

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SEMIKONDUKTOR TiO₂ DENGAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh :
MIZANUL UKHROWI RIZQIYA
NIM. 13630008



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SEMIKONDUKTOR TiO₂ DENGAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh :
MIZANUL UKHROWI RIZQIYA
NIM. 13630008

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 SEMIKONDUKTOR TiO₂ DENGAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

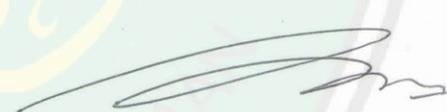
Oleh:
MIZANUL UKHROWI RIZQIYA
NIM. 13630008

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 18 Desember 2019

Pembimbing I


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

Pembimbing II


Dr. Akhyunul Jannah, S.Si, M.P
NIP. 19750410200501 2 009

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**




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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI SEMIKONDUKTOR TiO₂ DENGAN
VARIASI KONSENTRASI SURFAKTAN CTAB MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
MIZANUL UKHROWI RIZQIYA
NIM. 13630008

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 18 Desember 2019

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19821104 200901 2 007	
Ketua Penguji	: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc NIP. LB 68004	
Sekretaris Penguji	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	
Anggota Penguji	: Dr. Akhyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410200501 2 009	

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Mizanul Ukhrowi Rizqiya
NIM : 13630008
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Semikonduktor TiO₂ Dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Sonikasi

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

Yang membuat pernyataan
Malang, 18 Desember 2019



Mizanul Ukhrowi Rizqiya
NIM. 13630008

KATA PENGANTAR

Segala puja dan puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang kepada seluruh hamba-Nya, yang mana hanya dengan rahmat, taufik, hidayah, dan inayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan semaksimal mungkin, meskipun masih jauh dari kesempurnaan karena banyaknya kekurangan.

Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi junjungan, Nabi Muhammad SAW yang karena ajaran beliau kita dapat menuju jalan yang lurus, jalan yang diridhoi dan bukan jalan orang sesat yang dimurkai. Semoga Allah melimpahkan kepada beliau, rahmat yang sesuai dengan keutamaan sebagai pahala atas amal perbuatan beliau, serta kepada semua keluarga, sahabat, para pengikut dan juga pencintanya yang senantiasa meneruskan perjuangan sampai saat ini hingga akhir zaman.

Penulis menyadari keterbatasan pengetahuan yang penulis miliki, karena itu tanpa keterlibatan dan saran dari berbagai pihak, sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Maka dari itu dengan segenap kerendahan hati patutlah penulis ucapkan terimakasih kepada:

1. Kedua orang tua dan saudara-saudara yang selalu memberi motivasi. Perjuangan dan keikhlasan Bapak dan Ibu yang selalu membuat saya untuk maju dan berkarya.
2. Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam menyusun skripsi ini.
3. Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam menyusun skripsi ini.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu,

pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

6. Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis
7. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan arahan dan motivasi selama proses penyusunan skripsi ini selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu per satu.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Akhirnya atas segala kekurangan dari skripsi ini, sangat diharapkan saran dan kritik yang bersifat konstruktif dari semua pembaca demi sempurnanya skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat memberikan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 18 Desember 2019

Penulis

DAFTAR ISI

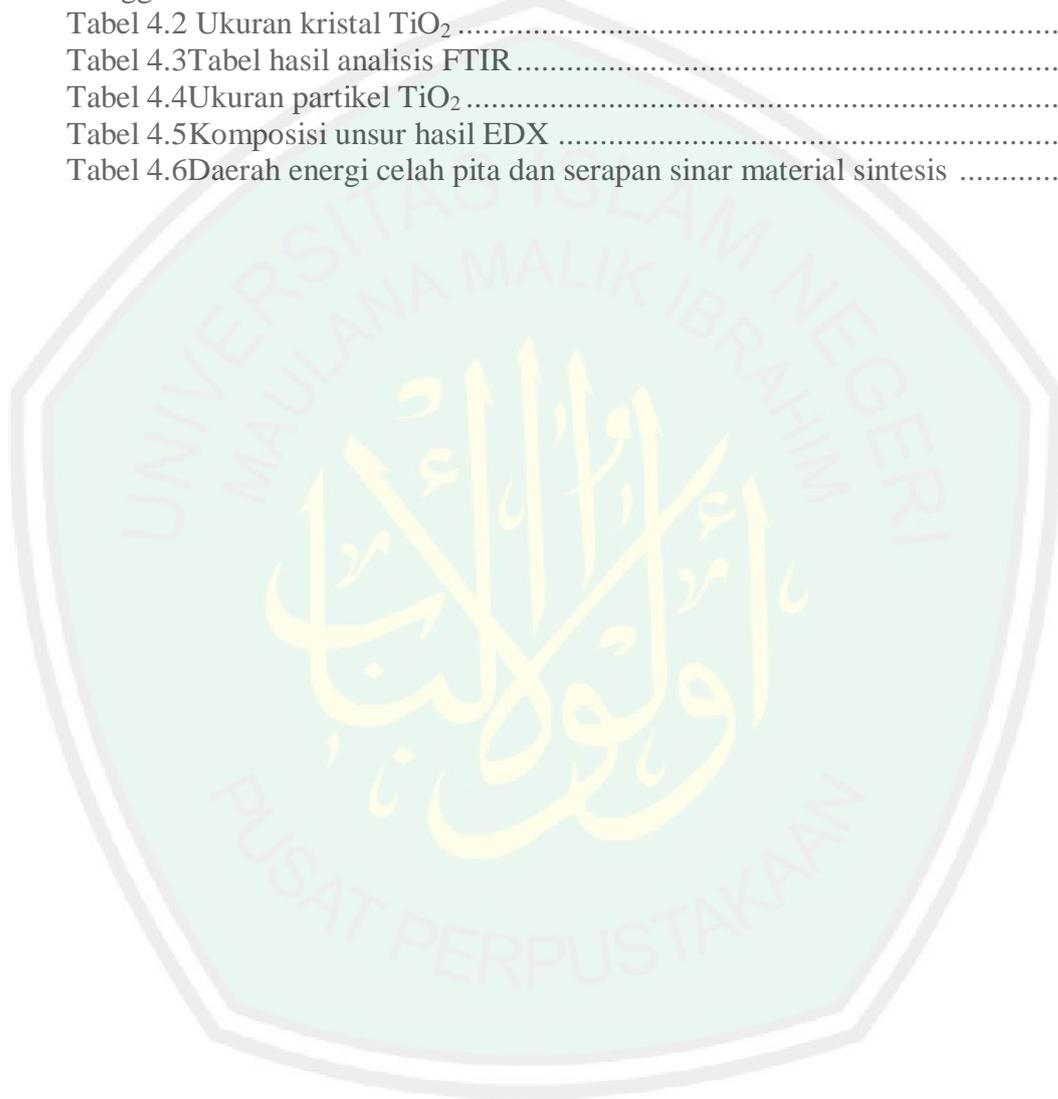
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABSTRACT	xiii
المخلص.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Karakter Material Semikonduktor TiO ₂	7
2.2 Energi Celah Pita TiO ₂	10
2.3 Pandangan Islam terhadap Manfaat TiO ₂	11
2.4 Pengaruh Surfaktan CTAB terhadap Struktur, Energi Celah Pita, dan Morfologi TiO ₂	12
2.5 Metode Sonikasi dalam Sintesis Material TiO ₂	17
BAB III METODELOGI.....	19
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	19
3.2 Alat dan Bahan	19
3.2.1 Alat	19
3.2.2 Bahan.....	19
3.3 Tahapan Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
3.4.1 Sintesis material TiO ₂ menggunakan metode sonikasi surfaktan CTAB	20
3.4.2 Karakterisasi menggunakan XRD.....	20
3.4.3 Karakterisasi menggunakan UV-DRS.....	21
3.4.4 Karakterisasi menggunakan SEM.....	22
3.4.5 Karakterisasi menggunakan FTIR.....	22
3.5 Analisis Data.....	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Sintesis Semikonduktor TiO ₂ dengan surfaktan CTAB menggunakan Metode Sonikasi	25

4.2 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik Struktur TiO ₂	26
4.3 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik TiO ₂ dengan FTIR	30
4.4 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik Morfologi Permukaan	31
4.5 Efek Surfaktan CTAB terhadap <i>Bandgap</i> TiO ₂	34
4.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam	37
BAB V PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	45



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida.....	10
Tabel 2.2 Sifat fisika dan kimia CTAB.....	13
Tabel 2.3 Energi celah pita, ukuran butir dan ketebalan TiO ₂ variasi surfaktan.....	17
Tabel 4.1 Parameter sel satuan TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO ₂ 0,15 mol CTAB ditentukan menggunakan metode <i>le Bail</i>	28
Tabel 4.2 Ukuran kristal TiO ₂	29
Tabel 4.3Tabel hasil analisis FTIR	31
Tabel 4.4Ukuran partikel TiO ₂	33
Tabel 4.5Komposisi unsur hasil EDX	34
Tabel 4.6Daerah energi celah pita dan serapan sinar material sintesis	36



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Perbedaan isolator, semikonduktor dan konduktor	7
Gambar 2.2 Struktur kristal TiO ₂ a) <i>Rutil</i> ; b) <i>Anatas</i>	9
Gambar 2.3 Pola difraksi TiO ₂ anatas.....	9
Gambar 2.4 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor.....	10
Gambar 2.5 Penempelan CTAB dengan Ti.....	14
Gambar 2.6 Hasil SEM a) TiO ₂ b) TiO ₂ -CTAB.....	15
Gambar 2.7 Hasil XRD a) TiO ₂ b) TiO ₂ -SDS c) TiO ₂ -CTAB.....	16
Gambar 2.8 Absorpsi UV TiO ₂ dengan variasi surfaktan.....	16
Gambar 2.9 Proses kavitasi.....	17
Gambar 4.1 TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol; dan TiO ₂ 0,15 mol CTAB.....	26
Gambar 4.2 Hasil difraktogram standar TiO ₂ anatas; TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO ₂ 0,15 mol CTAB.....	27
Gambar 4.3 Hasil spektra TiO ₂ Sigma Aldrich; TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO ₂ 0,15 mol CTAB.....	30
Gambar 4.4 Hasil SEM TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO ₂ 0,14 mol CTAB.....	31
Gambar 4.5 Histogram <i>Image-J</i> TiO ₂ non CTAB; TiO ₂ 0,05 mol CTAB; TiO ₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO ₂ 0,15 mol CTAB.....	32
Gambar 4.6 Spektra reflektansi(%) vs panjang gelombang.....	35
Gambar 4.7 Plot $(F(R).hv)^{1/2}$ vs energi foton	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan	45
Lampiran 2 Diagram Alir.....	47
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi XRD.....	48
Lampiran 4 Penentuan parameter kisi dengan perhitungan <i>le bail</i> menggunakan program <i>rietica</i>	50
Lampiran 5 Hasil perhitungan ukuran partikel dengan persamaan <i>debye-</i> <i>scherrer</i>	52
Lampiran 6 Tahapan analisis ukuran partikel dengan software <i>Image-j</i> metode otomatis.	53
Lampiran 7 Perhitungan panjang gelombang dari energi celah pita yang dihasilkan	57



ABSTRAK

Rizqiya, M. U. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi Semikonduktor TiO₂ dengan Variasi Konsentrasi Surfaktan CTAB Menggunakan Metode Sonikasi**. Pembimbing I : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Pembimbing II : Dr. Akhyunul Jannah, S.Si.,M.P. Konsultan : Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc

Kata kunci: Titanium Dioksida, Surfaktan CTAB, Sonikasi

Titanium dioksida (TiO₂) dengan surfaktan CTAB telah disintesis menggunakan metode sonikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengetahui perbedaan karakter struktur, gugus fungsi, serapan sinar serta *band gap* dan morfologi partikel dari semikonduktor TiO₂ CTAB.

TiO₂-CTAB disintesis menggunakan metode sintesis sonikasi dengan frekuensi 42 kHz, 100 W tipe *cleaning bath ultrasonic*. Komposisi CTAB yang digunakan sebesar 0 mol; 0,05 mol; 0,1 mol; dan 0,15 mol. Material yang dihasilkan dipelajari karakter struktur, gugus fungsi dan serapan sinarnya menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), Spektroskopi Inframerah (IR) dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) dan morfologi permukaan (SEM-EDX).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan signifikan dari hasil XRD semua sampel. Hasil FTIR juga menunjukkan adanya ikatan Ti-O pada semua sampel. Selain itu, hasil SEM menunjukkan bahwa TiO₂ tanpa CTAB memiliki morfologi dan ukuran partikel yang paling kecil. Akan tetapi, TiO₂-CTAB 0,05 mol memiliki nilai reflektansi paling rendah dan memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV yang baik digunakan pada proses fotokatalis.

ABSTRACT

Rizqiya, M. U. 2019. **Synthesis and Characterization of TiO₂ Semiconductors with Variations in The Concentration of CTAB Surfactants Using the Sonication Method**. Advisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Advisor II: Dr. Akhyunul Jannah, S.Sc, M.P. Consultant: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc

Keywords: Titanium Dioxide, CTAB Surfactant, Sonication

Titanium dioxide (TiO₂) with CTAB surfactant has been synthesized using sonication method. The purpose of this research is to synthesize and to know the differences in the character of the structure, functional groups, light absorption and band gap and particle morphology of TiO₂ CTAB semiconductors.

TiO₂-CTAB was synthesized using sonication synthesis method with a frequency of 42 kHz, 100 W ultrasonic cleaning bath type. The composition of CTAB used is 0 mol; 0.05 mol; 0.1 mole; and 0.15 mol. The material produced was studied the character of the structure, functional groups and its light absorption using X-Ray Diffraction (XRD), Infrared Spectroscopy (IR) and Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) and surface morphology (SEM-EDX).

The results showed that there were no significant differences in the XRD results of all samples. FTIR results also showed the presence of Ti-O bonds in all samples. In addition, SEM results show that TiO₂ without CTAB has the smallest morphology and particle size. However, TiO₂-CTAB 0.05 mol has the lowest reflectance value and has a band gap energy of 3.0 eV which is good for the photocatalyst process.

المخلص

رزقيا، م. و. ٢٠١٩ .. حضير وتوصيف أشباه الموصلات TiO_2 معا اختلافات في تركيز السطحي CTAB باستخدام طريقة Sonication. المستشار الأول: لولواتول حميداتو أوليا ، ماجستير: د. أكهيونول جانا ، ماجستير العلوم ، ماجستير العلوم الاستشاري: فيبي يوسنيانتي، ماجستير، ماجستير

الكلمات الرئيسية: ثاني أكسيد التيتانيوم ، CTAB السطحي ، Sonication

تم تصنيع ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) مع CTAB الفاعل بالسطح باستخدام طريقة صوتية. إضافة CTAB السطحي هو محاولة لتقليل حجم الجسيمات. تهدف هذه الدراسة إلى تجميع وتحديد طبيعة التركيب والمجموعات الوظيفية وامتصاص الضوء وفجوة الفرقة ومورفولوجيا الجسيمات لأشباه الموصلات TiO_2 CTAB.

تم تصنيع TiO_2 -CTAB باستخدام طريقة توليف الصوتية بتردد ٤٠ كيلو هرتز و ١٠٠ واط نوع حمام التنظيف بالموجات فوق الصوتية. تكوين CTAB المستخدمة هي ٠.٠٥ مول ؛ ٠,١ الخلد. و ٠,١٥ مول. تمت دراسة المادة المنتجة على طبيعة التركيب والمجموعات الوظيفية وامتصاصها للضوء باستخدام الأشعة السينية الاختلافات (XRD) ، الأشعة تحت الحمراء الطيفي (IR) والطيف الانعكاسي المنتشر (DRS) ومورفولوجيا السطح (SEM-EDX).

وأظهرت النتائج أن TiO_2 -CTAB 0.05 مول لديه أدنى قيمة للانعكاس وله طاقة فجوة شريطية ٣,٠ فولت. ومع ذلك ، تظهر نتائج SEM أن TiO_2 بدون CTAB لديه أصغر حجم التشكل والجسيمات.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri tekstil saat ini mengalami kenaikan yang cukup pesat baik di Indonesia maupun di negara-negara lainnya. Berkembangnya industri tekstil tentu dapat memberikan banyak dampak positif bagi masyarakat namun juga menimbulkan dampak negatif lewat limbah produksi yang dihasilkan. Menurut data Badan Pusat Statistik (BPS), pertumbuhan industri tekstil di Indonesia terus meningkat sekitar 2,8 % tiap tahunnya dimana 14 % industri tekstil nasional terkonsentrasi di Jawa Tengah. Salah satu sumber pencemar air sungai di Indonesia adalah limbah cair zat warna metilen biru yang banyak digunakan sebagai bahan pewarna pada industri tekstil (Mohammed, dkk., 2014)

Sesungguhnya Allah SWT dalam firman-Nya telah menjelaskan bahwa terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah SWT pada setiap ciptaan-Nya dan bagi orang-orang yang berpikir sehingga manusia senantiasa bersyukur kepada-Nya. Seperti yang dijelaskan dalam Q.S al-Imran (3): (190-191).

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَبْصَارِ (١٩٠)
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ
 رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا ۖ سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya:

190. “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.

191. “(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka.”

Kata الأَبَّابِ الأَوَّلِيَّ (orang-orang yang berakal) mempunyai arti orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, dan mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah SWT serta senantiasa mengingat Allah SWT dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring (Shihab, 2002). Upaya manusia dalam memikirkan ciptaan-Nya adalah mengenai potensi cahaya matahari sehingga dapat dimanfaatkan dalam proses degradasi limbah. Salah satu limbah yang dihasilkan industri adalah zat warna organik.

Telah banyak penelitian yang dilakukan untuk menghilangkan zat warna dan senyawa organik yang ada di dalam limbah cair seperti presipitasi, filtrasi, koagulasi, elektrokoagulasi, dan adsorpsi dengan karbon aktif. Namun metode tersebut masih dianggap kurang efektif karena tidak dapat mendestruksi tetapi hanya mampu mentransfer kontaminan dari satu fasa ke fasa lain (Modirshahla, dkk., 2011), sehingga diperlukan suatu metode yang lebih efektif agar dapat mengatasi limbah zat warna organik yaitu metode fotokatalis.

Penggunaan fotokatalis dianggap sebagai metode yang efisien untuk memisahkan senyawa polutan, dekomposisi air dan udara serta degradasi polutan organik. Hal ini karena fotokatalis mempunyai beberapa kelebihan, diantaranya: mempunyai sifat reduksi oksidasi yang kuat, dan tidak larut dalam air (Aliah dkk., 2015). Salah satu senyawa yang dapat digunakan sebagai material fotokatalis adalah TiO_2 . Titanium dioksida atau *titania* (TiO_2) merupakan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebar (3,2 eV-3,8 eV) sehingga hanya memiliki efisiensi fotokatalitik sebesar 5% dari energi matahari (Effendi

dan Bilalodin, 2012). Fotokatalis titanium (IV) oksida sering digunakan karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan semikonduktor lainnya.

Keunggulan titanium (IV) oksida antara lain, memiliki kestabilan kimia yang tinggi (stabilitas kimia dari titanium (IV) oksida hanya di tempat gelap, dan akan aktif jika dikenai sinar UV), murah, dan tidak beracun (Hashimoto dkk., 2007). Meskipun demikian, untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik TiO_2 diperlukan adanya suatu modifikasi permukaan pada material TiO_2 , salah satunya yaitu dengan menambahkan surfaktan. Penambahan surfaktan pada sintesis TiO_2 dapat menurunkan ukuran partikel sehingga luas permukaan menjadi semakin besar.

Surfaktan merupakan senyawa aktif, bersifat menurunkan tegangan permukaan (*surface active agent*), tegangan antarmuka, meningkatkan kestabilan partikel yang terdispersi dan mengontrol jenis formasi emulsi dan mempunyai struktur bipolar (Kurniawan dkk., 2013). Surfaktan juga dapat berfungsi sebagai pereduksi ukuran partikel dan pencetak pori (Fahyuan dkk., 2012). Salah satu jenis surfaktan yang bisa digunakan adalah *cetyl trimethylammonium Bromide* (CTAB). Xu dkk., (2011) melaporkan bahwa surfaktan menempel pada permukaan partikel sebagai pelindung lapisannya untuk mencegah terjadinya tabrakan dan penggabungan dari partikel. Oleh karena itu, CTAB berperan penting dalam mengatur dan membatasi ukuran partikel TiO_2 . Fahyuan dkk., (2012) melaporkan bahwa CTAB dapat memberikan efek *pressure* atau tekanan untuk memadatkan kristal lebih tinggi. Surfaktan CTAB juga dapat menurunkan konsentrasi TiO_2 fase rutil sehingga TiO_2 fase anatase yang dihasilkan semakin besar.

Proses sintesis material TiO₂ memiliki beberapa metode. Sharmiladevi, dkk., (2014) mensintesis TiO₂ menggunakan metode Sol-Gel dan didapat hasil XRD yang mengindikasikan bahwa material terbentuk pada fasa anatas. Sedangkan menurut Vijayalaxmi dan Rajendran (2012) melaporkan bahwa TiO₂ yang disintesis menggunakan metode sol-gel memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dan ukuran kristalnya lebih kecil yaitu 7 nm dibandingkan metode hidrotermal yang memiliki ukuran Kristal sebesar 17 nm.

Proses sintesis TiO₂ dengan penambahan CTAB yang sering digunakan adalah sol-gel dan hidrothermal. Xu dkk., (2011) mensintesis TiO₂ dengan penambahan CTAB menggunakan metode *Sol-Hydrothermal* menghasilkan ukuran kristal sebesar 10 nm. Zhong dkk., (2013) melakukan penelitian menggunakan metode sol-gel melaporkan bahwa aktifitas fotokatalik material TiO₂ dengan CTAB lebih besar tiga kali lipat dibandingkan dengan material TiO₂ tanpa CTAB. Pada penelitian Abdel-Azim dkk., (2013) menggunakan metode sol-gel dijelaskan bahwa TiO₂ tanpa CTAB menghasilkan fasa kristal anatas sebesar 54,63 % dan hanya memiliki aktifitas fotokatalitik sebesar 37 %. Sedangkan TiO₂ yang ditambahkan dengan CTAB menghasilkan fasa kristal anatas sebesar 100 % dan memiliki aktifitas sebesar 97 % yang mana persentase tersebut merupakan hasil yang paling efektif daripada surfaktan jenis lain seperti (*sodium dodecylbenzenesulfonate*) DBS dan (*nonylphenol ethoxylate*) NPE.

Selain sol-gel dan hidrotermal, masih banyak metode yang dapat digunakan dalam mensintesis TiO₂, salah satunya yaitu metode sonikasi. Menurut (Timuda, 2010), metode ini sangat mudah dilakukan karena memanfaatkan getaran *ultrasonic bath* dengan frekuensi 20 kHz. Waluyo, dkk., (2013)

melaporkan penggunaan gelombang ultrasonik merupakan metode yang sangat baik untuk membantu menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan waktu reaksi yang lebih singkat. Sedangkan Wibowo dan Sutanto (2013) juga melaporkan bahwa fotokatalis TiO_2 menggunakan metode sonikasi dapat mendegradasi senyawa *methylene blue* sebesar 97,46 %.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO_2 menggunakan TTIP (Titanium tetraisopropoxide) sebagai prekursor dengan variasi konsentrasi penambahan surfaktan CTAB sebesar 0 mol ; 0,05 mol ; 0,1 mol dan 0,15 mol menggunakan metode sonikasi.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas, maka permasalahan yang dapat diambil yaitu bagaimana perbedaan karakteristik material TiO_2 anatas dengan penambahan dan variasi konsentrasi surfaktan CTAB yang disintesis menggunakan metode Sonikasi ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan karakteristik material TiO_2 anatas dengan penambahan dan variasi konsentrasi surfaktan CTAB yang disintesis menggunakan metode Sonikasi.

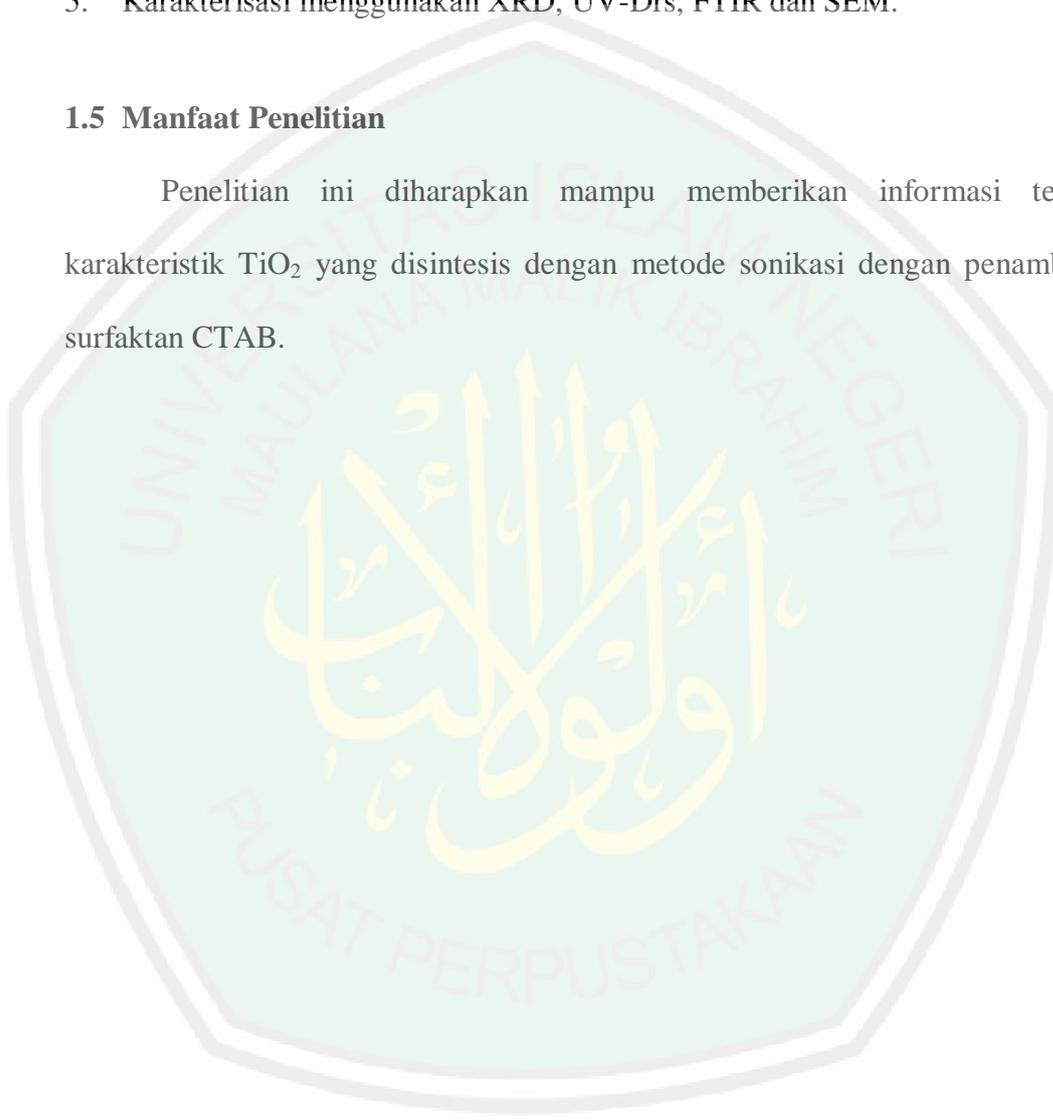
1.4 Batasan Masalah

1. Perubahan karakteristik TiO_2 dipelajari terhadap struktur, energi celah pita (band gap energi), modus vibrasi, dan morfologi permukaan.
2. Prekursor yang digunakan adalah *titanium tetraisopropoxide* (TTIP).

3. Surfaktan yang digunakan adalah CTAB dengan variasi konsentrasi sebesar 0 mol; 0,05 mol; 0,1 mol dan 0,15 mol.
4. Sintesis dilakukan menggunakan metode sonikasi *low intensity* pada 42 kHz selama 1 jam
5. Karakterisasi menggunakan XRD, UV-Drs, FTIR dan SEM.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi tentang karakteristik TiO₂ yang disintesis dengan metode sonikasi dengan penambahan surfaktan CTAB.

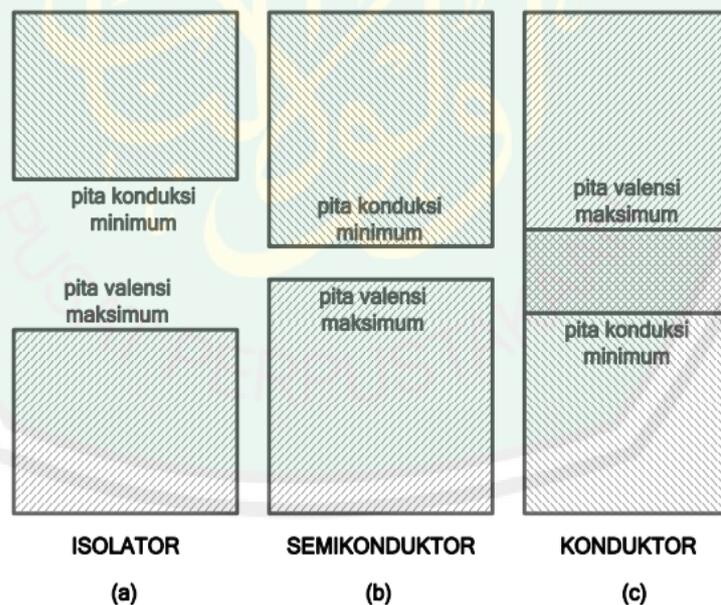


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakter Material Semikonduktor TiO_2

Semikonduktor adalah material yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi (Palupi, 2006). Semikonduktor senyawa dapat berupa dari dua macam unsur dengan jumlah elektron valensi keduanya adalah delapan dengan geometri tetrahedral. Semikonduktor intrinsik senyawa biasanya dibuat dari unsur golongan 13 (IIIA) dengan unsur golongan 15 (VA) atau unsur golongan 12 (IIB) dengan unsur golongan 16 (IVA) dengan perbandingan atom yang sama, misalnya ($\text{GaAs} = 3+5=8$), ($\text{CdS} = 2+6=8$). Bilangan koordinasi masing-masing atom pada ZnS dan CdS adalah empat dan geometri di sekitar atom-atomnya adalah tetrahedral (Effendy, 2010).



Gambar 2.1 Perbedaan isolator, semikonduktor dan konduktor (Dana, 2014)

Semikonduktor merupakan bahan yang memiliki energi celah pita antara 0,5-5,0 eV (Sasti., 2011). Perbedaan isolator, semikonduktor, dan konduktor

terletak pada energi gap (E_g). Energi gap (E_g) menunjukkan selang energi antara pita konduksi minimum dan pita valensi maksimum. Gambar (a) pada Gambar 2.1 menunjukkan bahwa gap antara pita konduksi minimum dan pita valensi maksimum pada isolator sangat besar. Pada keadaan ini, pita konduksi isolator kosong, tidak terisi elektron, sehingga konduktivitasnya sangat rendah. Gambar (b) menunjukkan struktur pita energi semikonduktor. Lebar pita relatif kecil $E_g = 1$ eV. Pada saat suhu naik, elektron pada pita valensi dapat berpindah ke pita konduksi. Karena ada elektron pada pita konduksi, maka bahan ini bersifat sedikit konduktif, sehingga disebut semikonduktor. Gambar (c) menunjukkan struktur pita energi konduktor. Pita konduksi konduktor terisi sebagian oleh elektron (Dana, 2014).

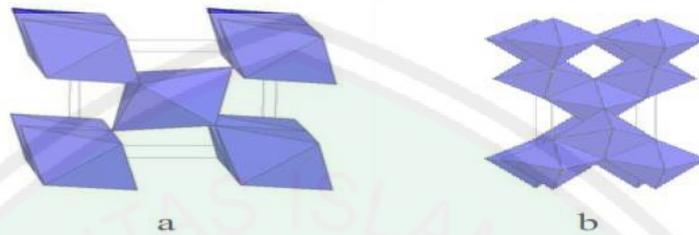
Menurut Richardson (1989), semikonduktor akan berfungsi sebagai katalis jika dikenai dengan foton yang memiliki energi setara atau lebih dari energi celah pita semikonduktor yang berkaitan. Induksi oleh foton menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi) yang menyebabkan terbentuknya pasangan elektron dan *hole* yang dipisahkan menjadi fotoelektron bebas pada pita konduksi dan fotohole pada pita valensi. Hal tersebut ditunjukkan pada persamaan 2.1



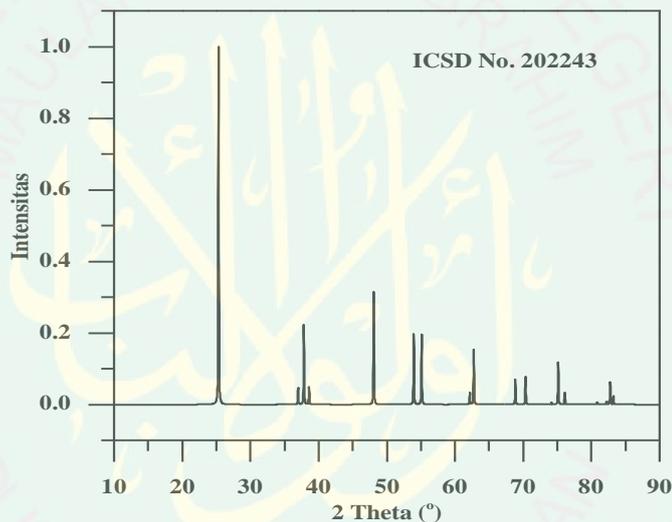
Persamaan 2.1 Semionduktor dikenai cahaya

TiO₂ merupakan senyawa yang tersusun atas Ti (IV) dan molekul Oksigen dalam konfigurasi oktahedron. Oksida TiO₂ merupakan padatan berwarna putih dengan berat molekul 79,90 dengan titik lebur 1885°C. Senyawa ini tidak larut dalam air, asam klorida dan asam nitrat, tetapi larut dalam asam sulfat pekat

(Cotton dkk., 1999). TiO_2 mempunyai tiga jenis bentuk kristal diantaranya rutil (tetragonal), anatas (tetragonal), brokit (ortorombik). Struktur tetragonal anatas dan rutil diperlihatkan pada Gambar 2.2 dengan karakteristik struktur ditampilkan pada Tabel 2.1 dan karakteristik puncak XRD ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Struktur kristal TiO_2 a) Rutil; b) Anatas (Gates dkk., 1991)



Gambar 2.3 Pola difraksi TiO_2 anatas (ICSD No. 202243)

TiO_2 kebanyakan berada dalam bentuk rutil dan anatas yang keduanya mempunyai struktur tetragonal. Secara termodinamik kristal anatas lebih stabil dibandingkan rutil. Selain itu, kristal anatas mempunyai peran penting dalam aktivitas fotokatalitik di alam sedangkan brokit sulit diamati karena tidak stabil (Fujishima, 2005). Fotokatalis TiO_2 anatas merupakan semikonduktor yang memiliki berbagai keunggulan yaitu antara lain, memiliki kestabilan yang tinggi ketika terekspos senyawa asam atau basa, tidak beracun, harga yang relatif murah,

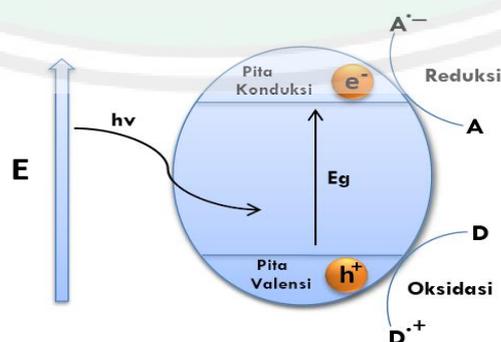
oksidator yang baik (Castellote, dkk., 2011), ketahanan terhadap korosi, dan ketersediaan yang melimpah di alam (Radecka, dkk., 2008).

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida (Cromer and Herrington, 1955; Baur, 1961; Mo and Ching, 1995)

Sifat	Rutil	Anatas
Struktur Kristal	Tetragonal	Tetragonal
Tetapan geometris (Å)	$a=b = 4,5936$ $c = 2,9587$	$a=b = 3,784$ $c = 9,515$
Jarak antar grup	P42/mnm	I41/amd
Molekul	2	2
Volume/molekul (Å ³)	312,160	34,061
Berat jenis (gcm ⁻³)	4,13	3,79
Panjang ikatan Ti-O (Å)	1,949 -1,980	1,937- 1,965
Sudut ikatan O-Ti-O	81,2°-90,0°	77,7°-92,6°

2.2 Energi Celah Pita TiO₂

Energi celah pita (*band gap*) adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Ketika suatu semikonduktor dikenai energi yang sesuai dengan energi celah pita, maka elektron akan tereksitasi ke pita konduksi sehingga meninggalkan muatan positif yang disebut *hole*. *Hole* yang dominan sebagai pembawa disebut semikonduktor tipe-p, sedangkan elektron yang dominan sebagai pembawa disebut semikonduktor tipe-n (Zsolt, 2011). Susunan energi celah pita suatu semikonduktor ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, dan lisi.,2002).

Menurut Gunlazuardi (2001), TiO_2 mempunyai energi celah pita 3,2 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa h^+ pada permukaan TiO_2 merupakan spesi oksidator kuat yang akan mengoksidasi spesi kimia lain yang memiliki potensial redoks lebih kecil. Anatas merupakan tipe dari TiO_2 yang paling aktif dibandingkan dengan brokit dan rutil. Hal ini dikarenakan band gap dari anatase sebesar 3,2 eV (lebih dekat ke sinar UV, dengan panjang gelombang maksimum 388 nm), sedangkan rutil 3,0 eV (lebih dekat ke sinar tampak, panjang gelombang maksimum 413 nm). Perbedaan ini membuat letak *conduction band* (CB : tingkat energi hasil hibridisasi yang berasal dari kulit 3d titanium) dari anatase lebih tinggi daripada rutil, sedangkan *valence band* (VB : tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p oksigen) anatase dan rutil sama yang membuat anatase mampu mereduksi oksigen molekular menjadi superoksida serta mereduksi air menjadi hidrogen (Linsebigler, dkk., 1995). Semakin kecil band gap, semakin mudah pula fotokatalis menangkap foton dengan tingkat energi yang lebih kecil namun kemungkinan terbentuknya rekombinasi elektron dan hole menjadi semakin besar.

2.3 Pandangan Islam terhadap Manfaat TiO_2

Sintesis TiO_2 dilakukan karena senyawa titanium dioksida memiliki banyak manfaat. Penggunaan senyawa TiO_2 ini berkaitan dengan firman-Nya dalam Q.S Shad ayat 27 yang berbunyi :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا
مِنَ النَّارِ (٢٧)

Artinya :

Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.

Menurut tafsir Al-Qur'an Hidayatul Insan yang disusun oleh Marwan bin Musa, dijelaskan bahwa Allah SWT memberitahukan tentang sempurnanya hikmah (kebijaksanaan)-Nya dalam menciptakan langit dan bumi, dan bahwa Dia tidaklah menciptakan keduanya sia-sia (tanpa hikmah, faedah dan maslahat). Mereka beranggapan dengan anggapan yang tidak layak dengan kebesaran Allah SWT. Yakni biarlah neraka yang mengambil hak yang mereka abaikan itu. Allah SWT menciptakan langit dan bumi dengan kebenaran dan untuk kebenaran, Dia menciptakan keduanya (langit dan bumi) untuk memberitahukan kepada hamba sempurnanya ilmu-Nya, kemampuan-Nya, luasnya kekuasaan-Nya, dan bahwa Begitu pula dengan senyawa TiO_2 yang diciptakan dengan penuh kebenaran dan banyak manfaat didalamnya.

2.4 Pengaruh Surfaktan CTAB terhadap Struktur, Energi Celah Pita, dan Morfologi TiO_2

Surfactant berasal dari kata *surface active agent* (permukaan agen aktif). Surfaktan sangat banyak digunakan karena kemampuannya dalam mempengaruhi sifat permukaan (*surface*) dan antar muka (*interface*). *Interface* adalah bagian atau lapisan tempat dua fasa yang tidak sama saling bertemu/kontak (perkins, 1998). Surfaktan mempunyai gugus hidrofobik (*hydrophobic/lyophobic*) dan hidrofilik (*hydrophilic/lyophilic*). Bagian “kepala” mengacu pada pelarut dari hidrofilik, dan bagian “ekor” mengacu pada grup hidrofobik. Kehadiran gugus hifrofobik dan hidrofilik yang berada dalam satu molekul, menyebabkan surfaktan cenderung berada pada antar muka antara fasa yang berbeda derajat polaritas dan ikatan hidrogennya seperti minyak/air atau udara/air. Pembentukan film antar muka ini

mampu menurunkan energi antar muka dan menyebabkan sifat-sifat khas pada molekul surfaktan (Georgiou dkk., 1992 dalam Hambali, 2008).

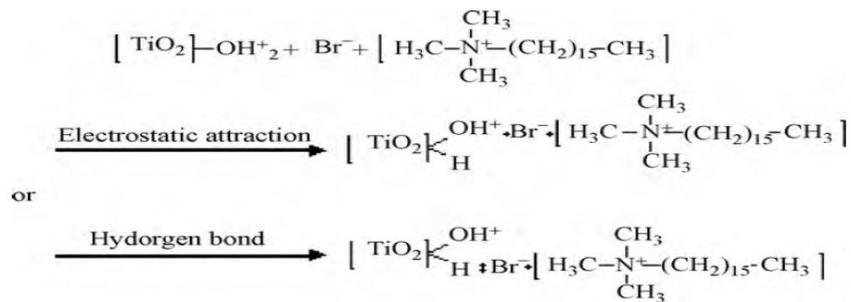
Setrimonium Bromida /Cetyl trimethylammonium bromide (CTAB) merupakan surfaktan kationik dengan rumus molekul $C_{19}H_{42}BrN$, dengan berat molekul 364,45 g/mol. Berbentuk serbuk putih, titik lebur 237-243°C. Sebagai surfaktan, CTAB banyak digunakan sebagai buffer larutan untuk mengekstraksi DNA dan sebagai pemodifikasi permukaan dalam pembuatan komposit *clay*.

Dalam CTAB terjadi emulsi yaitu campuran dua larutan yang tidak saling larut, sehingga larutan yang satu dapat terdispersi ke larutan yang lainnya dan stabil terus menerus. Emulsi mempunyai sifat transparan, isotropik, dan stabil secara termodinamik dalam media cair. Surfaktan biasanya merupakan senyawa organik yang bersifat *amphiphilic*, artinya mempunyai dua gugus, yang bersifat *hydrophobic* atau tak suka air dan yang satunya bersifat *hydrophilic* atau suka air (Wardiyati,S., dkk., 2007). Berikut sifat dari surfaktan CTAB ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sifat kimia dan fisika CTAB

Sifat Fisika dan Kimia	
Kelarutan di dalam air	0,192 g/L (20°C)
Titik Leleh	250-256°C
Massa Molar	364,45 g/mol
<i>Bulk Density</i>	390 Kg/m ³
Angka Ph	5-7 (50 g/L, H ₂ O, 20°C)

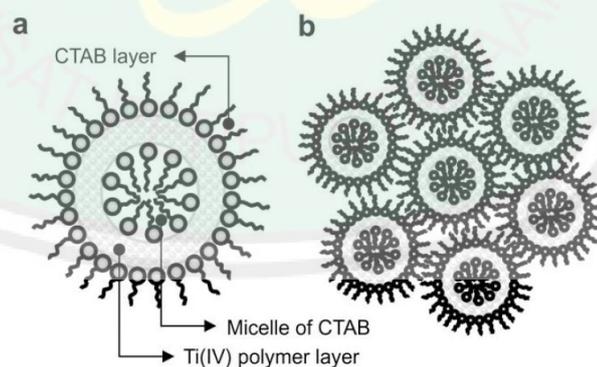
Sintesis TiO₂ anatas menggunakan CTAB terdapat dua kemungkinan reaksi yang terjadi yaitu reaksi menggunakan gaya elektrostatik dan ikatan hidrogen. Mekanisme reaksi ditunjukkan pada persamaan 2.2.



Persamaan 2.2 Mekanisme reaksi TiO_2 dengan CTAB (Qu dkk., 2010)

Seperti yang ditunjukkan persamaan 2.2, pada kondisi asam nanokristal TiO_2 bermuatan positif sehingga dapat dengan mudah berikatan dengan Br^- melalui gaya elektrostatis atau secara ikatan hidrogen. Kemudian Br^- tersebut dikelilingi oleh bagian kepala yang bermuatan positif dari CTAB yaitu $\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+$. Karena efek elektrostatis itulah konsekuensi yang didapat ialah adanya pembatasan dalam penambahan CTAB ke TiO_2 dalam jumlah tertentu (Qu dkk., 2010).

Sedangkan proses penempelan surfaktan CTAB pada molekul Ti ditunjukkan pada Gambar 2.5.

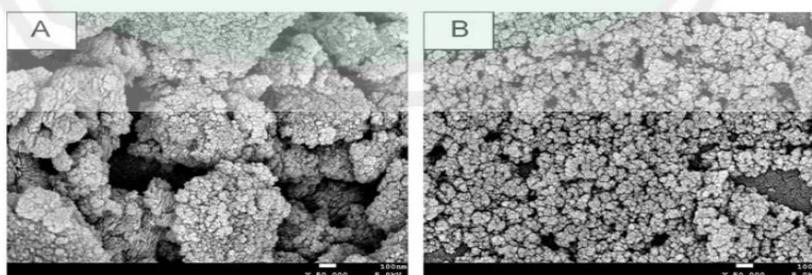


Gambar 2.5. Penempelan CTAB dengan Ti (Lee dkk., 2008)

Proses penempelan ini diawali ketika atom hidrogen dari gugus OH dapat mengalami pertukaran dengan gugus kepala atau kation dari CTAB yang

menyebabkan polimer Ti(IV) berada pada bagian luar gugus kepala dari CTAB pada konsentrasi CTAB 1 mM, yang menghasilkan komposit spherical yang terdiri dari misel dan lapisan peripheral dari polimer Ti(IV). Proses presipitasi larutan yang mengandung 7 mM CTAB, permukaan dari komposit spherical terbentuk pada proses hidrolisis yang selanjutnya dapat menyerang gugus kationik dari CTAB, serta memproduksi spesies yang mirip secara terbalik yang keduanya terdiri dari misel dan polimer Ti(IV). Sistemik tersebut ditunjukkan pada Gambar bagian 2.5 a. Selanjutnya, ekor dari satu spesies tersebut akan berkombinasi dengan spesies lain yang sama dan akan membentuk agregasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 b ((Lee dkk., 2008).

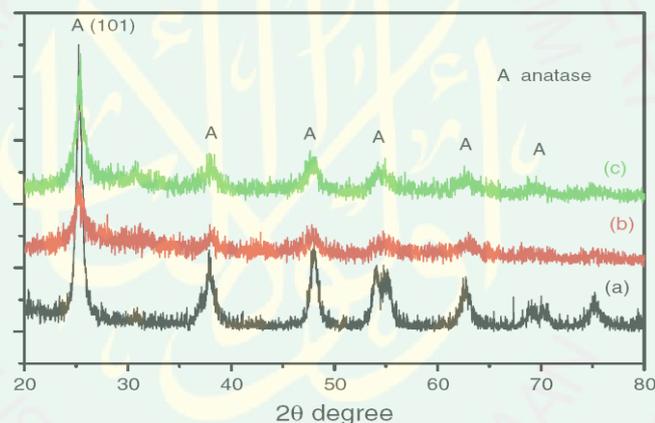
Elsanousi dkk., (2009) melaporkan bahwa ukuran rata-rata partikel TiO₂-CTAB yaitu 13 nm dimana hasil tersebut lebih kecil daripada menggunakan surfaktan *polyvinylprolidone* (PVP) atau tanpa surfaktan. Zhong, dkk. (2013) melaporkan bahwa hasil SEM menunjukkan perbedaan yang sangat jelas seperti pada Gambar 2.6. Pada TiO₂-CTAB jumlah pori sangat berlimpah karena CTAB dapat menurunkan tegangan permukaan dari larutan dan membuat perkusor dari TiO₂ sangat dispersif sehingga viskositas dari koloid menjadi lebih besar.



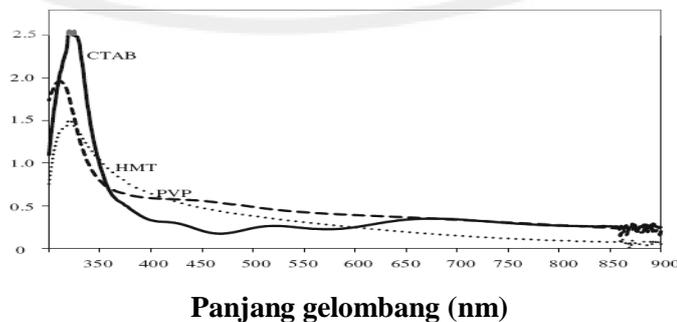
Gambar 2.6 Hasil SEM a) TiO₂ b) TiO₂-CTAB (Zhong dkk., 2013)

Selain hasil SEM, hasil karakterisasi XRD hasil penelitian (Rashad dan Shalan, 2013) tidak memiliki perbedaan yang cukup signifikan. Gambar 2.7 menunjukkan bahwa puncak difraksi yang ada merupakan indikasi dari material TiO_2 anatase sesuai dengan JCPDS# 04-0477. Elsanousi dkk., (2009) dan Ahmed, dkk. (2014) melaporkan bahwa TiO_2 -CTAB yang terbentuk memiliki fasa kristal anatase sebesar 100%.

Rahman dkk., (2011) melakukan sintesis TiO_2 menggunakan variasi surfaktan yaitu *cetyltrimethylammonium bromide* (CTAB), *hexamethylene tetramine* (HMT) dan *polyvinylpyrrolidone* (PVP). Hasil absorpsi UV-Vis dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.7 Hasil XRD a) TiO_2 b) TiO_2 -SDS c) TiO_2 -CTAB (Rashad dan Shalan 2013)



Gambar 2.8 Absorpsi UV TiO_2 dengan variasi surfaktan (Rahman dkk., 2012)

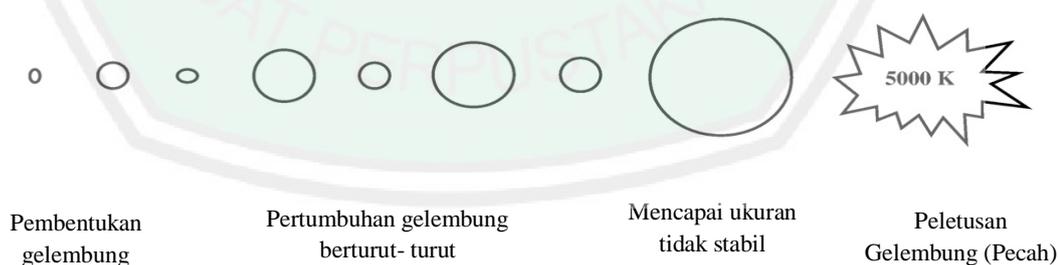
Surfaktan CTAB memberikan hasil energi celah pita sebesar 3.2 ev (Rahman dkk., 2012). Maka dapat disimpulkan bahwa penambahan CTAB tidak memberikan efek yang berarti terhadap energi celah pita yang dimiliki oleh material TiO_2 . Data tentang energi celah pita, ukuran butir dan ketebalan dari TiO_2 menggunakan variasi surfaktan dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Energi celah pita, ukuran butir dan ketebalan TiO_2 variasi surfaktan (Rahman dkk., 2012)

Sampel TiO_2	Energi celah pita (ev)	Ukuran butir (nm)	Ketebalan (nm)
HMT	3,05	25	237
CTAB	3,2	10	236
PVP	3,21	30	196

2.5 Metode Sonikasi dalam Sintesis Material TiO_2

Sonikasi merupakan proses kimia menggunakan teknologi suara dengan frekuensi 20 kHz - 10MHz. Suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair memiliki kemampuan menciptakan gelembung di dalam medium tersebut secara terus-menerus yang kemudian dengan cepat terjadi *implosion* atau biasa disebut dengan proses kavitasi. Ilustrasi proses kavitasi ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Proses kavitasi (Chowdhury dan Viraraghavan, 2009)

Proses kavitasi terjadi ketika gelombang ultrasonik dengan intensitas tinggi merambat di dalam cairan maka akan terjadi pergerakan cairan serta peristiwa

kavitasi (pembentukan, penumbuhan dan peletusan gelembung) sehingga pada waktu yang sangat singkat terjadi kenaikan temperature hingga ribuan derajat Celsius dan tekanan hingga ribuan atmosfer. Kejadian ini mengakibatkan tumbuan antar partikel yang dapat mengakibatkan perubahan morfologi permukaan, komposisi dan reaktifitas, dan gelembung yang terbentuk akan meletus (Waluyo dkk., 2013) sehingga dapat dihasilkan material fotokatalis dengan luas permukaan tinggi.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2017-Mei 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik UIN Maliki Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: neraca analitik, spatula, oven, gelas ukur 50 ml, Erlenmeyer 100 ml, gelas arloji, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), X-Ray *Diffraction* bubuk (XRD, Philip E'xpert Pro), Spektrofotometer UV-Vis diffuse reflectance, FTIR dan Scanning Elektron Mikroskopi (SEM).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium tetraisopropoxide (TTIP), isopropanol, asam asetat, *cetyl trimethylammonium Bromide* (CTAB), dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

1. Sintesis material TiO_2 menggunakan metode sonikasi dengan surfaktan CTAB
2. Karakterisasi menggunakan XRD
3. Karakterisasi menggunakan UV-DRS
4. Karakterisasi menggunakan SEM
5. Karakterisasi menggunakan FTIR
6. Analisis data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis material TiO_2 menggunakan metode sonikasisurfaktan CTAB

Sintesis material TiO_2 menggunakan metode sonikasi dilakukan dengan cara mencampurkan secara stoikiometrik dengan rasio mol dari CTAB/TTIP/isopropanol/asam asetat adalah R:4:45:6 dimana R merupakan konsentrasi surfaktan adalah 0 mol ; 0,05 mol; 0,1 mol dan 0,15 mol pada pH 3-4. Pertama dimasukkan TTiP 10 mL ke dalam erlemeyer yang berisi 15 mL pelarut isopropanol (larutan 1). Kemudian dimasukkan CTAB dengan variasi konsentrasi ke dalam 14.24 mL pelarut isopropanol (larutan 2). Selanjutnya disonikasi pada frekuensi 42 kHz kedua larutan selama 15 menit. Kemudian dicampur larutan 1 dan 2 dan disonikasi kembali selama 15 menit. Setelah itu, ditambahkan asam asetat sebanyak 2,916 mL. kemudian disonikasi selama 30 menit. Larutan hasil sonikasi kemudian didiamkan selama 2 hingga 4 hari. Larutan yang menjadi gel kemudian dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 12 jam dan selanjutnya dikalsinasi pada suhu 450°C selama 2 jam.

3.4.2 Karakterisasi menggunakan XRD

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Difaktometer yang digunakan adalah XRD, merk Philip, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi $\text{Cu K}\alpha$. Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ . Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standart ICSD- TiO_2 anatas (ICSD No. 9852) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO_2 setelah diberi perlakuan. Proses

refinement juga akan dilakukan terhadap XRD menggunakan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata TiO₂ hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*:

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots \dots \dots (3.1)$$

Keterangan

D = ukuran partikel (nm)

λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

3.4.3 Karakterisasi menggunakan UV-DRS

Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) dilakukan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada 200-600 nm, pengukuran akan dianalisis dengan menggunakan persamaan Kubelka Munk (Tauc dkk., 1966)

$$F(R) = (1-R)^2/2R = k/s \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan F(R) = faktor kubelka-munk

K = koefisien absorpsi molar

S = koefisien scattering

R = nilai reflektan yang diukur

Hubungan faktor kubelka-munk dengan band gap diketahui melalui persamaan:

$$F(R) = A(h\nu - E_g)^{m/2} \dots \dots \dots (3.3)$$

dengan $A =$ konstanta proporsional

$E_g =$ energi celah pita

$m = 1$ (untuk transisi langsung yang diperbolehkan)

Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaan linearnya. Persamaan linear selanjutnya dicari nilai x ($h\nu =$ energi celah pita) ketika $y = 0$. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi.

3.4.4 Karakterisasi menggunakan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel dari bahan dapat diamati dengan baik. Hasil karakterisasi SEM berupa pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi, namun menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik. Sampel yang akan dikarakterisasi ditempatkan pada *sample holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan Au. Setelah pelapisan, diletakkan pada plat sampel SEM. Kemudian sampel diamati dengan berbagai perbesaran, mulai 1.000 – 100.000 kali. Pengukuran kandungan unsur dilakukan dengan perbesaran 3000 kali. Diameter butir dari partikel dihitung dengan software *image-J* berdasarkan mikrograf yang diperoleh.

3.4.5 Karakterisasi menggunakan FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan terhadap sampel hasil sintesis yaitu TiO_2 non CTAB dan TiO_2 menggunakan CTAB pada berbagai konsentrasi. Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk menggunakan mortar agate dengan dicampurkan padatan KBr. Kemudian ditempatkan pada preparat dan

ditekan dengan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5 Analisis Data

1. Hasil yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan XRD (difraktogram) akan dibandingkan dengan standart ICSD TiO₂ anatas (ICSD No. 9852). Data XRD akan direfinement dengan program Rietica. Proses *refinement* dilakukan dengan metode *Le Bail* untuk mendapatkan data kristalografi dari material yang dihasilkan. Ukuran partikel dapat ditemukan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*:

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots \dots \dots (3.4)$$

Keterangan

D = ukuran partikel (nm)

λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM,

radian)

Keberhasilan sintesis dilihat dari hasil karakterisasi XRD yaitu berupa kecocokan dengan standart JCPDS dan ICSD (*Inorganic crystal structure database*) struktur TiO₂ anatas yang diharapkan. Difraktogram yang mempunyai intensitas tinggi dan tanpa adanya puncak fasa sekunder menunjukkan bahwa kristalinitas struktur yang baik.

2. Energi *band gap* dari sampel ditentukan dengan ekstrapolasi plot antara antara $(F(R).hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x), dimana $(F(R).hv)^{1/2}$ didapat dari nilai % *R* kemudian dijadikan *F(R)* dan kemudian diperoleh nilai $(F(R).hv)^{1/2}$. Nilai band gap didapatkan pada hv dengan $y = 0$.

3. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan SEM adalah mikrograf. Selanjutnya digunakan *software image-J* untuk menghitung diameter butir. Perhitungan dilakukan dengan cara otomatis yang menghasilkan nilai besaran ukuran partikel dan jumlah banyaknya tiap rentan ukuran. Hasil morfologi yang homogen dengan distribusi partikel yang seragam menunjukkan hasil sintesis yang baik.
4. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan FTIR selanjutnya akan dianalisis untuk mengetahui gugus fungsi senyawa hasil sintesis, dimana serapan yang khas dari senyawa tersebut yaitu pada gugus fungsi Ti-O-Ti dengan modus vibrasi regangan asimetrik pada kisaran panjang gelombang 500-600 cm^{-1} dan modus vibrasi tekuk pada bilangan gelombang 455 cm^{-1} serta modus vibrasi kisi Kristal internal pada bilangan gelombang 1370 cm^{-1} (Al-Taweel, 2016)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

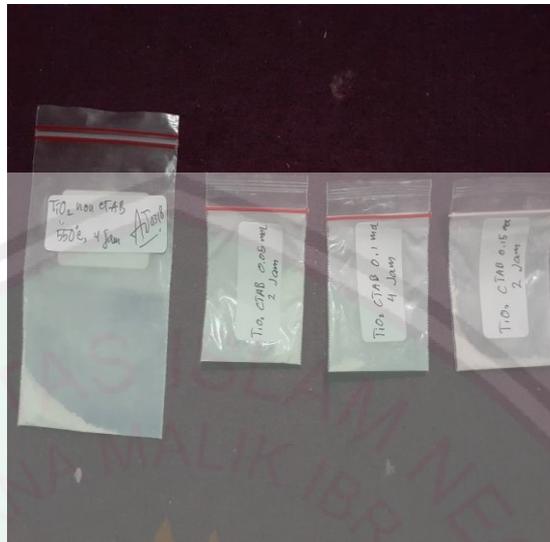
4.1 Sintesis Semikonduktor TiO_2 dengan surfaktan CTAB menggunakan Metode Sonikasi

Pada penelitian ini, semikonduktor TiO_2 dengan surfaktan CTAB telah disintesis menggunakan metode sonikasi. Metode sonikasi dipilih karena memanfaatkan getaran *ultrasonic bath* dengan frekuensi 20 kHz dan mudah dilakukan (Timuda, 2010)

Proses sintesis ini dibedakan berdasarkan variasi konsentrasi surfaktan CTAB sesuai dengan perhitungan secara stoikiometris (Lampiran 1). Medium cair yang digunakan dalam proses sonikasi adalah isopropanol yang berfungsi sebagai media perambatan gelombang ultrasonik dalam sonikator dan sebagai penghidrolisis alkoksida titanium. Laju hidrolisis TTIP dengan isopropanol berjalan lebih lambat dibandingkan dengan air. Hal ini bertujuan agar laju pembentukan $\text{Ti}(\text{OH})_4$ semakin lambat sehingga menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil.

Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini adalah TTIP, surfaktan CTAB, isopropanol dan asam asetat. Konsentrasi masing-masing prekursor yang didapatkan dari hasil perhitungan secara stoikiometris selanjutnya disonikasi selama 1 jam. Hasil sonikasi, kemudian didiamkan (*aging*) selama 2 hari hingga 4 hari hingga larutan menjadi gel. Selanjutnya, produk dioven pada suhu 100°C selama 12 jam yang bertujuan untuk menghilangkan pelarut isopropanol. Kemudian, hasil dari proses oven yaitu berbentuk powder digerus menggunakan *mortar agate* dan dipelet. Pelet kemudian dikalsinasi pada suhu 450°C selama 2

jam yang berfungsi untuk menghilangkan surfaktan dan untuk pembentukan TiO_2 fasa anatas.



Gambar 4.1 TiO_2 non CTAB; TiO_2 0,05 mol CTAB; TiO_2 0,1 mol CTAB; dan TiO_2 0,15 mol CTAB

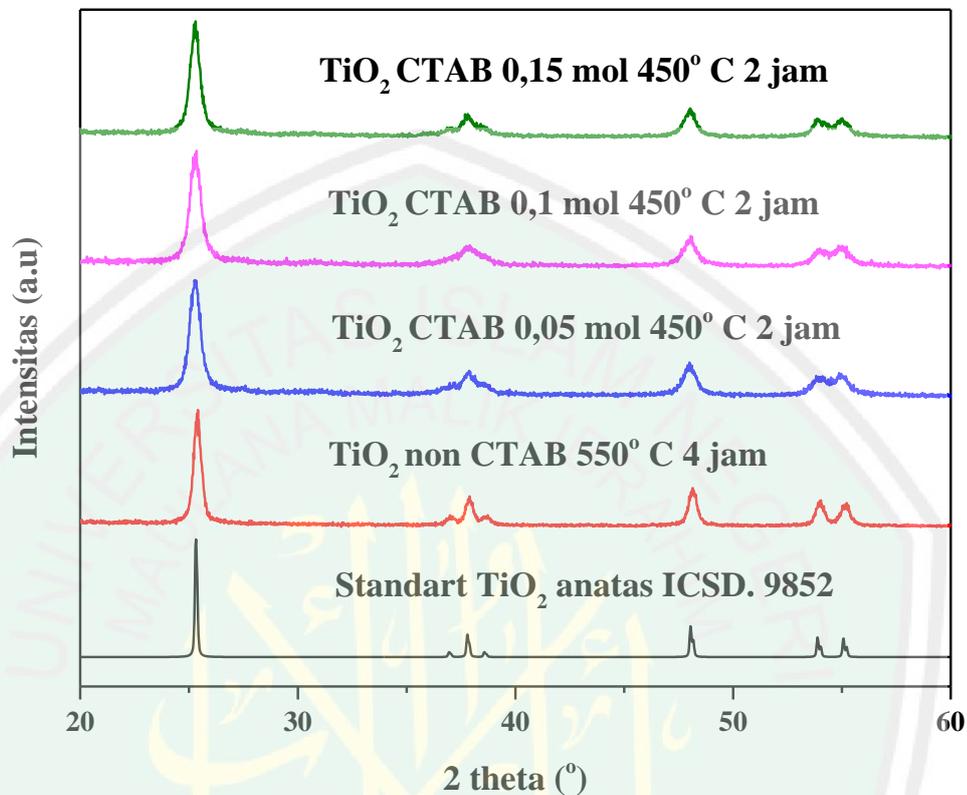
Gambar 4.1 merupakan dokumentasi hasil sintesis yang telah dilakukan. Produk yang dihasilkan berbentuk padatan berwarna putih. Jumlah produk yang dihasilkan dari TiO_2 non CTAB hingga TiO_2 CTAB 0,15 mol adalah 2,932 gram; 4,434 gram; 4,761 gram; 4,534 gram.

4.2 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik Struktur TiO_2

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui karakteristik fasa struktur TiO_2 tanpa CTAB dan TiO_2 dengan CTAB. Hasil pola difraktogram XRD yang didapat, selanjutnya dibandingkan dengan standar ICSD untuk TiO_2 anatas (ICSD No. 9852).

Berdasarkan pola difraksi XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 dapat dilihat bahwa antara puncak standar TiO_2 dan TiO_2 -CTAB memiliki kesamaan pola difraktogram. Hasil difraktogram tersebut sesuai dengan ICSD TiO_2 anatas

(No. 9852) yang ditandai dengan munculnya puncak khas TiO_2 anatase yakni pada nilai 2θ sekitar $25,2873^\circ$ yang memiliki intensitas paling tinggi.



Gambar 4.2 Hasil difraktogram standar TiO_2 anatase; TiO_2 non CTAB; TiO_2 0,05mol CTAB; TiO_2 0,1 mol CTAB; dan TiO_2 0,15 mol CTAB.

Sebagai analisis lebih lanjut mengenai hasil difraktogram XRD, dilakukan *refinement* untuk mengetahui parameter sel satuan dari struktur TiO_2 dan TiO_2 -CTAB. *Input* parameter yang digunakan adalah standar ICSD TiO_2 anatase (No. 9852) yang memiliki grup ruang $I41/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel $a = b = 3,776$ (Å), $c = 9,486$ (Å) dan, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$.

Refinement dilakukan dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan perhitungan. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kesesuaian *goodness-of-fit* (*GoF*), χ^2 1-1,5%. Nilai parameter R_p dan R_{wp} yang diterima dalam proses

refinement adalah kurang dari 20 (Raharjo, 2011). Secara umum, pencocokan dengan metode *Le Bail* bisa dinyatakan selesai mengikuti dua kriteria utama yaitu plot selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluktuasi yang relatif kecil yang hanya dapat diamati secara visual yaitu titik-titik difraksi (titik-titik hitam) terjangkau oleh garis kalkulasi (garis merah), tidak dapat dikuantifikasi dan nilai *GoF* (χ^2) kurang dari 4 % (Kisi, 1994). Hasil *refinement* disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Parameter sel satuan TiO₂ non CTAB; TiO₂ 0,05 mol CTAB; TiO₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO₂ 0,15 mol CTAB ditentukan menggunakan metode *Le Bail*

Parameter	TiO ₂ non CTAB	TiO ₂ 0,05 mol CTAB	TiO ₂ 0,1 mol CTAB	TiO ₂ 0,1 mol CTAB
Group ruang	I41/amd	I41/amd	I41/amd	I41/amd
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit				
Asimetrik (Z)	4	4	4	4
a b (Å)	3,779764	3,797979	3,797868	3,801487
c (Å)	9,521444	9,5216	9,527302	9,5389
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	136,02919	137,345688	137,419876	137,849564
Rp (%)	13,07	11,94	11,59	12,15
Rwp (%)	10,43	8,39	10,67	8,09
GoF (χ^2)	0,12	0,626	0,166	0,57

Berdasarkan hasil *refinement* didapat bahwa TiO₂ tanpa CTAB dengan TiO₂-CTAB mengkristal dalam kisi tetragonal yang memiliki group ruang *I41/amd* dengan satuan asimetrik (Z) 4. Hal ini menunjukkan bahwa adanya penambahan surfaktan CTAB tidak mengubah kisi kristal dari TiO₂-CTAB. Namun terdapat sedikit perubahan pada parameter kisi *a* dan parameter kisi *c*. Perubahan yang terjadi pada parameter kisi *a* dan parameter kisi *c* yaitu semakin besar seiring dengan bertambahnya konsentrasi surfaktan CTAB sehingga volume

sel satuan yang dihasilkan juga semakin besar. Namun hal tersebut tidak menyebabkan perubahan secara signifikan yang berarti bahwa dengan adanya penambahan surfaktan CTAB, struktur TiO₂ tidak mengalami transformasi dari fasa anatase menuju ke fasa lain.

Ukuran kristal TiO₂ hasil sintesis berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Debye-Schererr* disajikan dalam Lampiran 5 dan ditampilkan dalam Tabel 4.2.

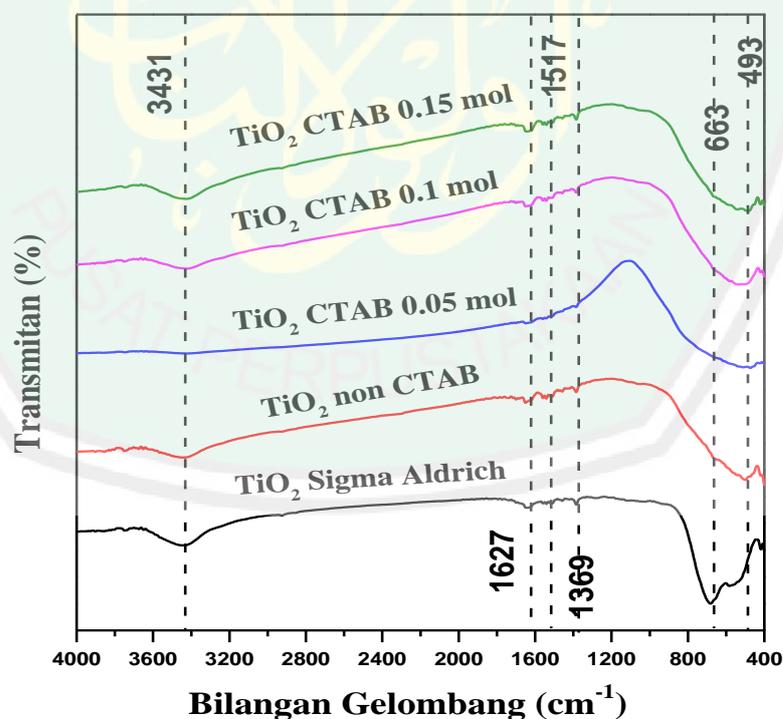
Tabel 4.2 Ukuran kristal TiO₂

Material	Ukuran Kristal (nm)
TiO ₂ non CTAB	78,91
TiO ₂ 0,05 mol CTAB	53,19
TiO ₂ 0,1 mol CTAB	47,07
TiO ₂ 0,15 mol CTAB	23,62

Tabel 4.2 menunjukkan besaran ukuran kristal TiO₂ anatase yang disintesis dengan penambahan surfaktan CTAB. TiO₂ yang disintesis menggunakan surfaktan CTAB memiliki ukuran kristal lebih kecil daripada tanpa CTAB. Hal ini mengindikasikan bahwa surfaktan CTAB dapat memberikan efek *pressure*(tekanan) untuk memadatkan kristal lebih tinggi (Fahyuan dkk., 2012). Material fotokatalis yang berukuran kecil akan memberikan aktivitas katalitik yang tinggi. Semakin kecil ukuran fotokatalis maka luas permukaan fotokatalis akan semakin besar, sehingga laju reaksi fotokatalis menjadi semakin besar. Berdasarkan hal tersebut, material fotokatalis hasil sintesis dengan metode sonikasi dengan penambahan surfaktan CTAB dalam penelitian ini berpotensi memiliki aktivitas katalitik yang tinggi dan menjadi suatu fotokatalis yang efektif.

4.3 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik TiO₂ dengan FTIR

Penambahan surfaktan CTAB juga menyebabkan perubahan pada spektra IR. Hasil analisis yang diperoleh yaitu terlihat bahwa spektra IR memiliki puncak pada bilangan gelombang 3431 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi tekuk O-H. Puncak juga muncul pada bilangan gelombang 1627 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi ulur O-H. Kemudian pada bilangan gelombang 1369 cm⁻¹ muncul puncak yang merupakan puncak khas dari vibrasi tekuk C-H. Selanjutnya pada bilangan gelombang 663 cm⁻¹ juga menunjukkan puncak khas vibrasi ulur Ti-O. Selain itu, juga muncul puncak pada bilangan gelombang 493 yang merupakan puncak milik C-Br yang mungkin dihasilkan dari pelet KBr atau berasal dari surfaktan CTAB yang belum hilang dengan sempurna. Modus vibrasi gugus fungsi tersebut diperlihatkan pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.3.



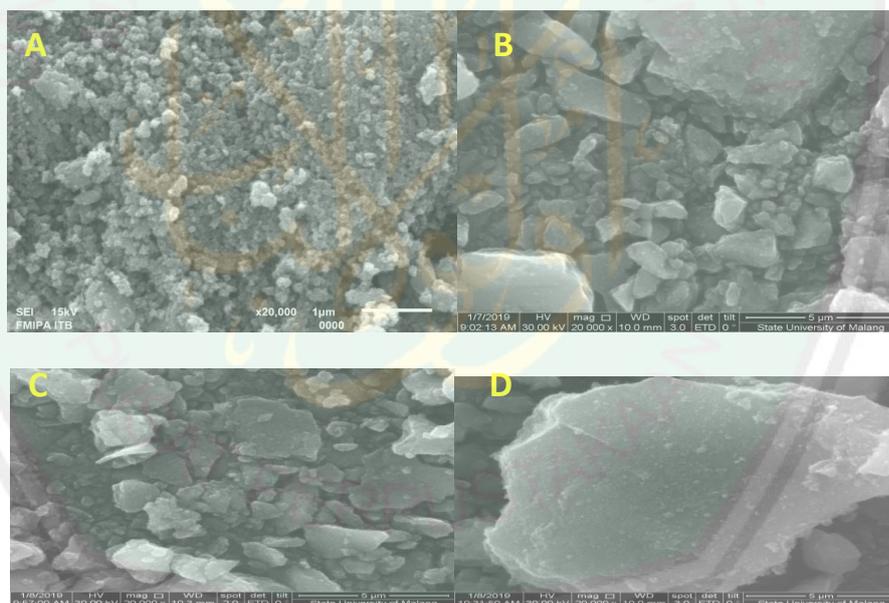
Gambar 4.3 Hasil Spektra TiO₂ Sigma Aldrich; TiO₂ non CTAB; TiO₂ 0,05 mol CTAB; TiO₂ 0,1 mol CTAB; dan TiO₂ 0,15 mol CTAB

Tabel 4.3 Modus Vibrasi FTIR TiO₂

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi	Referensi
3431	Vibrasi ulur O-H	Rahim, dkk. (2012)
1627	Vibrasi tekuk O-H	Qu, dkk. (2010)
1369	Vibrasi tekuk C-H	Vishwanath, dkk. (2017)
500-700	Vibrasi ulur Ti-O	Yang, dkk. (2010)
490-500	C-Br / C-I	Mall, dkk. (2012)

4.4 Efek Surfaktan CTAB terhadap Karakteristik Morfologi Permukaan TiO₂

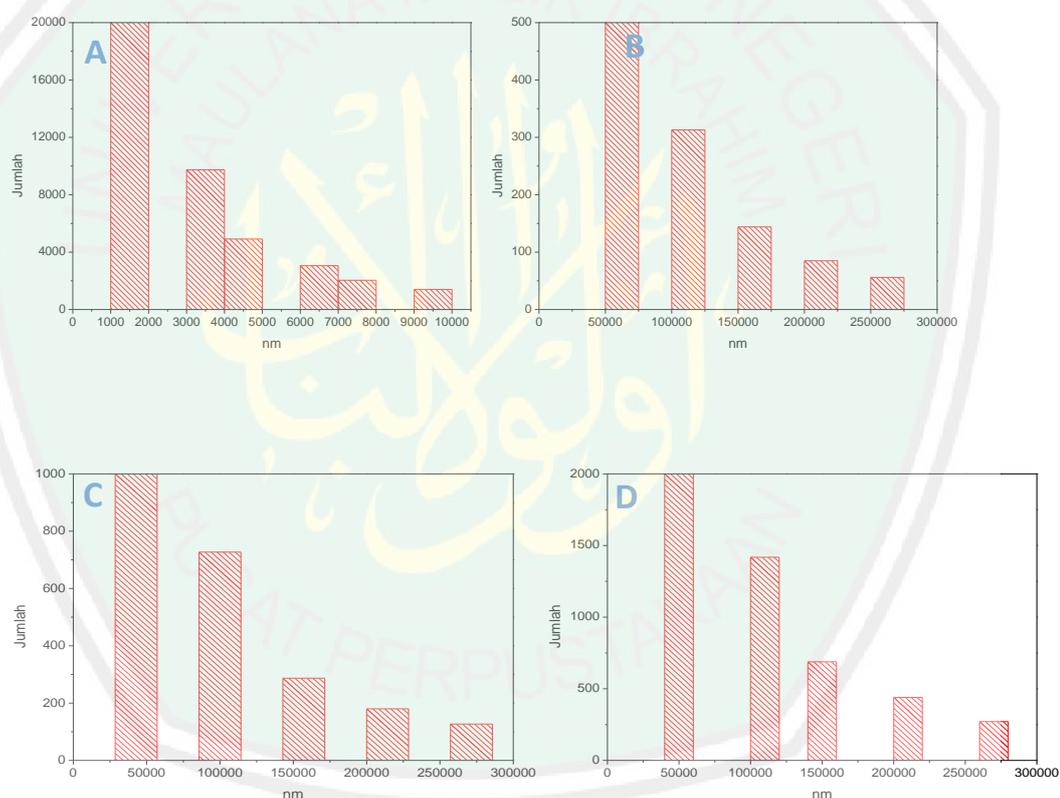
Karakterisasi dengan SEM-EDX bertujuan untuk mengamati morfologi dan jumlah komposisi dari TiO₂ hasil sintesis. Analisa SEM dilakukan pada perbesaran 20.000x seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil SEM-EDX a. TiO₂ non CTAB; b. TiO₂ 0,05 mol CTAB; c. TiO₂ 0,1 mol CTAB; d. TiO₂ 0,15 mol CTAB.

Hasil SEM-EDX dengan perbesaran yang sama yaitu 20.000x yang diamati secara langsung dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi penambahan surfaktan CTAB, maka ukuran partikel TiO₂ menjadi semakin besar. Hal ini

disebabkan karena penambahan surfaktan CTAB pada TiO_2 sudah melebihi batas CMC (*Critical Micellar Concentration*). Menurut Zhong (2013), penambahan CTAB yang berlebih mengakibatkan viskositas koloid dari prekursor TiO_2 yang telah membentuk nucleus cenderung bersatu kembali dengan mudah sehingga membentuk partikel yang lebih besar. Sebagai analisa lanjutan hasil SEM, dilakukan pengamatan menggunakan *Software Image-J* dan langkah-langkah analisis ditunjukkan pada lampiran 6. Hasil pengamatan ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Histogram *Image-Ja*. TiO_2 non CTAB; b. TiO_2 0,05 mol CTAB; c. TiO_2 0,1 mol CTAB; d. TiO_2 0,15 mol CTAB.

Hasil analisis menggunakan *Software Image-J* dilihat dari jumlah partikel terbanyak yang dihasilkan menunjukkan bahwa TiO_2 yang disintesis tanpa menggunakan surfaktan CTAB menghasilkan ukuran partikel paling kecil

daripada menggunakan surfaktan karena surfaktan yang ditambahkan telah melebihi batas CMC (*Critical Micellar Concentration*). Zhong (2013) melakukan penelitian yang juga menghasilkan ukuran partikel TiO_2 dengan CTAB lebih besar. Penambahan CTAB yang berlebih mengakibatkan viskositas koloid dari prekursor TiO_2 yang telah membentuk nukleus cenderung bersatu kembali dengan mudah sehingga membentuk partikel yang lebih besar. Namun dari hasil penelitiannya, aktifitas fotokatalitiknya lebih besar tiga kali lipat daripada TiO_2 non CTAB. Hal ini karena pori-pori yang dihasilkan sangat melimpah dan ukuran porinya juga lebih besar.

Ukuran partikel paling besar dihasilkan oleh TiO_2 yang disintesis menggunakan surfaktan CTAB terjadi pada konsentrasi 0,05 mol. Hasil tersebut dapat diamati pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Ukuran Partikel TiO_2

Material	Range Ukuran Partikel (μm)
TiO_2 non CTAB	1 - 2
TiO_2 0,05 mol CTAB	50 - 75
TiO_2 0,1 mol CTAB	28 - 57
TiO_2 0,15 mol CTAB	39 - 59

CTAB merupakan salah satu jenis surfaktan yang memiliki kemampuan untuk mereduksi ukuran partikel dan pencetak pori. Hasil material TiO_2 yang disintesis menggunakan CTAB menunjukkan ukuran partikel pada kisaran 28-75 μm . Hal ini menunjukkan bahwa penambahan CTAB dapat menimbulkan adanya rongga di dalam partikel sehingga material TiO_2 yang disintesis dengan menambahkan CTAB menjadi semakin besar ukuran partikelnya.

Selain data berupa morfologi permukaan partikel, hasil analisis SEM-EDX juga memberikan data berupa prosentase komposisi unsur Ti, O dan N yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Komposisi unsur Hasil EDX

Unsur	Berat %		
	TiO ₂ CTAB 0,05 mol	TiO ₂ CTAB 0,1 mol	TiO ₂ CTAB 0,15 mol
Ti	60,07	60,26	53,81
O	37,53	36,19	41,66
N	00,00	00,00	00,00

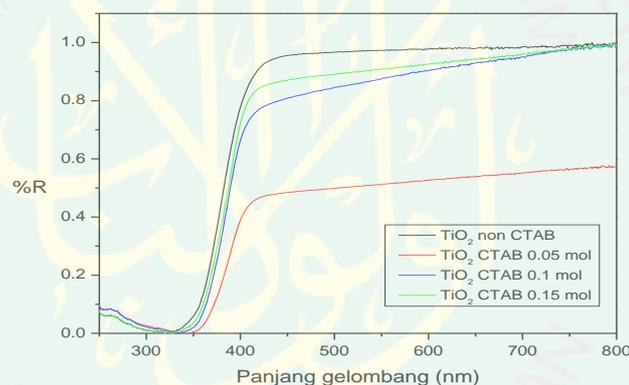
Berdasarkan data pada Tabel 4.6, prosentase unsur N pada semua sampel TiO₂ yang disintesis dengan menambahkan surfaktan CTAB menunjukkan hasil yang nihil. Sedangkan unsur lain seperti C dan Br tidak ditentukan dalam analisis, sehingga sisa surfaktan CTAB yang ada di dalam sampel tidak teridentifikasi dari hasil analisis EDX tersebut. Unsur penyusun utama dalam material TiO₂ yakni Ti dan O teramati dengan prosentase 60,07% dan 37,53% untuk TiO₂ CTAB 0,05 mol; 60,26% dan 36,19% untuk TiO₂ CTAB 0,1 mol; 53,81% dan 41,55% untuk TiO₂ CTAB 0,15 mol pada area permukaan yang dianalisis.

4.5 Efek Surfaktan CTAB terhadap *Bandgap* TiO₂

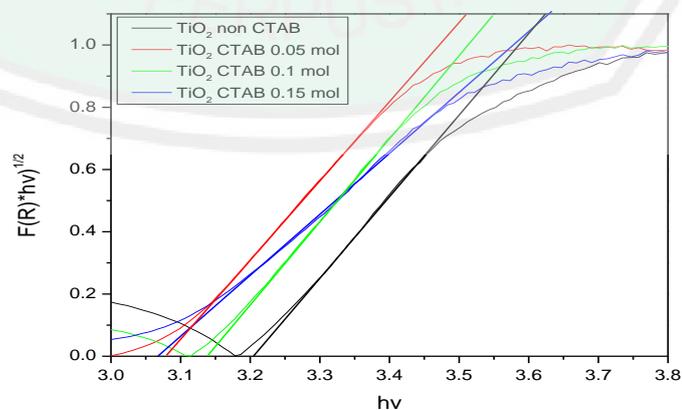
Pengukuran menggunakan UV-DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan pada daerah UV maupun sinar tampak dengan kisaran panjang gelombang 200-800 nm dan menentukan celah pita yang dihasilkan oleh semikonduktor hasil sintesis. Hasil pengukuran spektroskopi UV-DRS ditampilkan pada Gambar 4.6.

Reflektansi merupakan kemampuan suatu material untuk memantulkan cahaya atau gelombang elektromagnetik yang terpapar ke permukaan material tersebut. Semakin kecil prosentase reflektansi dari suatu material, maka absorpsi

cahaya atau gelombang elektromagnetik semakin besar. Hal ini akan berpengaruh kepada kemampuan material karena semakin besar energi foton yang masuk, maka kemampuan material dalam proses fotokatalisis juga semakin efektif. Berdasarkan Gambar 4.6 TiO₂ dengan CTAB mengalami penurunan reflektansi dibanding TiO₂ tanpa CTAB. TiO₂ dengan CTAB 0,05 mol mengalami penurunan yang signifikan pada panjang gelombang 350-800 nm dibanding TiO₂ CTAB 0,1 dan 0,15 mol, sehingga dapat disimpulkan bahwa TiO₂ CTAB 0,05 mol memiliki aktifitas fotokatalitik paling efektif. Pengaruh surfaktan CTAB terhadap perubahan nilai energi celah pita yang ditentukan dengan persamaan *kubelka-munk* diperlihatkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.6 Spektra reflektansi (%) vs panjang gelombang



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

Tabel 4.6 Daerah energi celah pita dan serapan sinar material sintesis

Material	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO ₂ non CTAB	3,2	387
TiO ₂ 0,05 mol CTAB	3,0	413
TiO ₂ 0,1 mol CTAB	3,1	400
TiO ₂ 0,15 mol CTAB	3,0	413

Tabel 4.6 memperlihatkan energi celah pita material TiO₂ hasil sintesis. Hasil sintesis TiO₂ tanpa CTAB hasil sintesis menghasilkan energi celah pita sebesar 3,2 eV. Seperti pada penelitian Abdel-Azim, dkk. (2014) menunjukkan hasil sintesis TiO₂ memiliki energi celah pita sebesar 3,2 eV. Penurunan energi celah pita terjadi pada hasil sintesis TiO₂ dengan CTAB pada semua konsentrasi. Surfaktan CTAB berperan untuk mengontrol morfologi permukaan dan pencetakan pori. Meskipun demikian, adanya residual reaktan CTAB atau gugus isopropoksida dalam TiO₂ dapat berpengaruh terhadap energi celah pita material TiO₂. Zou, (1991) melaporkan bahwa hasil sintesis partikel TiO₂ yang permukaannya terdapat asam stearat memiliki energi celah pita sebesar 2,25 eV. Sedangkan menurut Paulo, (2006) residu isopropoksida pada sol TiO₂-CTAB juga menyebabkan penurunan energi celah pita menjadi 2,8 eV. Celah ini menghilang setelah dilakukan proses ekstraksi untuk menghilangkan gugus isopropoksida. Pada penelitian ini, surfaktan CTAB dihilangkan pada proses kalsinasi pada suhu 450°C yang juga merupakan proses pembentukan kristalin TiO₂. Pada umumnya, proses pembentukan kristalin TiO₂ dilakukan pada suhu 500-550 °C, namun pada penelitian ini tidak dilakukan kalsinasi pada suhu tersebut karena akan muncul fasa lain yaitu rutil sehingga dimungkinkan residu CTAB masih terdapat pada material TiO₂ hasil sintesis.

Berdasarkan hasil analisis UV-DRS, menunjukkan bahwa TiO_2 0,05 mol CTAB dianggap sebagai material yang paling baik karena memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV. Menurut Agus (2009), turunnya energi celah pita berimplikasi pada daerah kerja dari fotokatalis dalam mengolah limbah yang mengalami pergeseran dari daerah sinar UV ke arah sinar tampak. Hal tersebut sangat menguntungkan karena dengan demikian TiO_2 dapat aktif dibawah sinar matahari atau dibawah cahaya ruang.

4.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam

Manusia khususnya umat islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT baik yang berada di langit, di bumi, maupun diantara langit dan bumi, sebagaimana telah dijelaskan dalam surat Ali Imran ayat 190-191. Salah satu bentuk cara berfikir terhadap ciptaan Allah SWT adalah dengan cara memodifikasi material TiO_2 agar lebih maksimal dalam penggunaannya. Salah satu bentuk modifikasinya yaitu dengan menambahkan surfaktan CTAB. Hasil terbaik pada penelitian yang telah dilakukan adalah TiO_2 yang disintesis menggunakan CTAB dengan konsentrasi 0,05 mol, karena material pada tersebut memiliki nilai % reflektansi paling rendah dan memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV. Namun jika dilihat dari hasil analisis SEM, material TiO_2 tanpa CTAB memiliki hasil yang paling baik, karena menghasilkan ukuran partikel paling kecil dibanding TiO_2 -CTAB pada berbagai konsentrasi yang telah dilakukan pada penelitian ini. Hal ini mungkin disebabkan karena penambahan CTAB yang terlalu berlebih. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Al-Furqon ayat 2 yang berbunyi :

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَآ يَتَّخِذُ وَلَدًا وَمَآ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: 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.

Kata *qoddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa atau ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Maksudnya adalah tidak ada satupun ciptaan-Nya yang sia-sia sebab semuanya memiliki potensi sesuai kadar yang cukup (Shihab, 2002). Begitupun dalam sintesis, juga perlu memperhatikan kadar dari masing-masing prekursor yang ditambahkan agar dapat mencapai ukuran yang diharapkan sehingga bisa meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ dalam mendegradasi limbah.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Penambahan surfaktan CTAB pada sintesis TiO_2 menurut hasil XRD tidak mengubah kisi kristal dan struktur TiO_2 . Selain itu, TiO_2 juga tidak mengalami transformasi dari fasa anatas ke fasa lain.
2. Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya vibrasi pada bilangan gelombang tertentu. Vibrasi yang terjadi berasal dari ikatan Ti-O, C-H, O-H, maupun C-Br yang dimungkinkan berasal dari pelet KBR atau sisa surfaktan CTAB yang belum hilang dengan sempurna.
3. Hasil analisis SEM maupun *software Image-J* menunjukkan bahwa TiO_2 0,05 mol CTAB memiliki ukuran partikel paling besar dan TiO_2 non CTAB memiliki ukuran paling kecil. Selain itu, hasil EDX menunjukkan tidak ada komposisi unsur N pada semua sampel.
4. Hasil analisis UV-DRS menunjukkan bahwa TiO_2 0,05 mol CTAB memiliki energi celah pita sebesar 3,0 eV yang paling baik digunakan dalam proses fotokatalis.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya diharapkan menggunakan konsentrasi surfaktan CTAB pada titik CMC nya. Analisis menggunakan *BET* juga perlu dilakukan untuk mengetahui volume dan ukuran pori. Selain itu juga diharapkan untuk melakukan analisis FTIR pada sampel TiO_2 dengan CTAB sebelum dan sesudah

kalsinasi dan juga analisis FTIR surfaktan CTAB untuk mengetahui peak yg dimiliki oleh surfaktan CTAB tersebut. Selanjutnya juga bisa dilakukan uji aktivitas agar dapat mengetahui kemampuan fotokatalitiknya. Variasi waktu dalam proses sonikasi juga perlu diketahui waktu optimumnya.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdel, A, S. M., Aboul-Gheit, A. K., Ahmed, S. M., El-Desouki, D. S., dan Abdel-Mottaleb, M. S. A. 2014. Preparation and Application of Mesoporous Nanotitania Photocatalysts Using Different Templates and pH Media. *International Journal of Photoenergy*, 1-11.
- Ahmed S., M.G. Rasul, W.N. Martens, R. Brown and M. A. Hashib. 2010. *Advances in Heterogeneous Photocatalytic Degradation of Phenols and Dyes in Wastewater: A Review*, Water Air Soil Pollut.
- Aliah, H., Setiawan, A., dan Abdullah, M., 2015. Pengaruh Jumlah Lapisan Bulir Polimer Polipropilena Berfotokatalis Semikonduktor TiO₂ terhadap Fotodegradasi metilen biru, *Prosiding. FMIPA. UNIVERSITAS LAMPUNG*: 479-483.
- Al-Taweel, S, S, dan Saud, H, R, 2016. New route for synthesis of pure anatase TiO₂ nanoparticles via ultrasound-assisted sol-gel method, *J. Chem. Pharm. Res.*, 8(2).
- Baur, W.H. (1961). *Atomabstaende und Bindungswinkel im Brookit TiO₂*. *Acta Crystallographyca*. C14: 214-216.
- Cotton, F. A., Wilkinson, G., and Gaus, P.L., 1999. *Basic Inorganic Chemistry*, John Wille and Sons, Inc., New York.
- Castellote, M. dan Bengtsson, N-Y. Ohama dan D.V Gemert. 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Materials*. Boca Roton : CRC Press.
- Chowdhury, P, dan Viraraghavan, T., (2009). Sonochemical Degradation of Chlorinated Organic Compounds, Phenolic Compounds, and Organic Dyes- a review. *Sci total Environ* 407:2474-2492.
- Cromer, D. T dan K. Herrington. 1955. *The structures of anatase and rutile*. *Jam Chem Soc.* 77(4): 4708-4709.
- Effendi. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing
- Effendi, M., & Bilalodin. (2012). *Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂ Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating*, 106–109.
- Elsanousi, A, Fadlalla, H, M, H, Jun, Z, Feng, J, S, Xiaoxia, D, Zhixin, H, Chengcun, T., (2009). Sol-gel synthesis of TiO₂ nanoparticles with different surfactants and their photocatalytic activity. *Material Science. Full Paper MSAIJ*, 5(3), 2009 [168-174].

- Fahyuan, H. D., Dahlan, D., Fisika, J., & Andalas, F. U. (1979). *Pengaruh Konsentrasi Ctab dalam Sintesis Nanopartikel TiO₂ untuk Aplikasi Sel Surya menggunakan Metode Sol Gel*, 4(1), 16–23.
- Fujishima, A., Kazuhito, H., Hiroshi, I., 2005. *TiO₂ Photocatalysis A Historical Overview and Future Prospects*. Japanese Journal of Applied Phisics Vol. 44, No. 12.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalis pada permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia.
- Hambali, Erliza. (2008). *Proses pembuatan surfaktan metil ester sulfonat (MES untuk aplikasi industry migas*. Bogor. Seminar Teknologi Surfaktan dan Aplikasinya pada Industri Migas untuk Peningkatan Produksi Minyak.
- Hashimoto, K., Irie, H., dan Fujishima, A., 2007. A Historical Overview and Future Prospect. *Assosiation of Asia Pasific physical Societies Bulletin*. (6) 17 : 12-28
- Kurniawan, S., Rilda, Y., & Manis, K. L. (2013). *Sinteis Senyawa ZnO / Kitosan dan Karakterisasinya*, 2(2303), 75–79.
- Lee D, U,Jang, S, R, Vittal, R, Jiwon, L, Kim, K, J. (2008). CTAB facilitated spherical rutile TiO₂ particles and their advantagein a dye-sensitized solar cell. *Solar Energy* 82 (2008) 1042–1048
- Linsebigler, A.L., Lu, G., dan Yates, J.T., 1995, *Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Rules*, *Chem.Rev.*, 95, 735-758.
- Licciulli A., Lisi D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universitas Degli Studio Di Lecce.
- Mall S.S., Chirayath A.B., Popatrao N., Bhosale dan Patil P.S. 2012. *Synthesis, Characterization of Hydrotermally Grown MWCNT-TiO₂ Photoelectrodes and Theirs Visible Light Absorption Properties*. *ESC Journal of Solid Science and Technology*, 1(2).
- Modirshahla, N., Hassani, A., Behnajady, M. A., & Rahbarfam, R. (2011). Effect of operational parameters on decolorization of Acid Yellow 23 from wastewater by UV irradiation using ZnO and ZnO / SnO₂ photocatalysts. *DES*, 271(1–3), 187–192. <http://doi.org/10.1016/j.desal.2010.12.027>.
- Mohammed, M, A., Shitu, A., dan Ibrahim, A., 2014. Removal of Methylene Blue using Low Cost Adsorbent : A Review Research Journal of Chemical Sciences. 4 (1) : 91-102
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalis dan Fotoelektrokatalis Menggunakan Film TiO₂. Skripsi. F. MIPA. Bogor: IPB

- Paulo J. G., Coutinho, M., Teresa C. M., Barbosa. 2006. Characterization of TiO₂ Nanoparticles in Langmuir-Blodgett Films. *Springer Science+Business Media*
- Perkins, Warren S. (1998, August). *Surfactans A Primer*: 51-54. February 21, 2010. <http://www.p2pays.org>.
- Qu, Y., Wang, W., Jing, L., Song, S., Shi, X., Xue, L., dan Fu, H. 2010. Applied Surface Science Surface modification of Nanocrystalline Anatase with CTAB in the Acidic Condition and Its Effects on Photocatalytic Activity and Preferential Growth of TiO₂. *Applied Surface Science*, 257 (1): 151-156.
- Radecka, M., Rekas, M., Trenczek-zajac, A., dan Zakrzewska, K. 2008. Importance of the band gap energy and flat band potential for application of modified TiO₂ photoanodes in water photolysis. *Journal of Power Sources*, 181: 46-55.
- Rahman M, Y, A, Umar, A, A, Roza, L, dan Salleh, M, M., (2011). Effect of optical property of surfactant-treated TiO₂ nanostructure on the performance of TiO₂ photo-electrochemical cell. *Springer-Verlag. J Solid State Electrochem*.
- Rashad, M. M. dan Shalan, A. E. 2013. Surfactant-assisted Hydrothermal Synthesis of Titania Nanoparticles for Solar Cell Applications. *The Journal of Materials Science : Materials in Electronics*, 1-6.
- Richardson, J.T. 1989. Principles of Catalyst Development. Plenum Press: New York
- Rieger, M. M., 1985, Surfactant in Cosmetics: Surfactant Science Series, Marcel Dekker, Inc. New York.
- Sasti, H, T. 2011. Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori. Skripsi. Depok : Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia
- Sharmiladevi, R., Venkatesh, R., and Rajeshwari, S., (2014) "Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticle by Sol-Gel Technique" *IJIRSET*, 3(8)
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.

- Timuda, Gerald E., Maddu, Akhirudin, Irmansyah, Widiyatmoko, Bambang. 2010. Sintesis Partikel Nanocrystalline TiO₂ untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sonokimia. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXIV HFI Jateng & DIY*, hal 104 – 109 : Semarang
- Utubira, Y. 2006. Preparation and Characterization of TiO₂-Zeolite and its Application to Degrade Textile Wastewater by Photocatalytic Method. *Indo Journal Chemistry*. 6(3): 231-237
- Waluyo, Tomi Budi, Suryadi, Nurul T. R., 2013. *Pembuatan Partikel Nano Fe₂O₃ dengan Kombinasi Ball-milling dan Ultrasonic-Milling*. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY ISSN : 0853-0823*, Solo.
- Wardiyati, S., Yusuf, S., Handayani, A., (2007), Sintesis Nano Partikel Oksida Besi Dengan Metode Emulsi Menggunakan Surfaktan Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (Ctab), *Jurnal Sains Materi Indonesia*, ISSN : 1411-1098: (151-155)
- Vijayalakshmi, R., & Rajendran, V. (2012). Synthesis and characterization of nano-TiO₂ via different methods, 4(2), 1183–1190.
- Xu, Y., Ge, F., Wang, N., Zhu, R., and N. Tao., (2011) Selective algicidal activity of surfactant and its mechanism *Journal of Hazardous, Toxic, and Radioactive Waste*, 15 , pp. 22-25
- Zaleska, Adriana, 2008, *Doped-TiO₂: A Review*, *Recent Patents on Engineering*, Bentham Science Publishers Ltd, 2, 157-164.
- Zhong, J, B, Jian, Z, L, Famei, F, Sheng, T, H, Jun Zeng., (2013). CTAB-Assisted fabrication of TiO₂ with improved photocatalytic performance. *Materials Letters* 100(2013)195–197
- Zou B, Xiao L, Li T, Zhao J, Lai Z, Gu S (1991) Absorption redshift in TiO₂ ultrafine particles with surfacial dipole layer. *Appl Phys Lett* 59:1826–1828
- Zsolt, Pap. 2011. *Synthesis, Morpho-structural Characterization and Environmental Application of Titania Photocatalysts Obtained by Rapid Crystallization*. Ph.D Dissertation. University of Szeged, Babes-Bolyai University. Szeged, Hungary, Cluj-Napoca, Romania.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan

Komposisi prekursor

CTAB	TTiP	Isopropanol	Asam Asetat
0	4	45	6
0.05	4	45	6
0.1	4	45	6
0.15	4	45	6

1. Massa TTiP

$$\begin{aligned}\text{Massa} &= V \times \rho \\ &= 10 \text{ mL} \times 0.967 \text{ g/mL} \\ &= 9,67 \text{ g} \\ \text{mol} &= \text{massa} / M_r \\ &= 9,67 \text{ g} / 284,22 \text{ g/mol} \\ &= 0,0340 \text{ mol}\end{aligned}$$

2. Massa isopropanol

$$\begin{aligned}\text{Massa} &= \text{mol} \times M_r \\ &= 0,3825 \text{ mol} \times 60,10 \text{ g/mol} \\ &= 22,988 \text{ g} \\ \text{Volume} &= \text{massa} / \rho \\ &= 22,988 \text{ g} / 0,786 \text{ g/mL} \\ &= 29,246 \text{ mL}\end{aligned}$$

3. Massa Asam Asetat

$$\begin{aligned}\text{Massa} &= \text{mol} \times M_r \\ &= 0,051 \text{ mol} \times 60,05 \text{ g/mol} \\ &= 3,062 \text{ g} \\ \text{Volume} &= \text{massa} / \rho \\ &= 3,062 \text{ g} / 1,05 \text{ g/mL} \\ &= 2,916 \text{ mL}\end{aligned}$$

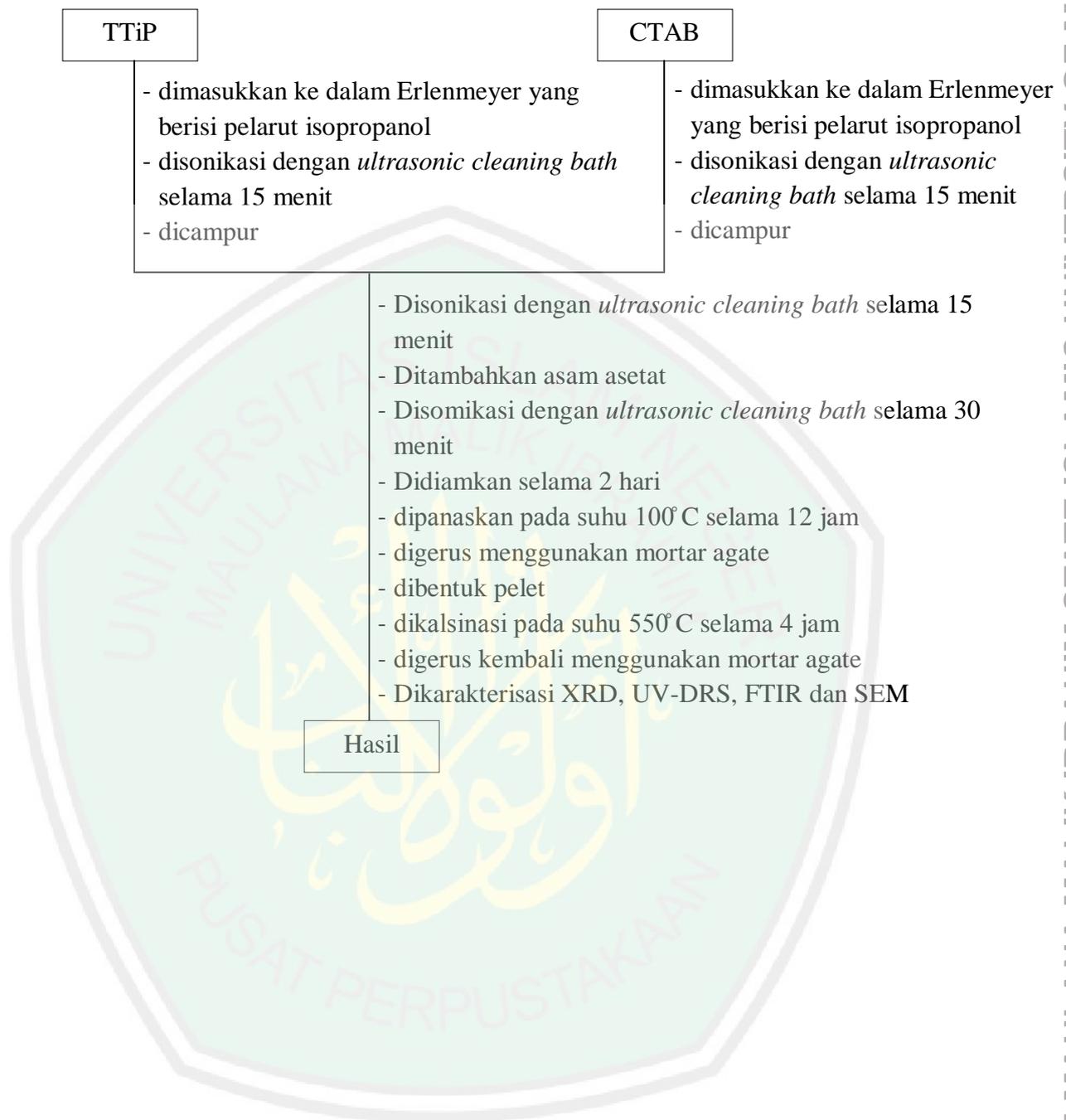
4. Massa CTAB

$$\begin{aligned}\text{Massa} &= 0,05/4 \times 0,0340 \text{ mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,00085 \text{ mol} \times 364,45 \text{ g/mol} \\ &= 0,1548 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa} &= 0,1/4 \times 0,0340 \text{ mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,0017 \text{ mol} \times 364,45 \text{ g/mol} \\ &= 0,3097 \text{ g}\end{aligned}$$

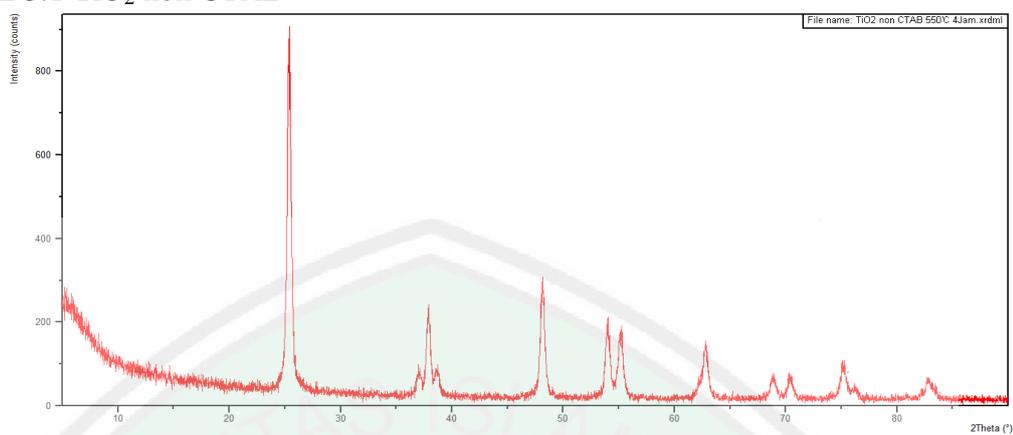
$$\begin{aligned}\text{Massa} &= 0,15/4 \times 0,0340 \text{ mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,00255 \text{ mol} \times 364,45 \text{ g/mol} \\ &= 0,4646 \text{ g}\end{aligned}$$



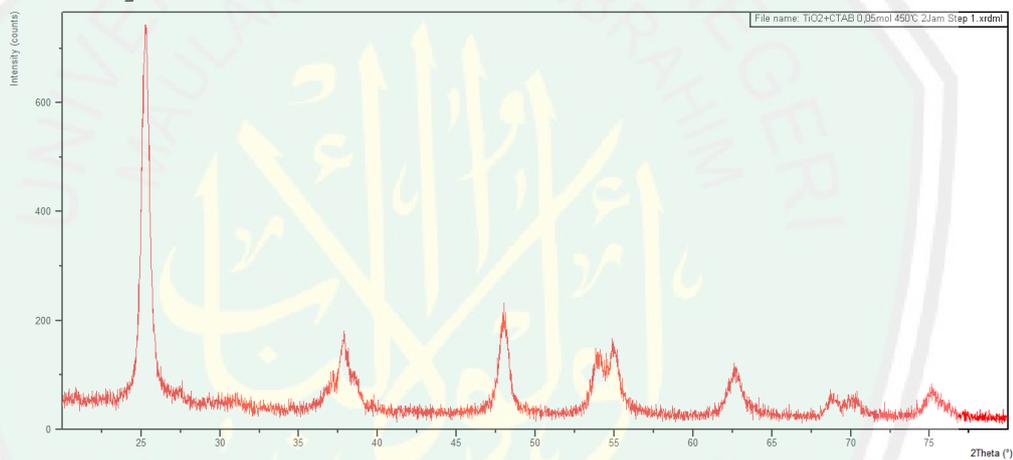
Lampiran 2. Diagram Alir

Lampiran 3. Hasil Karakterisasi XRD

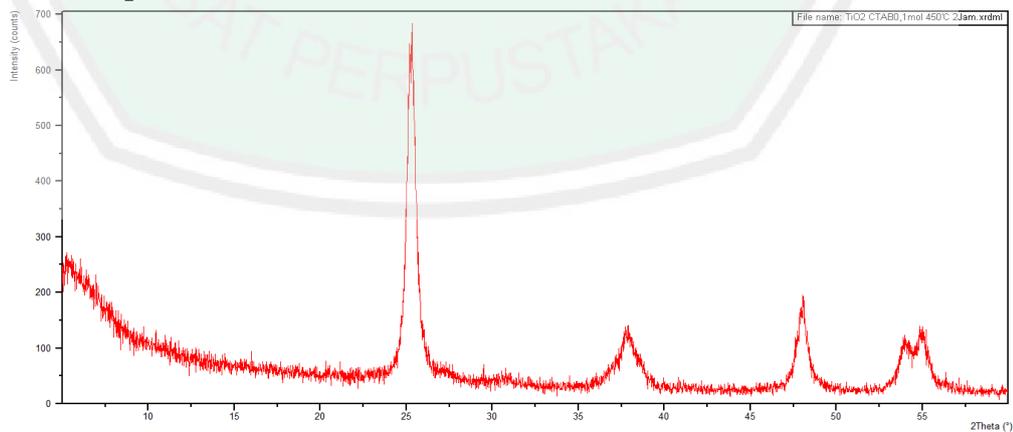
L 3.1 TiO₂ non CTAB

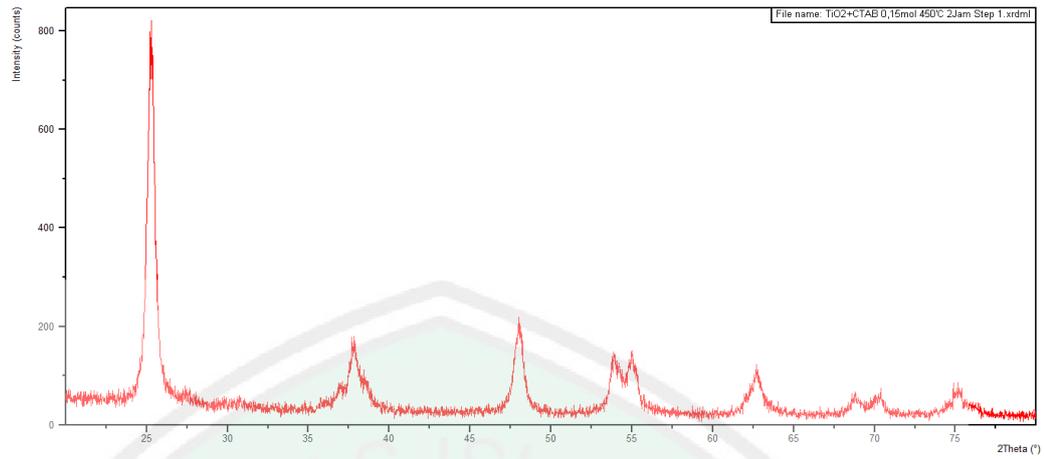


L 3.2 TiO₂ CTAB 0.05 mol



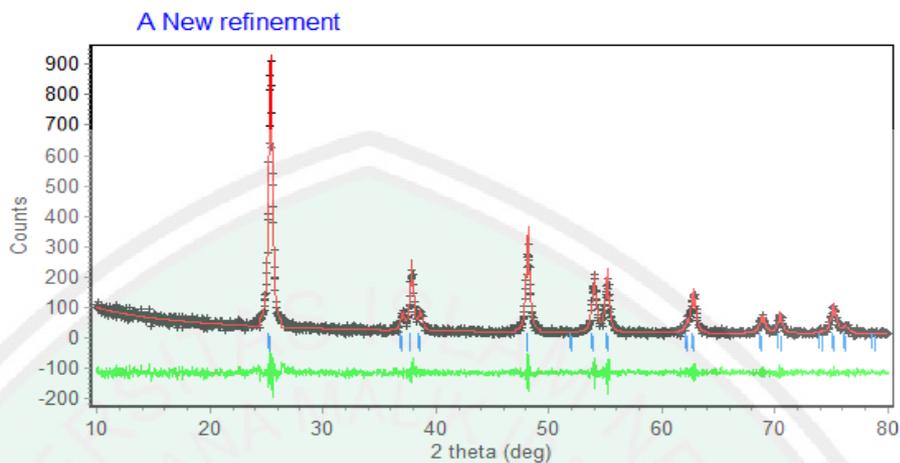
L 3.3 TiO₂ CTAB 0.1 mol



L 3.4 TiO₂ CTAB 0.15 mol

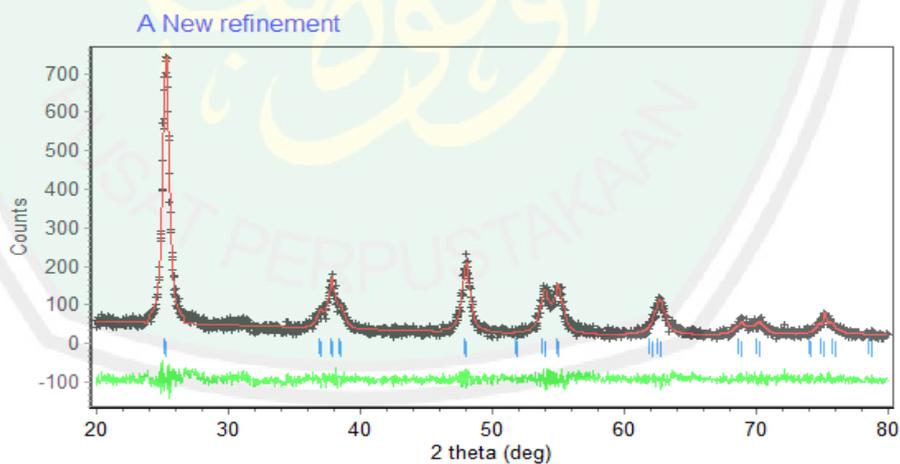
Lampiran 4. Penentuan Parameter Kisi Dengan Perhitungan *Le Bail* Menggunakan Program *Rietica*

L 4.1 TiO₂ non CTAB



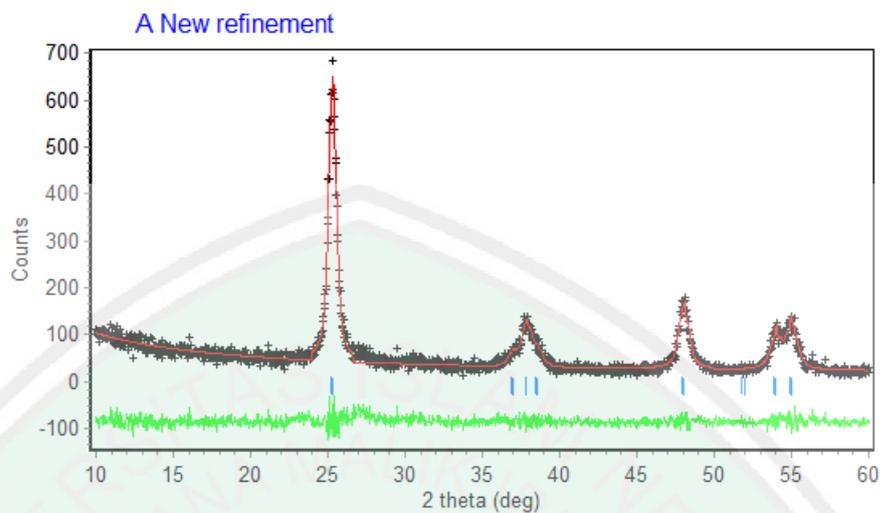
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	13.07	10.43	30.02	1.744	1.853	2083
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.1279E+05	0.9788E+05	0.9788E+05	0.2311E+05	0.1208E+00	0.5443E+14	

L 4.2 TiO₂ CTAB 0.05 mol



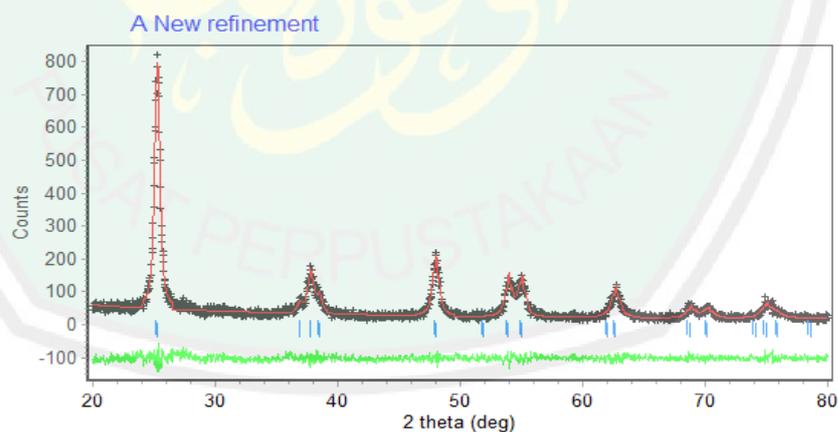
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.94	8.39	33.53	1.653	1.545	1786
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.1189E+05	0.9960E+05	0.9957E+05	0.1589E+05	0.6264E-01	0.1937E+15	

L 4.3 TiO₂ CTAB 0.1 mol



Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.59	10.67	26.14	1.895	1.993	1483
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.1023E+05	0.8821E+05	0.8841E+05	0.2171E+05	0.1666E+00	0.2631E+14	

L 4.3 TiO₂ CTAB 0.15 mol



Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	12.15	8.09	33.88	1.626	1.565	1787
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.1095E+05	0.9011E+05	0.9011E+05	0.1557E+05	0.5706E-01	0.1516E+12	

Lampiran 5. Hasil Perhitungan Ukuran Partikel Dengan Persamaan *debye-scherrer*

TiO₂ non CTAB

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta} \qquad D = \frac{0.9 \times 1.54}{0.00175 \times 0.99244}$$

$$= 789,1 \text{ \AA} \quad = 78,91 \text{ nm}$$

TiO₂ CTAB 0.05 mol

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta} \qquad D = \frac{0.9 \times 1.54}{0.026271 \times 0.9809}$$

$$= 531,9 \text{ \AA} \quad = 53,19 \text{ nm}$$

TiO₂ CTAB 0.1 mol

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta} \qquad D = \frac{0.9 \times 1.54}{0.0029185 \times 0.90078}$$

$$= 470,7 \text{ \AA} \quad = 47,07 \text{ nm}$$

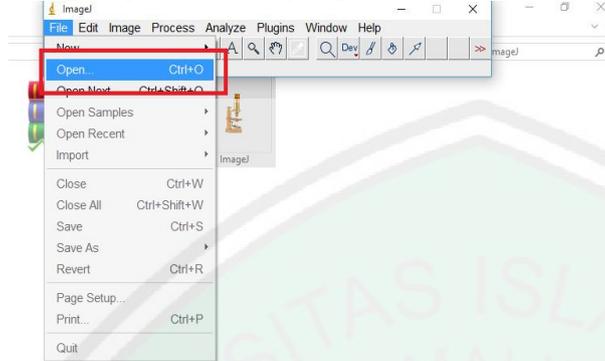
TiO₂ CTAB 0.15 mol

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta} \qquad D = \frac{0.9 \times 1.54}{0.005837 \times 0.994132}$$

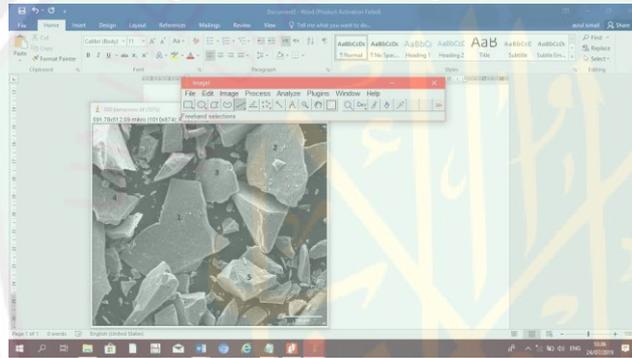
$$= 236,2 \text{ \AA} \quad = 23,62 \text{ nm}$$

Lampiran 6. Tahapan Analisis Ukuran Partikel Dengan Software Image-J Metode Automatik

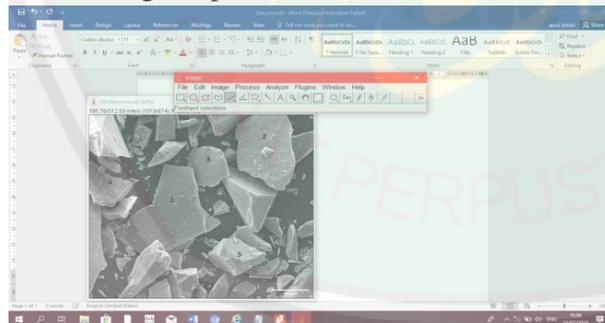
1. Open gambar sem yang akan dianalisis



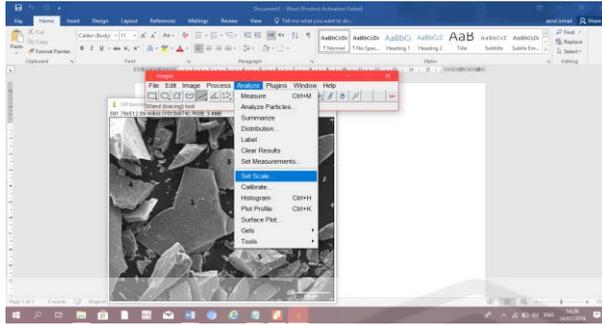
2. Klik Straight untuk membuat garis



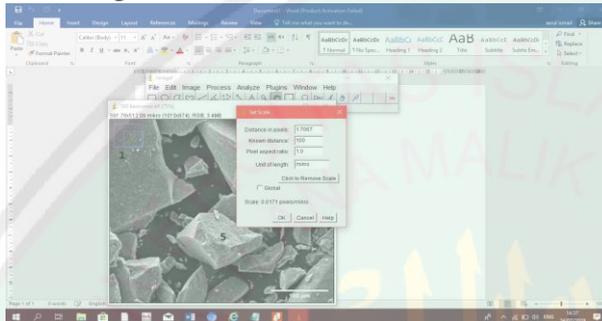
3. Dibuat garis pada scale bar



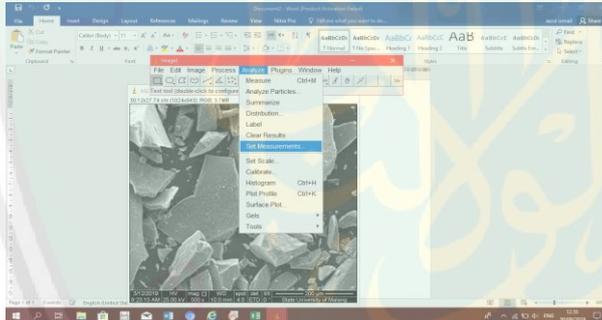
4. Klik Analyze-Set Scale



5. Dialog Box Disesuaikan



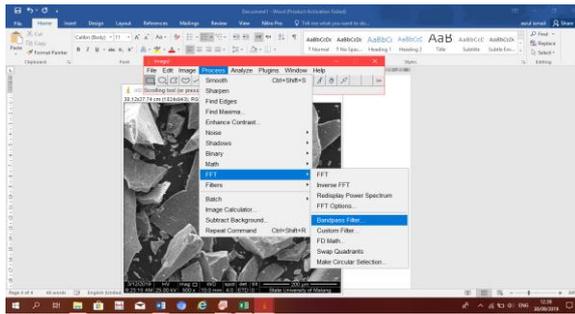
6. Klik Analyze-Set Measurement



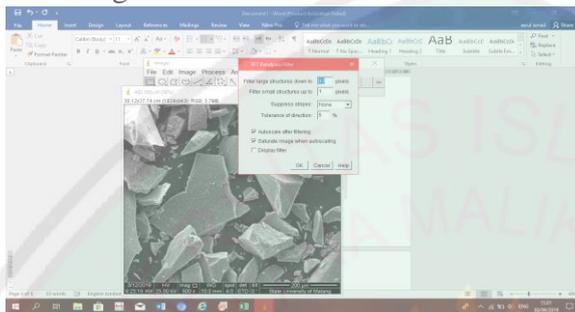
7. Dicontang pada bagian yang diinginkan



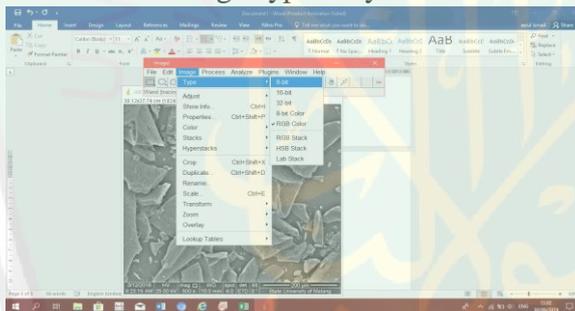
8. Klik Process-FFT-Bandpass filter



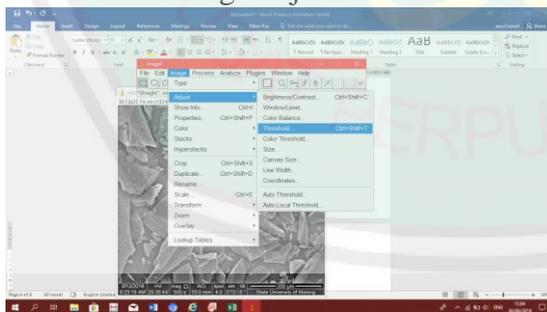
9. Dialog Box disesuaikan



10. Klik Image-type-8 byte



11. Klik-Image-adjust-threshold



12. Dialog box disesuaikan

TiO₂ non CTAB**Diketahui**

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

Ditanya ?

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,2 \text{ eV}} = 387 \text{ nm}$$

TiO₂ CTAB 0.05 mol**Diketahui**

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

Ditanya ?

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,0 \text{ eV}} = 413 \text{ nm}$$

TiO₂ CTAB 0.1 mol**Diketahui**

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

Ditanya ?

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

TiO₂ CTAB 0.15 mol**Diketahui**

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

Ditanya ?

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,0 \text{ eV}} = 413 \text{ nm}$$