALFWIDTH PARAMETERS U = -2.110575 0.001531 8.557640
      V = 4.491877 -0.001118 6.191066
      W = -0.111180 0.000176 0.963741
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.828274 -0.000070 0.574069
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.063356 0.000004 0.032786
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000689 -0.000000 0.000407
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
| 11.55 | 11.30 | 0.1234E+00 |

```

### L.5.5 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



Gambar L.5.5 Plot hasil *refinement* TiO<sub>2</sub> mesopori-Ga 1%

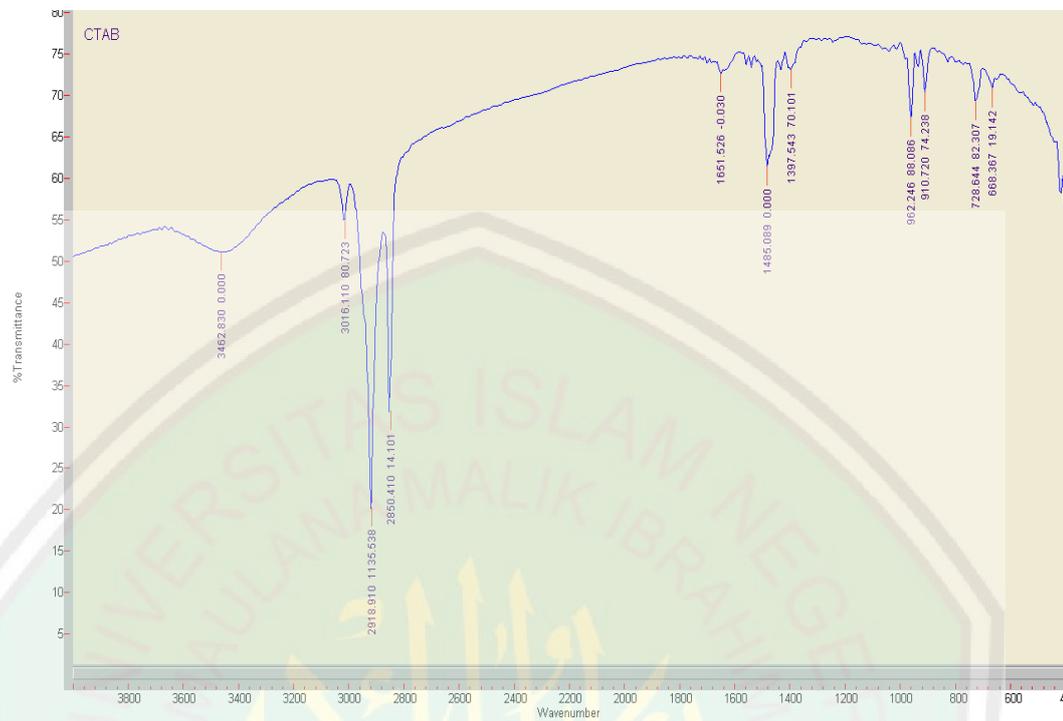
```

CELL PARAMETERS = 3.787865 0.000002 0.001790
                 3.787865 0.000002 0.001790
                 9.497133 -0.000002 0.006614
                 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     = 136.264145 0.131536
SCALE * VOLUME  = 1.362641 0.001315
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -69.7888 -0.378462E-01 7.33953
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 2.39214 0.166760E-02 0.259655
BACKGROUND PARAMETER B 3 = -0.630721E-03 -0.952523E-06 0.106878E-03
BACKGROUND PARAMETER B 4 = 0.499113E-05 0.873682E-08 0.104339E-05
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1915.48 0.228428 53.7078
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02178 -0.00000 0.01702
HALFWIDTH PARAMETERS U = 10.976595 0.026107 7.731542
      V = -4.980710 -0.018237 5.328760
      W = 1.322448 0.002785 0.811136
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.350561 -0.002091 0.412080
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.094230 0.000084 0.023235
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.001052 -0.000000 0.000282
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
|10.58 | 9.37 | 0.1384E+00|

```

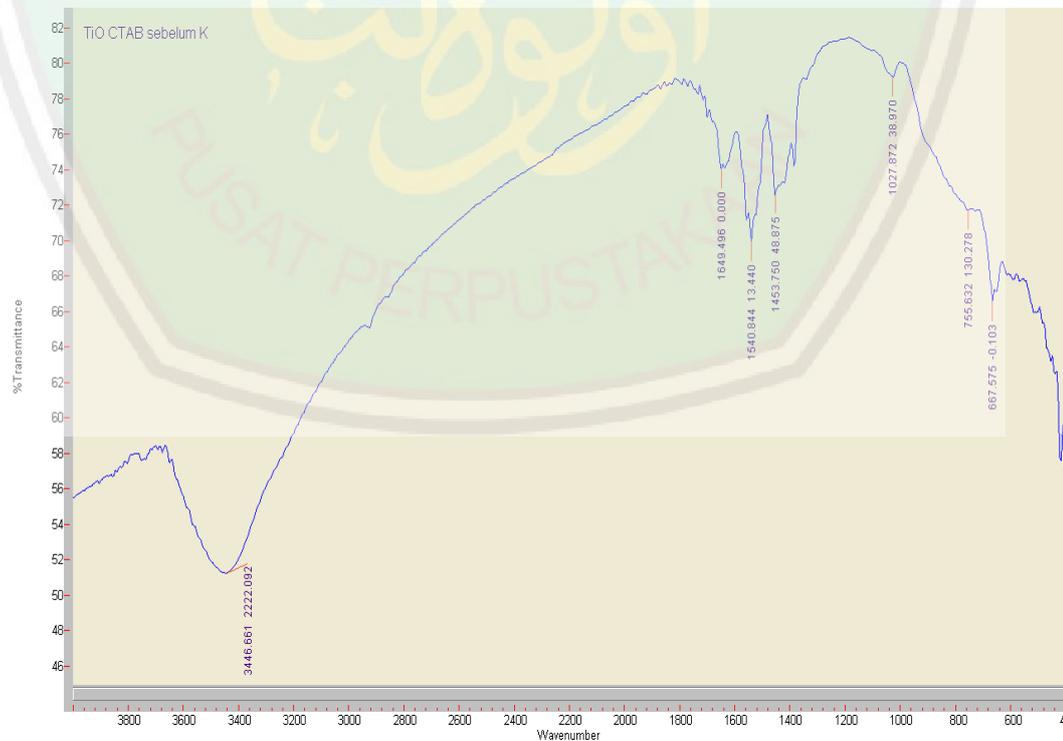
## Lampiran 6. Hasil Spektra IR

### L.6.1 Surfaktan CTAB



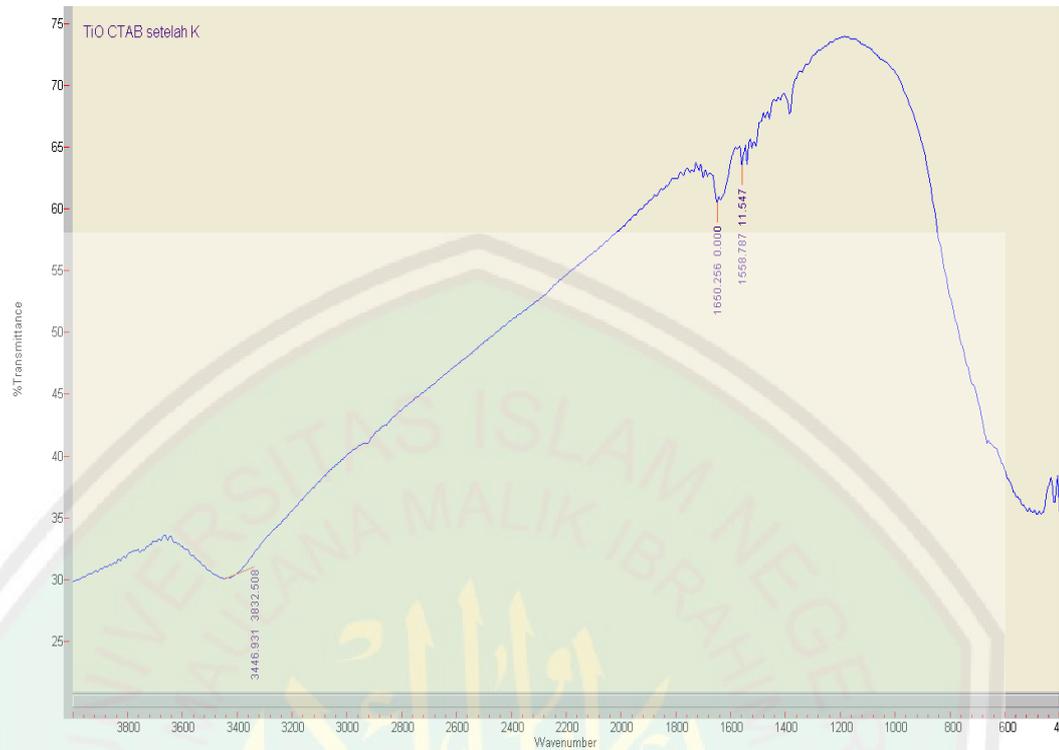
Gambar L.6.1 Spektrum IR dari surfaktan CTAB

### L.6.2 TiO<sub>2</sub> Mesopori Sebelum Kalsinasi



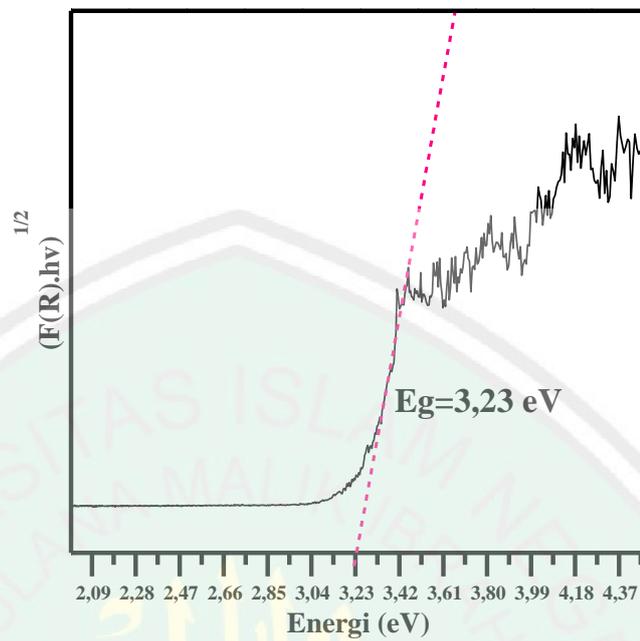
Gambar L.6.2 Spektrum IR TiO<sub>2</sub> mesopori sebelum kalsinasi

### L.6.3 TiO<sub>2</sub> Mesopori Setelah Kalsinasi



Gambar L.6.3 Spektrum IR TiO<sub>2</sub> mesopori setelah kalsinasi

**Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Menggunakan DRS**  
**L.7.1 TiO<sub>2</sub> Anatas (Sigma-Aldrich)**



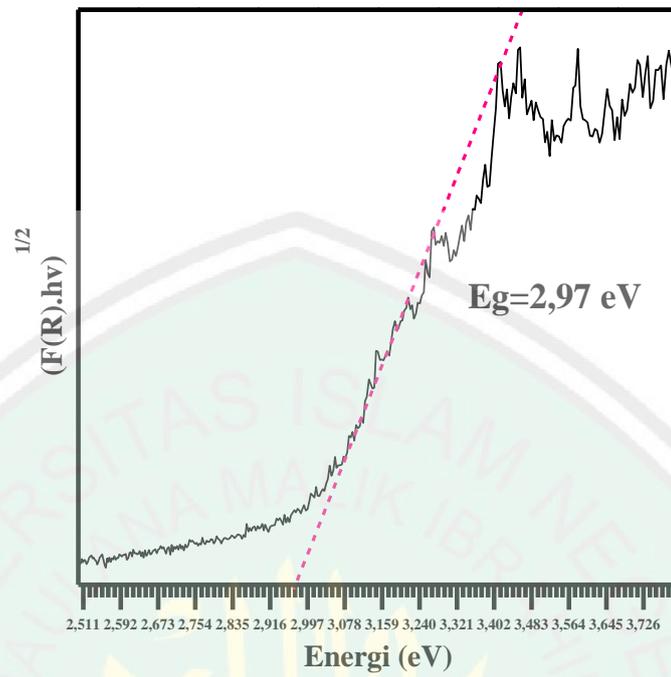
Gambar L.7.1 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Anatas (Sigma-Aldrich)

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$3,23 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 383 \text{ nm}$$

### L.7.2 TiO<sub>2</sub> Mesopori



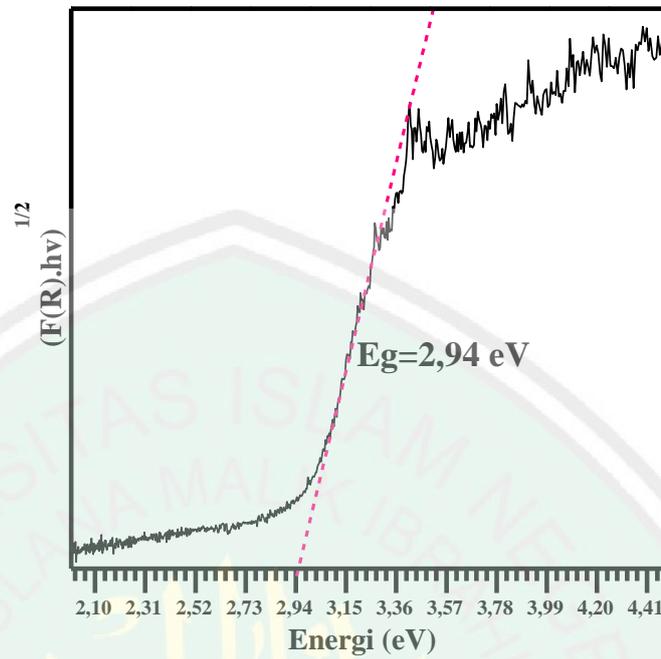
Gambar L.7.2 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Mesopori

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,97 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 418 \text{ nm}$$

### L.7.3 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%



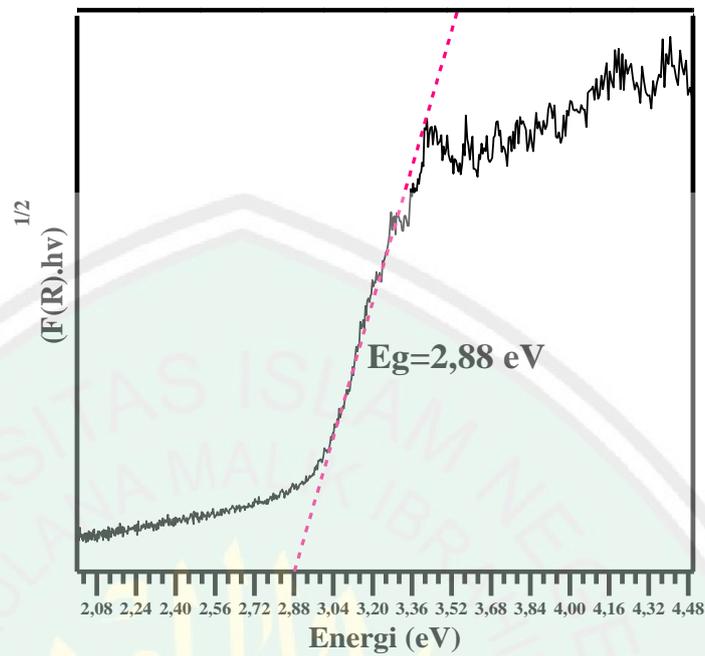
Gambar L.7.3 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,94 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 421 \text{ nm}$$

### L.7.4 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

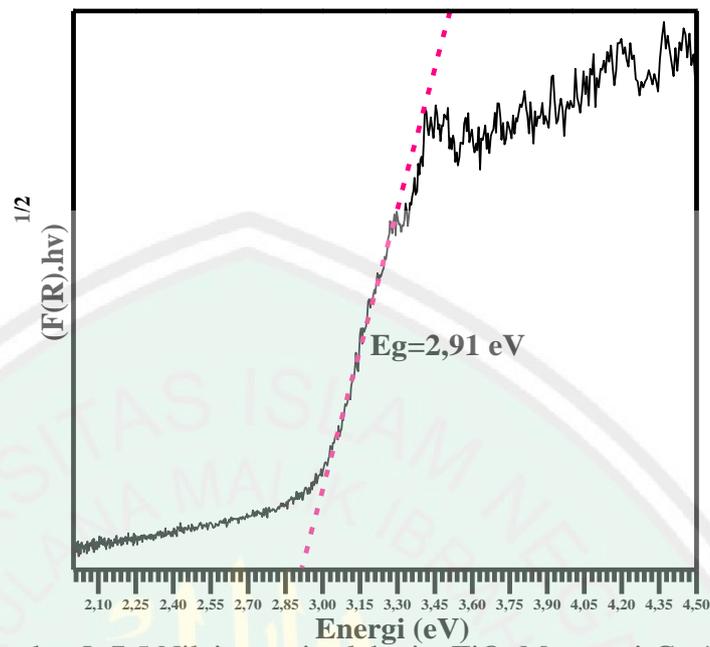


Gambar L.7.4 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,88 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 429 \text{ nm}$$

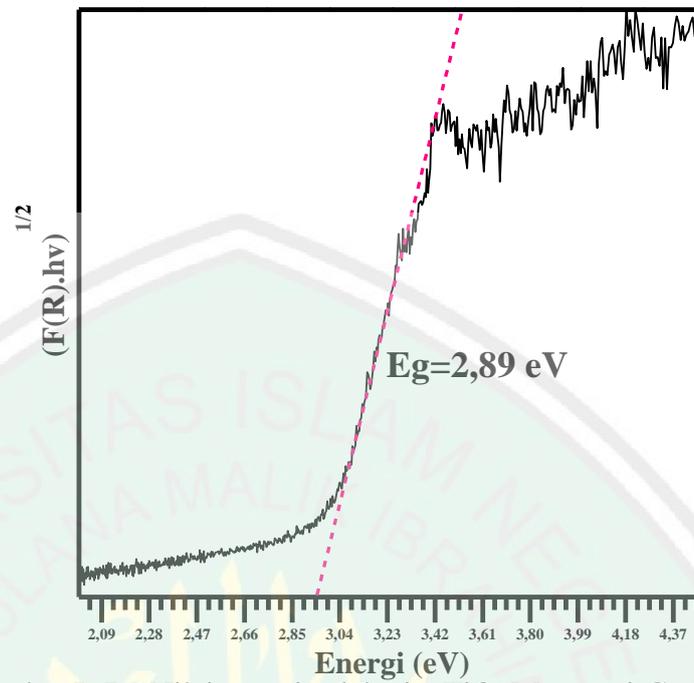
L.7.5 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%Gambar L.7.5 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,91 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 425 \text{ nm}$$

### L.7.6 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



Gambar L.7.6 Nilai energi celah pita TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,89 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 428 \text{ nm}$$

## Lampiran 8. Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N<sub>2</sub> L.8.1 TiO<sub>2</sub> Mesopori

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2010, Quantachrome Instruments  
version 11.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:nova	Date:2018/03/19	Operator:nova	Date:3/19/2019
Sample ID: TiO <sub>2</sub> -CTAB	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\TiO <sub>2</sub> -CTAB.qps	
<b>Sample Desc:</b>	<b>Comment:</b>		
Sample weight: 0.0517 g	Sample Volume: 0.01328 cc	Sample Density: 3.9 g/cc	
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 598.4 min	End of run: 2018/03/19 1:23:04	Instrument: Nova Station B	
Cell ID: 72		FW version: 0.00	

### Isotherm

#### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

#### Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
3.46630e-02	12.0034	4.91947e-01	35.2973	9.55908e-01	110.7548
6.07340e-02	13.1959	5.22020e-01	37.8777	9.85849e-01	117.9007
9.23580e-02	14.2742	5.55844e-01	41.0336	9.49681e-01	113.7236
1.20151e-01	15.2532	5.88485e-01	44.6665	8.71282e-01	108.9326
1.54077e-01	16.5187	6.14502e-01	48.0123	7.98178e-01	105.2022
1.85305e-01	17.7388	6.42992e-01	52.0447	7.21671e-01	101.3686
2.17836e-01	19.0988	6.74538e-01	57.3478	6.42853e-01	86.9513
2.47148e-01	20.4044	7.04828e-01	63.5580	5.64841e-01	60.7067
2.77089e-01	21.8764	7.41996e-01	73.6404	4.79346e-01	49.1466
3.06611e-01	23.3040	7.89192e-01	82.8518	4.12237e-01	42.0078
3.39390e-01	25.0893	8.01614e-01	93.5133	3.32023e-01	35.7769
3.68679e-01	26.8161	8.32381e-01	98.8917	2.58020e-01	30.1990
4.00117e-01	28.7281	8.64194e-01	101.6196	1.81699e-01	24.4574
4.29313e-01	30.6345	9.00385e-01	104.4932	1.01035e-01	18.3388
4.58835e-01	32.8527	9.30232e-01	107.4772		

#### Multi-Point BET

#### Data Reduction Parameters Data

Adsorbate	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

#### Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
3.46630e-02	12.0034	2.3935e+00	1.85305e-01	17.7388	1.0259e+01
6.07340e-02	13.1959	3.9206e+00	2.17836e-01	19.0988	1.1667e+01
9.23580e-02	14.2742	5.7037e+00	2.47148e-01	20.4044	1.2873e+01
1.20151e-01	15.2532	7.1632e+00	2.77089e-01	21.8764	1.4019e+01
1.54077e-01	16.5187	8.8223e+00	3.06611e-01	23.3040	1.5182e+01

#### BET summary

Slope = 46.736  
Intercept = 1.274e+00  
Correlation coefficient, r = 0.997448  
C constant = 37.681  
Surface Area = 72.537 m<sup>2</sup>/g

### BJH Pore Size Distribution Adsorption

#### Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer		Ignoring P-tags below 0.35 P/Po
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off		Temperature 77.350k
Adsorbate	Nitrogen	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc
	Contact Angle: 0.0 degrees	Surf. Tension: 8.850 erg/cm <sup>2</sup>	

#### BJH Pore Size Distribution Adsorption Data

Diameter [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m <sup>2</sup> /g]	dV(d) [cc/Å/g]	dS(d) [m <sup>2</sup> /Å/g]	dV(logd) [cc/g]	dS(logd) [cc/g]
31.1429	2.8421e-03	3.6504e+00	1.3219e-03	1.6979e+00	9.4756e-02	1.2170e+02
33.2985	5.8764e-03	7.2954e+00	1.4040e-03	1.6865e+00	1.0761e-01	1.2926e+02
35.5671	9.8837e-03	1.1802e+01	1.6865e-03	1.8967e+00	1.3907e-01	1.5528e+02
38.2236	1.4082e-02	1.6196e+01	1.4295e-03	1.4960e+00	1.2576e-01	1.3160e+02
41.1753	1.8956e-02	2.0930e+01	1.6430e-03	1.5961e+00	1.5570e-01	1.5126e+02
44.5224	2.5095e-02	2.6446e+01	1.6468e-03	1.4795e+00	1.6972e-01	1.5158e+02
48.4659	3.2609e-02	3.2647e+01	1.8066e-03	1.4911e+00	2.0149e-01	1.6630e+02
52.4175	3.9822e-02	3.8152e+01	1.9265e-03	1.4701e+00	2.3242e-01	1.7736e+02
56.6227	4.8626e-02	4.4371e+01	1.8868e-03	1.3329e+00	2.4586e-01	1.7368e+02
61.9739	6.0533e-02	5.2056e+01	1.9725e-03	1.2731e+00	2.8126e-01	1.8153e+02
68.4487	7.4799e-02	6.0393e+01	2.0636e-03	1.2059e+00	3.2497e-01	1.8990e+02
77.1758	9.8473e-02	7.2663e+01	2.2459e-03	1.1640e+00	3.9848e-01	2.0653e+02
87.3088	1.2020e-01	8.2615e+01	2.2337e-03	1.0234e+00	4.4859e-01	2.0552e+02
99.6092	1.4488e-01	9.2529e+01	1.6596e-03	6.6646e-01	3.7994e-01	1.5257e+02
116.6193	1.5673e-01	9.6593e+01	6.1877e-04	2.1224e-01	1.6578e-01	5.6863e+01
140.4557	1.6231e-01	9.8181e+01	1.9547e-04	5.5669e-02	6.3000e-02	1.7942e+01
181.5531	1.6789e-01	9.9410e+01	1.0398e-04	2.2909e-02	4.3149e-02	9.5066e+00
250.7561	1.7347e-01	1.0030e+02	6.5932e-05	1.0517e-02	3.7703e-02	6.0143e+00
374.3236	1.7935e-01	1.0093e+02	3.6178e-05	3.8660e-03	3.0887e-02	3.2792e+00
915.9292	1.9123e-01	1.0145e+02	1.2898e-05	5.6328e-04	2.4732e-02	1.0801e+00

#### BJH adsorption summary

Surface Area = 101.448 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.191 cc/g  
Pore Diameter Dv(d) = 77.176 Å

### BJH Pore Size Distribution Desorption

#### Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer		Ignoring P-tags below 0.35 P/Po
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off		Temperature 77.350k
Adsorbate	Nitrogen	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section: 16.200 Å <sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc
	Contact Angle: 0.0 degrees	Surf. Tension: 8.850 erg/cm <sup>2</sup>	

#### BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Diameter [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m <sup>2</sup> /g]	dV(d) [cc/Å/g]	dS(d) [m <sup>2</sup> /Å/g]	dV(logd) [cc/g]	dS(logd) [cc/g]
35.8157	1.4722e-02	1.6442e+01	2.7048e-03	3.0208e+00	2.2263e-01	2.4864e+02
43.0158	4.0790e-02	4.0683e+01	2.9103e-03	2.7063e+00	2.8721e-01	2.6709e+02
53.2129	1.1227e-01	9.4412e+01	6.2497e-03	4.6979e+00	7.6280e-01	5.7339e+02
67.6430	1.4997e-01	1.1612e+02	2.1068e-03	1.2459e+00	3.2632e-01	1.9297e+02
90.8049	1.5743e-01	1.1984e+02	2.9251e-04	1.2855e-01	6.0640e-02	2.6712e+01
134.0875	1.6509e-01	1.2213e+02	1.3290e-04	3.9646e-02	4.0392e-02	1.2050e+01
278.2636	1.7387e-01	1.2339e+02	3.8053e-05	5.4700e-03	2.2915e-02	3.2939e+00
884.9722	1.8082e-01	1.2370e+02	7.0669e-06	3.1942e-04	1.2774e-02	5.7738e-01

#### BJH desorption summary

Surface Area = 123.704 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.181 cc/g  
Pore Diameter Dv(d) = 53.213 Å

### Average Pore Size

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

#### Average Pore Size summary

Average pore Diameter = 1.00566e+02 Å

### Total Pore Volume

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

#### Total Pore Volume summary Total Pore Volume

Total pore volume = 1.824e-01 cc/g  
for pores smaller than 1376.3 Å (Diameter)  
at P/Po = 0.98585

## L.8.2 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2010, Quantachrome Instruments  
version 11.0



<b>Analysis</b>		<b>Report</b>	
Operator:nova	Date:2019/03/19	Operator:nova	Date:3/19/2019
Sample ID: TiO <sub>2</sub> 99-CTAB	Filename:	C:\QC\data\Physisorb\TiO <sub>2</sub> 99-CTAB.qps	
Sample Desc:	Comment:		
Sample weight: 0.0682 g	Sample Volume: 0.01749 cc	Sample Density: 3.9 g/cc	
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 594.8 min	End of run: 2019/03/19 1:19:30	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 62		FW version: 0.00	

### Isotherm

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

### Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
3.44770e-02	10.2075	4.90986e-01	31.2313	9.58265e-01	94.5565
6.03390e-02	11.2061	5.20275e-01	33.5549	9.86950e-01	99.3498
9.19390e-02	12.2070	5.55365e-01	36.8159	9.90356e-01	98.5295
1.19639e-01	13.0904	5.81870e-01	39.3872	8.70984e-01	91.7577
1.53054e-01	14.1849	6.17681e-01	43.4968	7.96379e-01	87.7379
1.84444e-01	15.2548	6.47250e-01	47.6837	7.20934e-01	83.7011
2.17107e-01	16.4269	6.80292e-01	53.2500	6.35906e-01	78.8098
2.48924e-01	17.6302	7.05410e-01	58.3413	5.56001e-01	51.8662
2.78314e-01	18.8528	7.40197e-01	66.5046	4.83169e-01	41.8212
3.06852e-01	20.1860	7.70905e-01	74.3521	4.00813e-01	33.6969
3.38908e-01	21.7720	8.03653e-01	80.7159	3.31977e-01	28.9143
3.67315e-01	23.2154	8.36882e-01	84.1562	2.56958e-01	23.9173
3.99186e-01	24.9725	8.69924e-01	86.9912	1.82258e-01	19.1675
4.28995e-01	26.8264	8.99051e-01	88.9967	1.02431e-01	14.0188
4.58626e-01	28.9017	9.23765e-01	91.0498		

**Multi-Point BET****Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

**Multi-Point BET Data**

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
3.44770e-02	10.2075	2.7990e+00	1.84444e-01	15.2548	1.1862e+01
6.03390e-02	11.2061	4.5848e+00	2.17107e-01	16.4269	1.3507e+01
9.19390e-02	12.2070	6.6363e+00	2.48924e-01	17.6302	1.5041e+01
1.19639e-01	13.0904	8.3063e+00	2.78314e-01	18.8528	1.6367e+01
1.53054e-01	14.1849	1.0193e+01	3.06852e-01	20.1860	1.7547e+01

**BET summary**

Slope =	53.939
Intercept =	1.541e+00
Correlation coefficient, r =	0.997335
C constant =	35.997
Surface Area =	62.771 m <sup>2</sup> /g

**BJH Pore Size Distribution Adsorption****Data Reduction Parameters Data**

<b>t-Method</b>	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
<b>BJH/DH method</b>	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm <sup>2</sup>
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

**BJH Pore Size Distribution Adsorption Data**

Diameter [Å]	Pore Volume [cc/g]	Pore Surf Area [m <sup>2</sup> /g]	dV(d) [cc/Å/g]	dS(d) [m <sup>2</sup> /Å/g]	dV(logd) [cc/g]	dS(logd) [cc/g]
31.0650	2.6839e-03	3.4559e+00	1.2349e-03	1.5901e+00	8.8297e-02	1.1369e+02
33.2531	5.8958e-03	7.3194e+00	1.4580e-03	1.7538e+00	1.1159e-01	1.3424e+02
35.5461	9.8362e-03	1.1754e+01	1.6535e-03	1.8607e+00	1.3529e-01	1.5224e+02
38.1700	1.4243e-02	1.6371e+01	1.5382e-03	1.6119e+00	1.3513e-01	1.4160e+02
41.0399	1.8836e-02	2.0848e+01	1.5975e-03	1.5571e+00	1.5090e-01	1.4703e+02
44.4155	2.5073e-02	2.6465e+01	1.6092e-03	1.4492e+00	1.6447e-01	1.4812e+02
48.0070	3.1100e-02	3.1487e+01	1.8226e-03	1.5186e+00	2.0139e-01	1.6780e+02
52.2197	4.0156e-02	3.8424e+01	1.7693e-03	1.3553e+00	2.1257e-01	1.6283e+02
57.2455	4.9790e-02	4.5155e+01	1.9528e-03	1.3645e+00	2.5724e-01	1.7974e+02
62.9619	6.2866e-02	5.3463e+01	2.0120e-03	1.2782e+00	2.9143e-01	1.8515e+02
69.1313	7.5014e-02	6.0492e+01	2.0802e-03	1.2036e+00	3.3092e-01	1.9148e+02
76.9611	9.4526e-02	7.0633e+01	1.9870e-03	1.0327e+00	3.5164e-01	1.8276e+02
87.3639	1.1312e-01	7.9147e+01	1.6927e-03	7.7502e-01	3.4006e-01	1.5570e+02
100.4977	1.2770e-01	8.4949e+01	9.5386e-04	3.7965e-01	2.2030e-01	8.7684e+01
118.8635	1.3510e-01	8.7440e+01	3.4512e-04	1.1614e-01	9.4200e-02	3.1700e+01
145.4351	1.4026e-01	8.8860e+01	1.6287e-04	4.4795e-02	5.4324e-02	1.4941e+01
183.5138	1.4458e-01	8.9801e+01	9.7142e-05	2.1174e-02	4.0846e-02	8.9032e+00
237.5010	1.4867e-01	9.0490e+01	6.4350e-05	1.0838e-02	3.4980e-02	5.8913e+00
374.7763	1.5495e-01	9.1160e+01	2.9773e-05	3.1777e-03	2.4999e-02	2.6682e+00
985.3198	1.6288e-01	9.1482e+01	7.8523e-06	3.1877e-04	1.6128e-02	6.5472e-01

**BJH adsorption summary**

Surface Area =	91.482 m <sup>2</sup> /g
Pore Volume =	0.163 cc/g
Pore Diameter Dv(d) =	69.131 Å

**BJH Pore Size Distribution Desorption****Data Reduction Parameters Data**

<b>t-Method</b>	Calc. method: de Boer		
<b>BJH/DH method</b>	Moving pt. avg.: off	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
	Contact Angle: 0.0 degrees	Surf. Tension:	8.850 erg/cm <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc

**BJH Pore Size Distribution Desorption Data**

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[Å]	[cc/g]	[m <sup>2</sup> /g]	[cc/Å/g]	[m <sup>2</sup> /Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
35.5678	1.7217e-02	1.9362e+01	2.5970e-03	2.9206e+00	2.1207e-01	2.3850e+02
42.6556	4.1481e-02	4.2116e+01	3.2155e-03	3.0153e+00	3.1500e-01	2.9539e+02
52.3370	1.1685e-01	9.9716e+01	6.3779e-03	4.8745e+00	7.6533e-01	5.8492e+02
67.1973	1.2845e-01	1.0662e+02	6.4807e-04	3.8577e-01	9.9679e-02	5.9335e+01
90.2448	1.3742e-01	1.1060e+02	3.1815e-04	1.4101e-01	6.5568e-02	2.9062e+01
133.4367	1.4574e-01	1.1309e+02	1.4305e-04	4.2882e-02	4.3246e-02	1.2964e+01
284.4519	1.5449e-01	1.1432e+02	3.5880e-05	5.0455e-03	2.1983e-02	3.0913e+00
948.3568	1.5916e-01	1.1452e+02	4.3067e-06	1.8165e-04	8.2718e-03	3.4889e-01

**BJH desorption summary**

Surface Area = 114.521 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.159 cc/g  
Pore Diameter Dv(d) = 52.337 Å

**Average Pore Size****Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc

**Average Pore Size summary**

Average pore Diameter = 9.79287e+01 Å

**Total Pore Volume****Data Reduction Parameters Data**

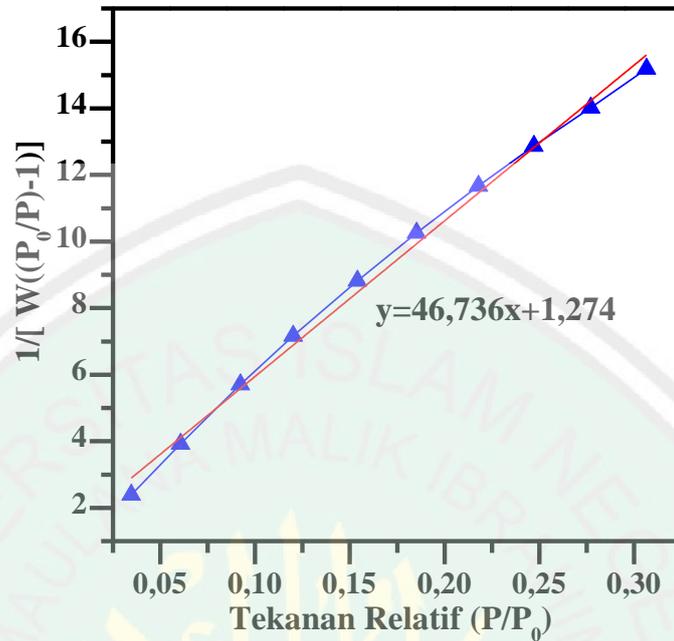
<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>
		Liquid Density:	0.808 g/cc

**Total Pore Volume summary****Total Pore Volume**

Total pore volume = 1.537e-01 cc/g  
for pores smaller than 1490.3 Å (Diameter)  
at P/Po = 0.98695

## Lampiran 9. Penentuan Luas Permukaan Menggunakan Metode BET

### L.9.1 TiO<sub>2</sub> Mesopori



Gambar L.9.1 Penentuan luas permukaan pada TiO<sub>2</sub> Mesopori

Diketahui:

*Slope* : 46,736

Intersep : 1,274

Penentuan Nilai  $W_m$

$$W_m = \frac{1}{s+i}$$

$$W_m = \frac{1}{46,736+1,274}$$

$$W_m = 0,0208$$

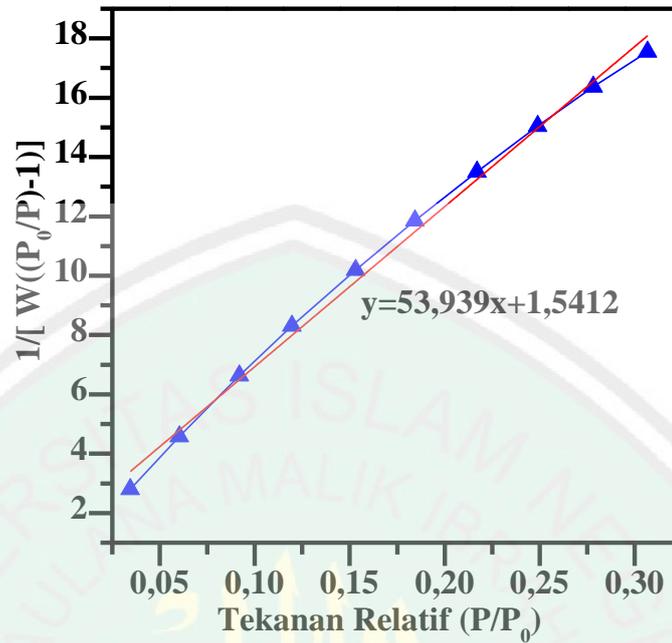
Penentuan Nilai Luas Permukaan ( $St$ )

$$St = \frac{W_m \times N \times A_{cs}}{M}$$

$$St = \frac{0,02083 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,013}$$

$$St = 72,537 \text{ m}^2/\text{g}$$

### L.9.2 TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%



Gambar L.9.2 Penentuan luas permukaan pada TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

Diketahui:

*Slope* : 53,939

Intersep : 1,5412

Penentuan Nilai  $W_m$

$$W_m = \frac{1}{s+i}$$

$$W_m = \frac{1}{53,939+1,5412}$$

$$W_m = 0,01802$$

Penentuan Nilai Luas Permukaan ( $St$ )

$$St = \frac{W_m \times N \times A_{cs}}{M}$$

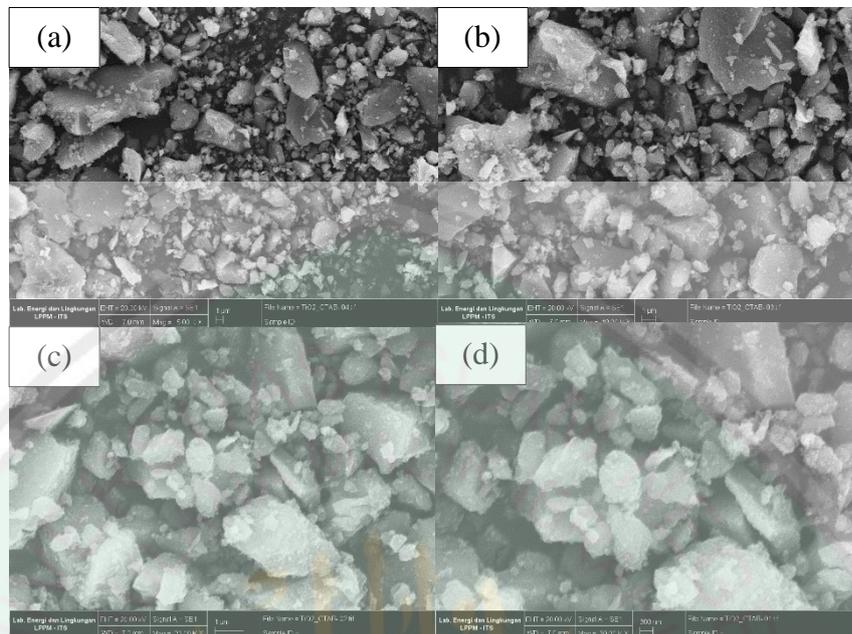
$$St = \frac{0,01802 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,013}$$

$$St = 62,771 \text{ m}^2/\text{g}$$

## Lampiran 10. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX

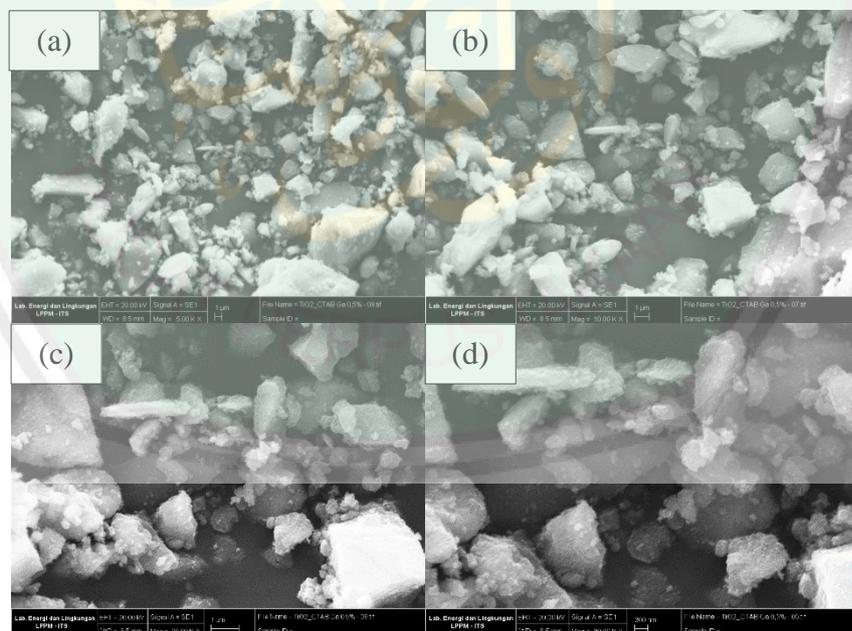
### L.10.1 Morfologi Material Hasil Sintesis

#### 1. TiO<sub>2</sub> Mesopori



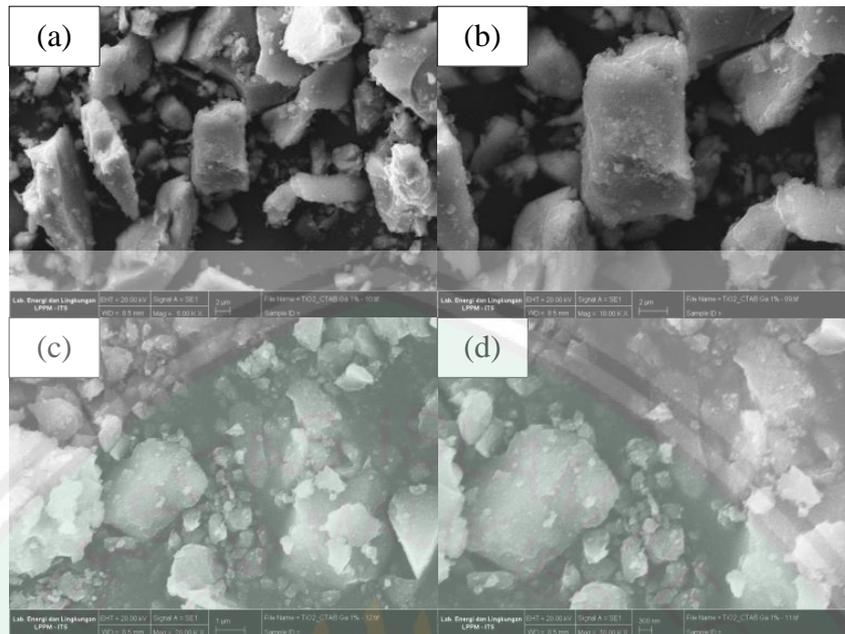
Gambar L.10.1 Morfologi TiO<sub>2</sub> Mesopori pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan d) 30.000x

#### 2. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%



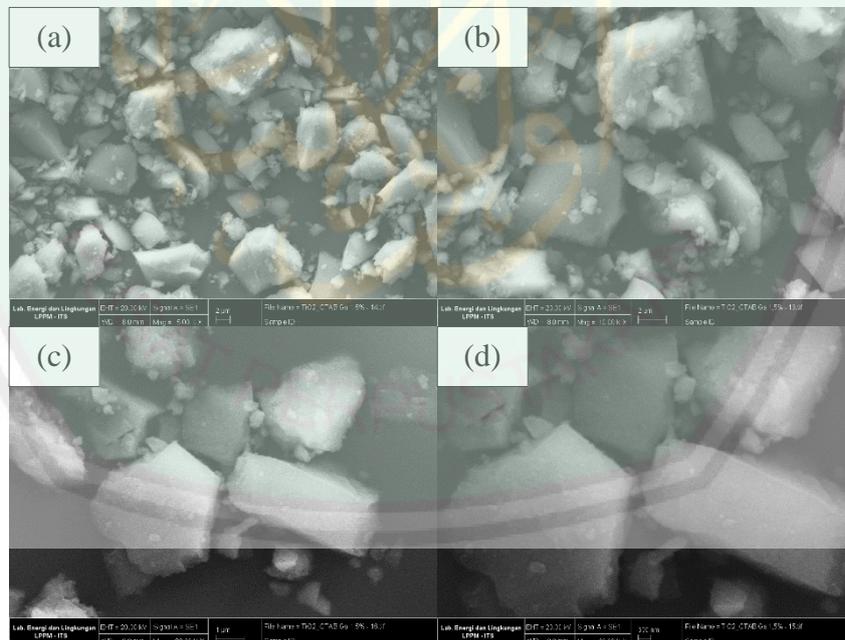
Gambar L.10.2 Morfologi TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan (d) 30.000x

### 3. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%



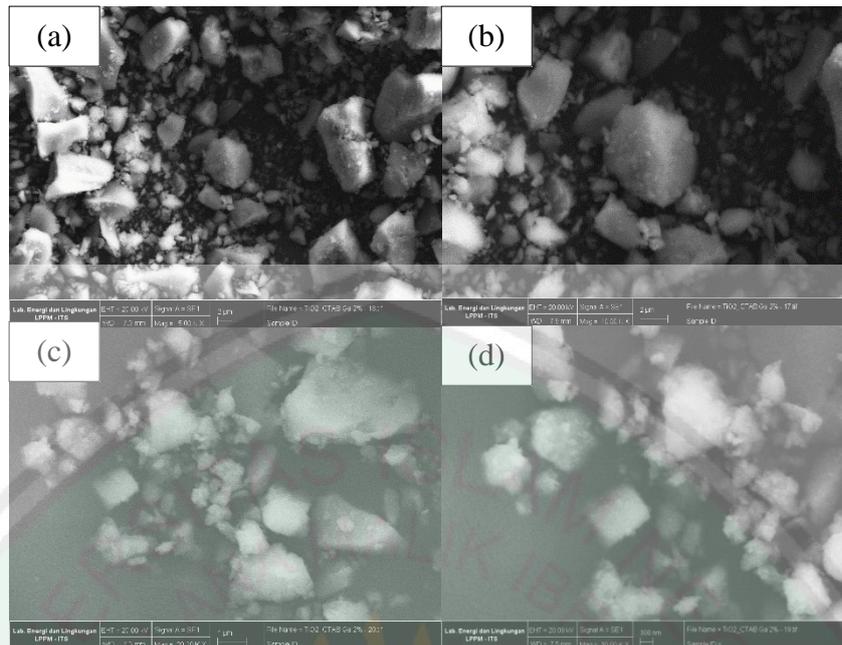
Gambar L.10.3 Morfologi TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan (d) 30.000x

### 4. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%



Gambar L.10.4 Morfologi TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan (d) 30.000x

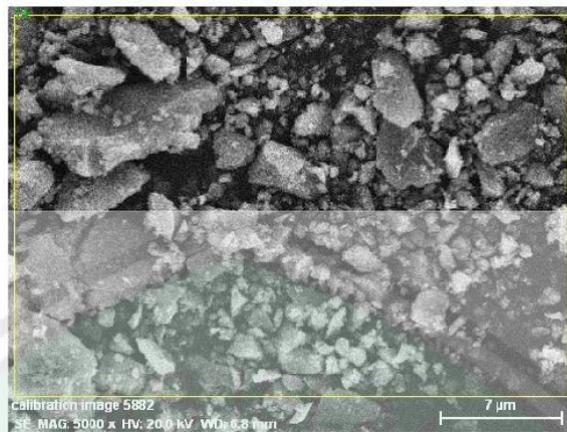
### 5. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



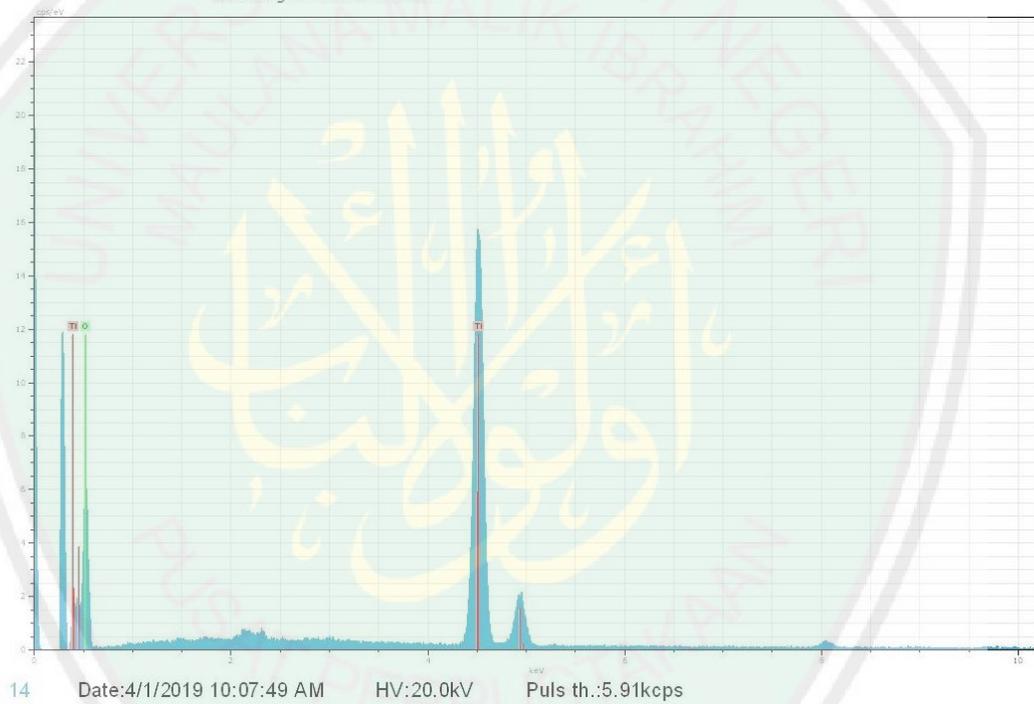
Gambar L.10.5 Morfologi TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2% pada perbesaran (a) 5.000x, (b) 10.000x, (c) 20.000x, dan (d) 30.000x

## L.10.2 Hasil Pengukuran Menggunakan EDX

### 1. TiO<sub>2</sub> Mesopori

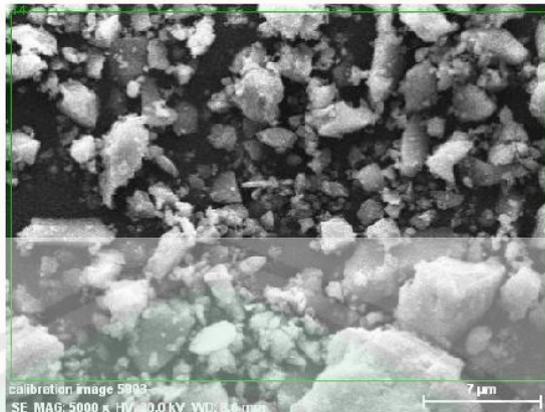


calibration image 5882 Date: 4/1/2019 10:07:01 AM Image size: 512 x 384 Mag: 5000x HV: 20.0kV

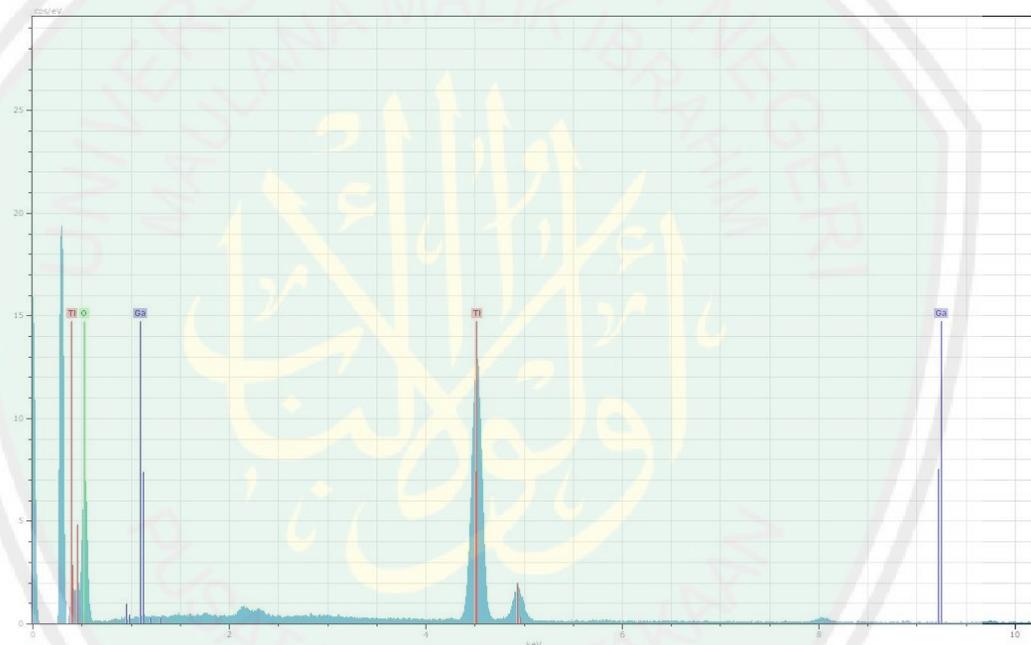


El	AN	Series	unn. C	norm. C	Atom. C	Error
			[wt.%]	[wt.%]	[at.%]	[%]
Ti	22	K-series	47.16	51.27	26.01	1.3
O	8	K-series	44.82	48.73	73.99	33.0
Total:			91.98	100.00	100.00	

2. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%



calibration image 5883 Date:4/1/2019  
 11:50:11 AM Image size:512 x  
 384 Mag:5000x HV:20.0kV



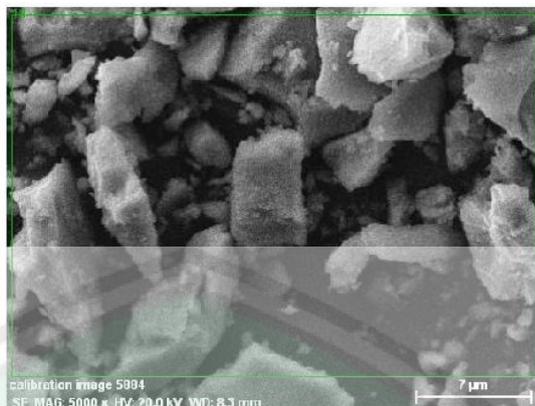
14 Date:4/1/2019 11:51:03 AM HV:20.0kV Puls th.:5.66kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
----	----	--------	---------------	----------------	----------------	-----------

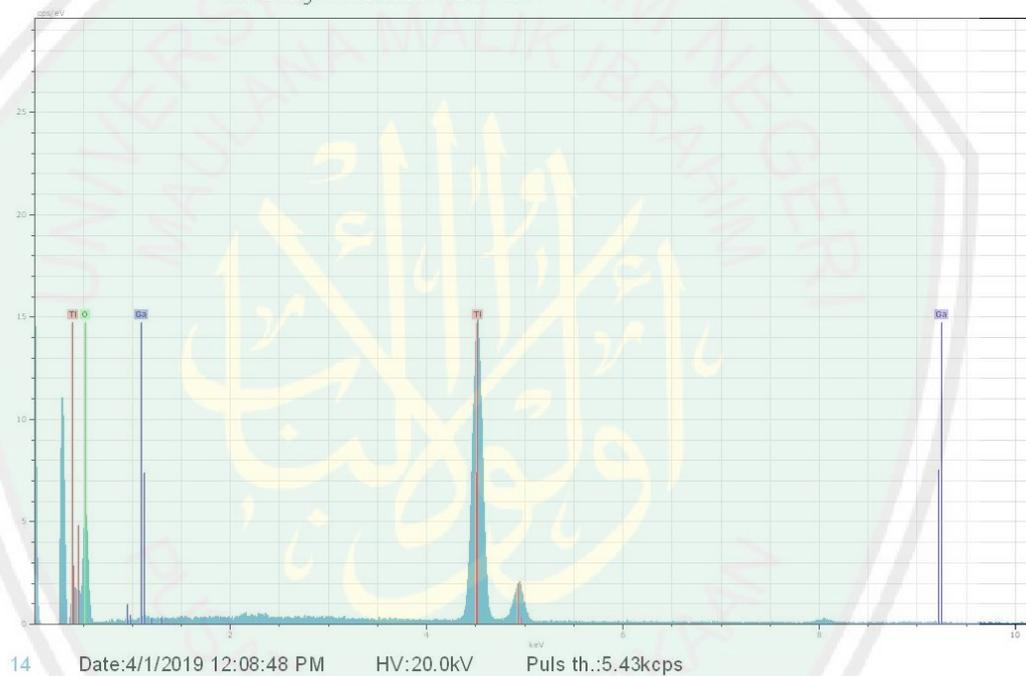
O	8	K-series	46.82	52.95	77.34	36.9
Ti	22	K-series	39.83	45.05	21.99	1.1
Ga	31	K-series	1.77	2.00	0.67	0.1

Total: 88.41 100.00 100.00

### 3. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%

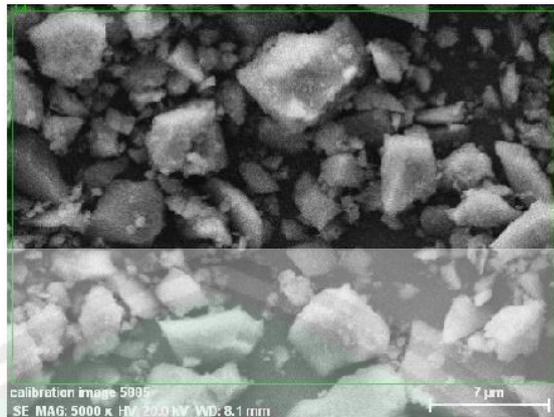


calibration image 5884 Date: 4/1/2019  
12:08:24 PM Image size: 512 x  
384 Mag: 5000 x HV: 20.0 kV

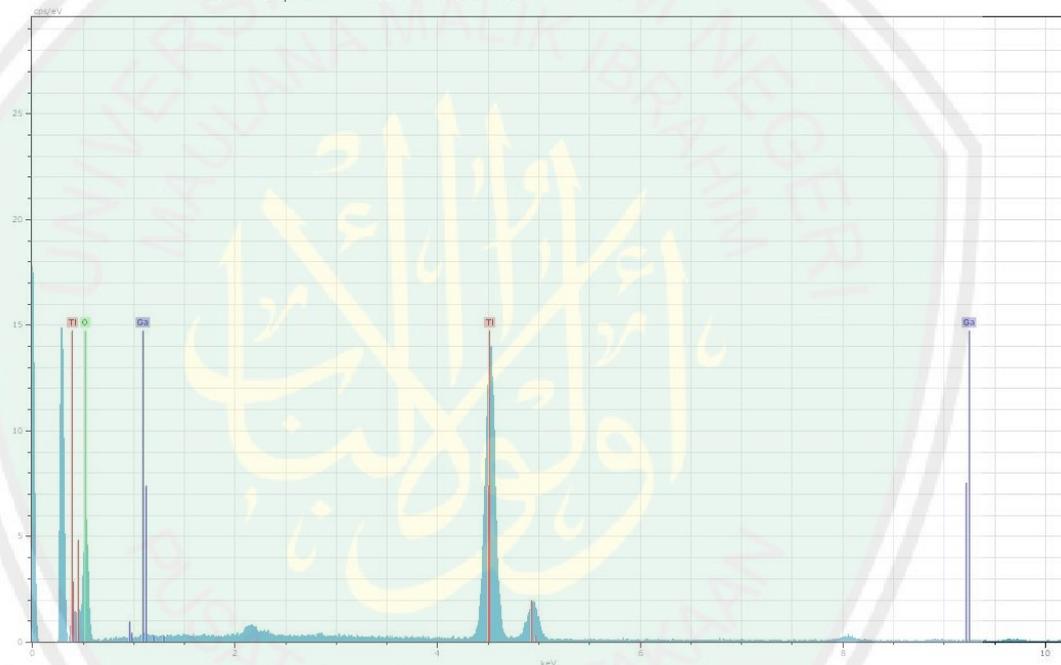


El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Ti	22	K-series	54.98	54.43	29.44	1.6
O	8	K-series	43.42	43.00	69.60	35.7
Ga	31	K-series	2.60	2.57	0.95	0.1
Total:			101.00	100.00	100.00	

4. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%



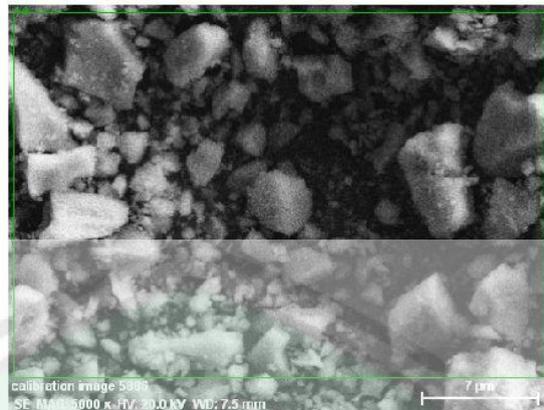
calibration image 5885 Date:4/1/2019  
 12:37:02 PM Image size:512 x  
 384Maq:5000xHV:20.0kV



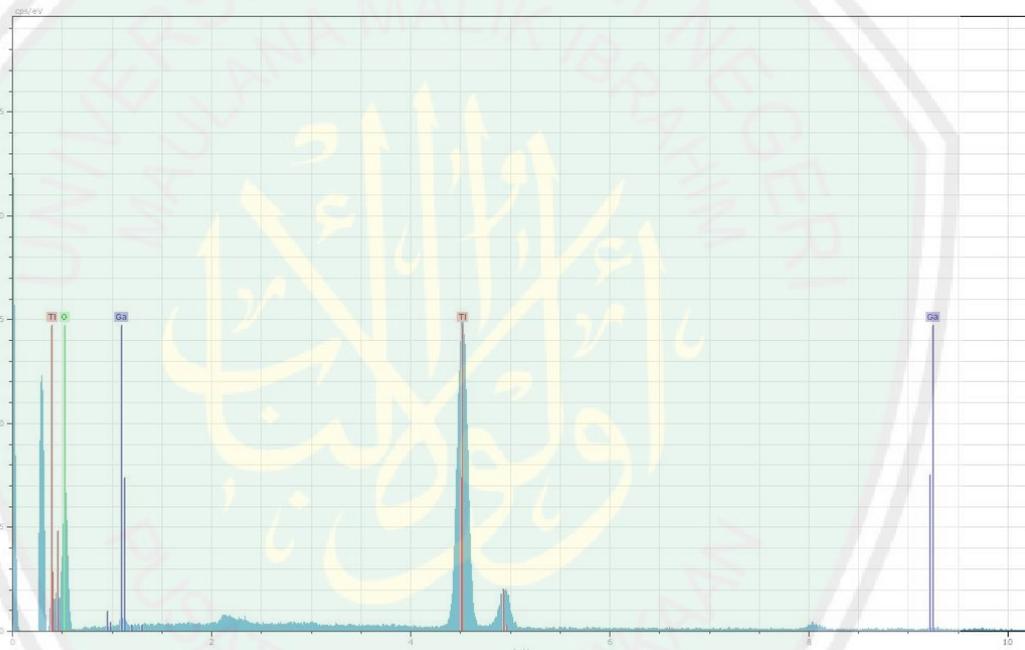
14 Date:4/1/2019 12:37:35 PM HV:20.0kV Puls th.:5.30kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Ti	22	K-series	54.31	53.23	28.87	1.5
O	8	K-series	43.82	42.94	69.70	40.8
Ga	31	K-series	3.91	3.83	1.43	0.2
Total:			102.04	100.00	100.00	

5. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



calibration image 5886 Date: 4/1/2019  
 1:01:57 PM Image size: 512 x  
 384 Maq: 5000x HV: 20.0kV

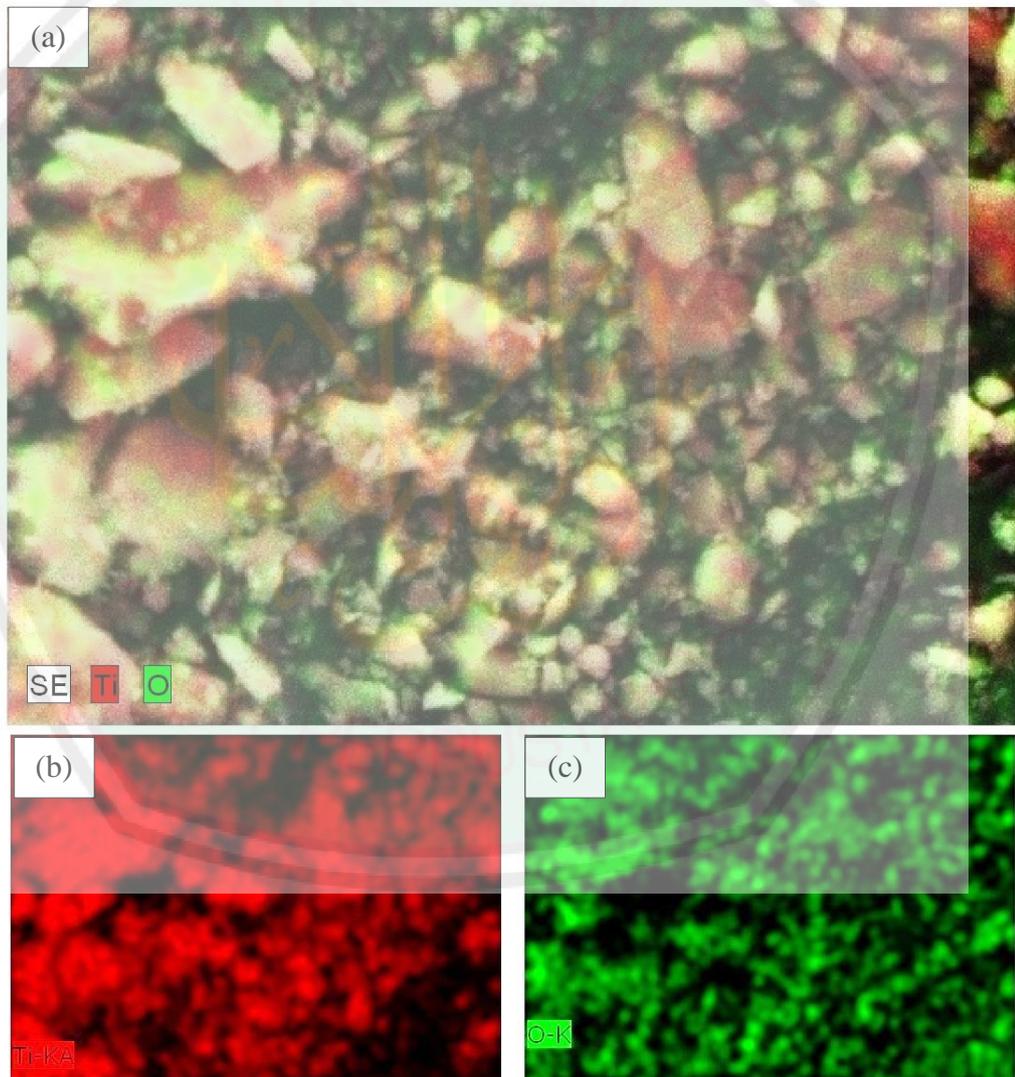
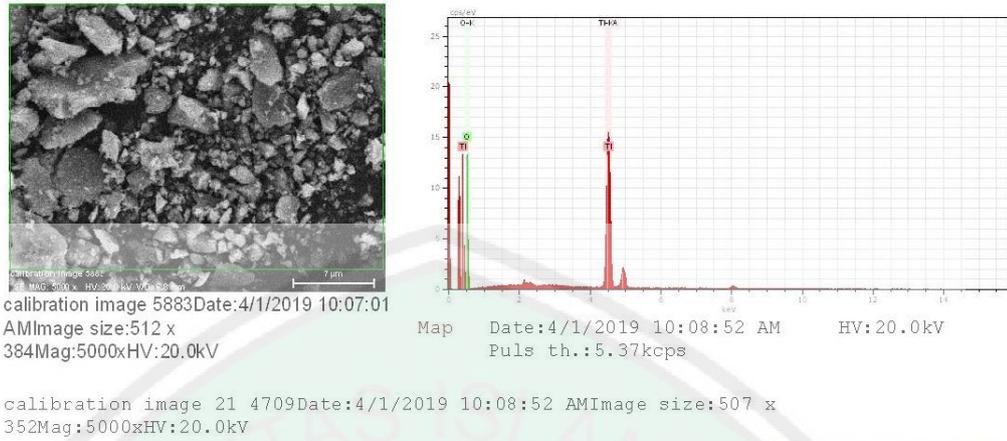


14 Date: 4/1/2019 1:02:29 PM HV: 20.0kV Puls th.: 5.85kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Ti	22	K-series	50.77	51.43	27.31	1.4
O	8	K-series	44.31	44.89	71.35	40.8
Ga	31	K-series	3.63	3.68	1.34	0.2
Total:			98.70	100.00	100.00	

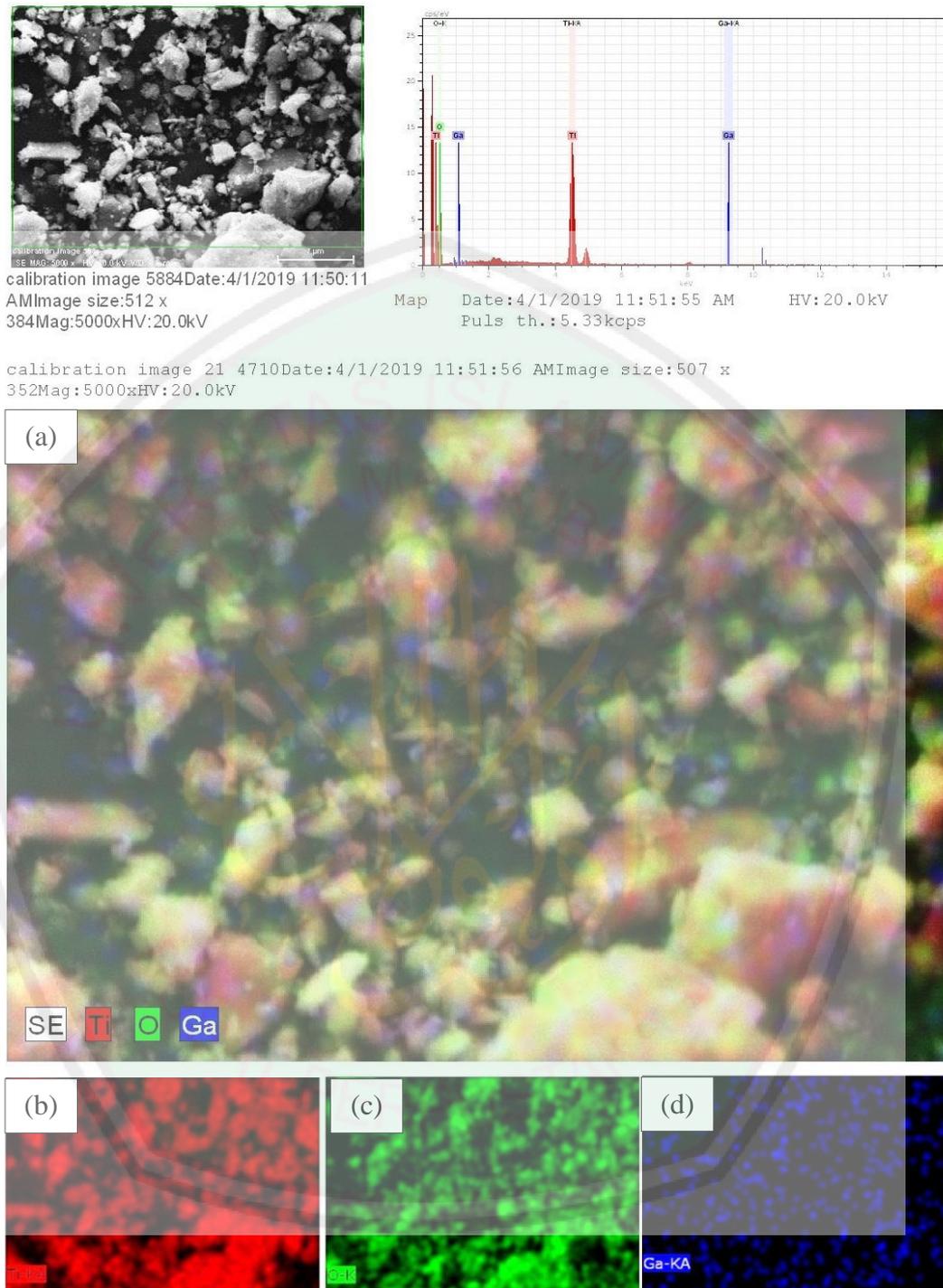
### L.10.3 Mapping Distribusi Unsur Pada Material Hasil Sintesis

#### 1. TiO<sub>2</sub> Mesopori



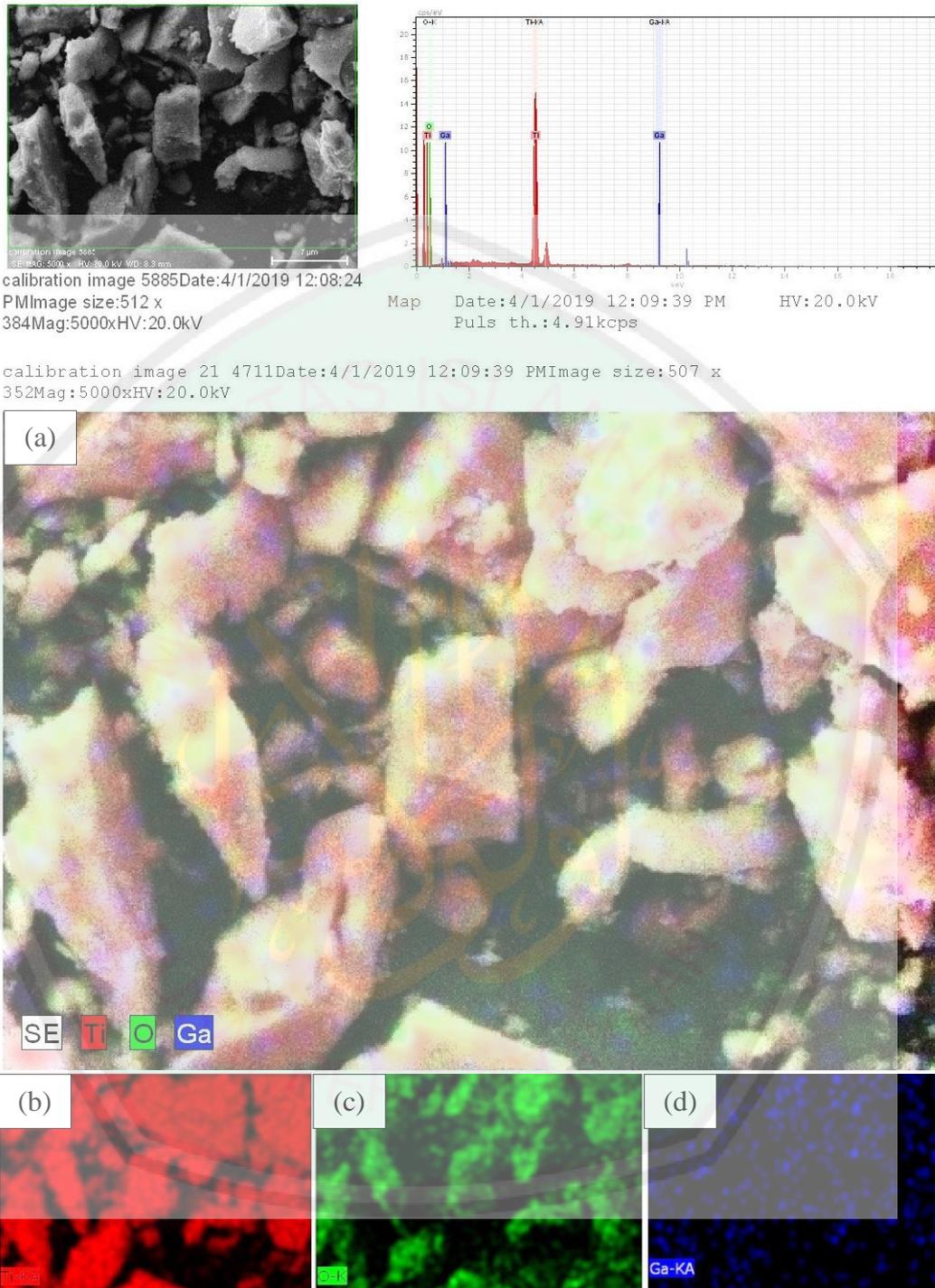
Gambar L.10.6 Mapping Distribusi (a) Semua Unsur, (b) Unsur Titanium (Ti), dan (c) Unsur Oksigen (O) dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori Pada Perbesaran 5.000x

## 2. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5%



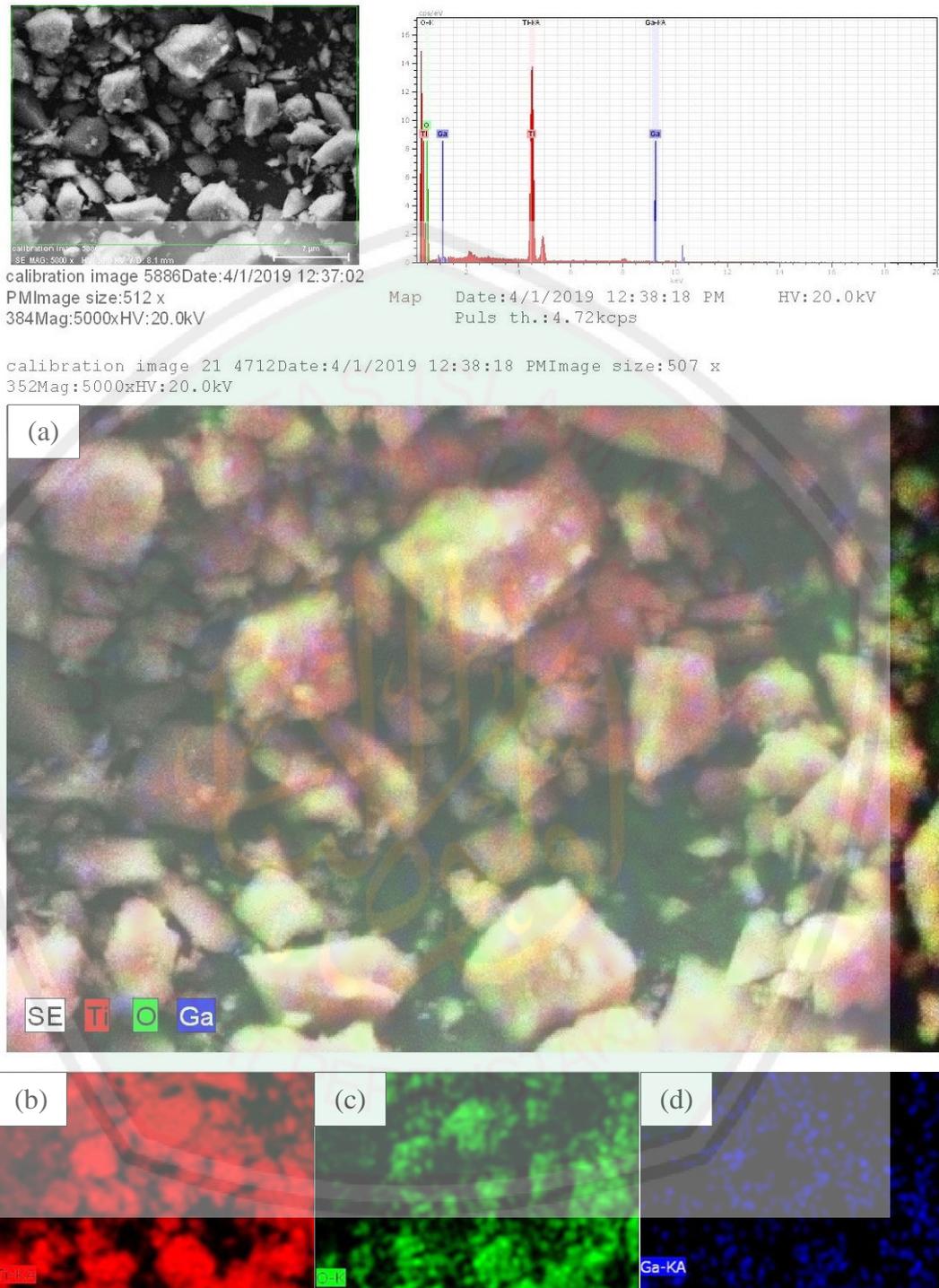
Gambar L.10.7 *Mapping* Distribusi (a) Semua Unsur, (b) Unsur Titanium (Ti), (c) Unsur Galium (Ga), dan (d) Unsur Oksigen (O) dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 0,5% Pada Perbesaran 5.000x

### 3. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1%



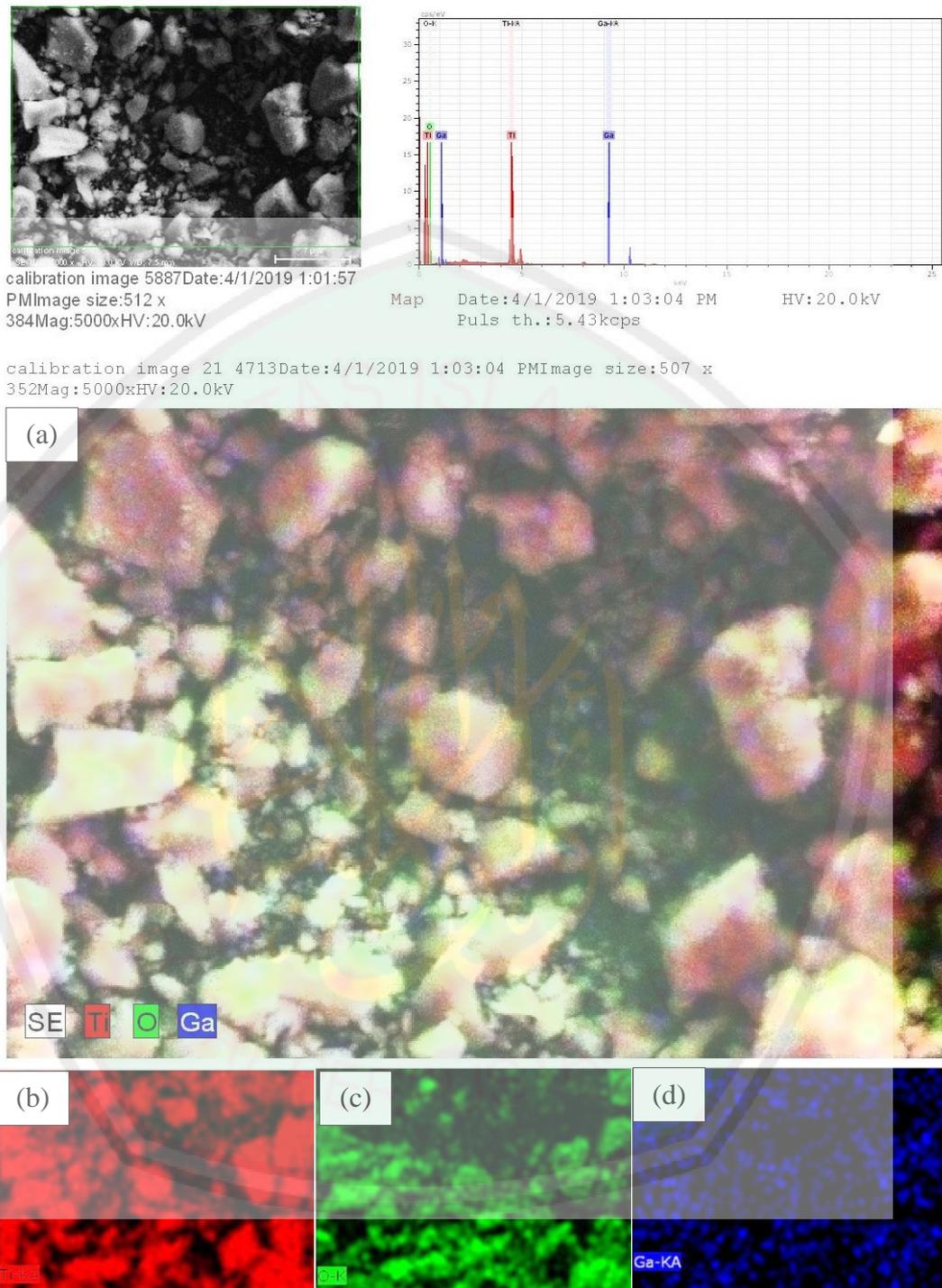
Gambar L.10.8 *Mapping* Distribusi (a) Semua Unsur, (b) Unsur Titanium (Ti), (c) Unsur Galium (Ga), dan (d) Unsur Oksigen (O) dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1% Pada Perbesaran 5.000x

#### 4. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5%



Gambar L.10.9 *Mapping* Distribusi (a) Semua Unsur, (b) Unsur Titanium (Ti), (c) Unsur Galium (Ga), dan (d) Unsur Oksigen (O) dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 1,5% Pada Perbesaran 5.000x

### 5. TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2%



Gambar L.10.10 *Mapping* Distribusi (a) Semua Unsur, (b) Unsur Titanium (Ti), (c) Unsur Galium (Ga), dan (d) Unsur Oksigen (O) dalam TiO<sub>2</sub> Mesopori-Ga 2% Pada Perbesaran 5.000x