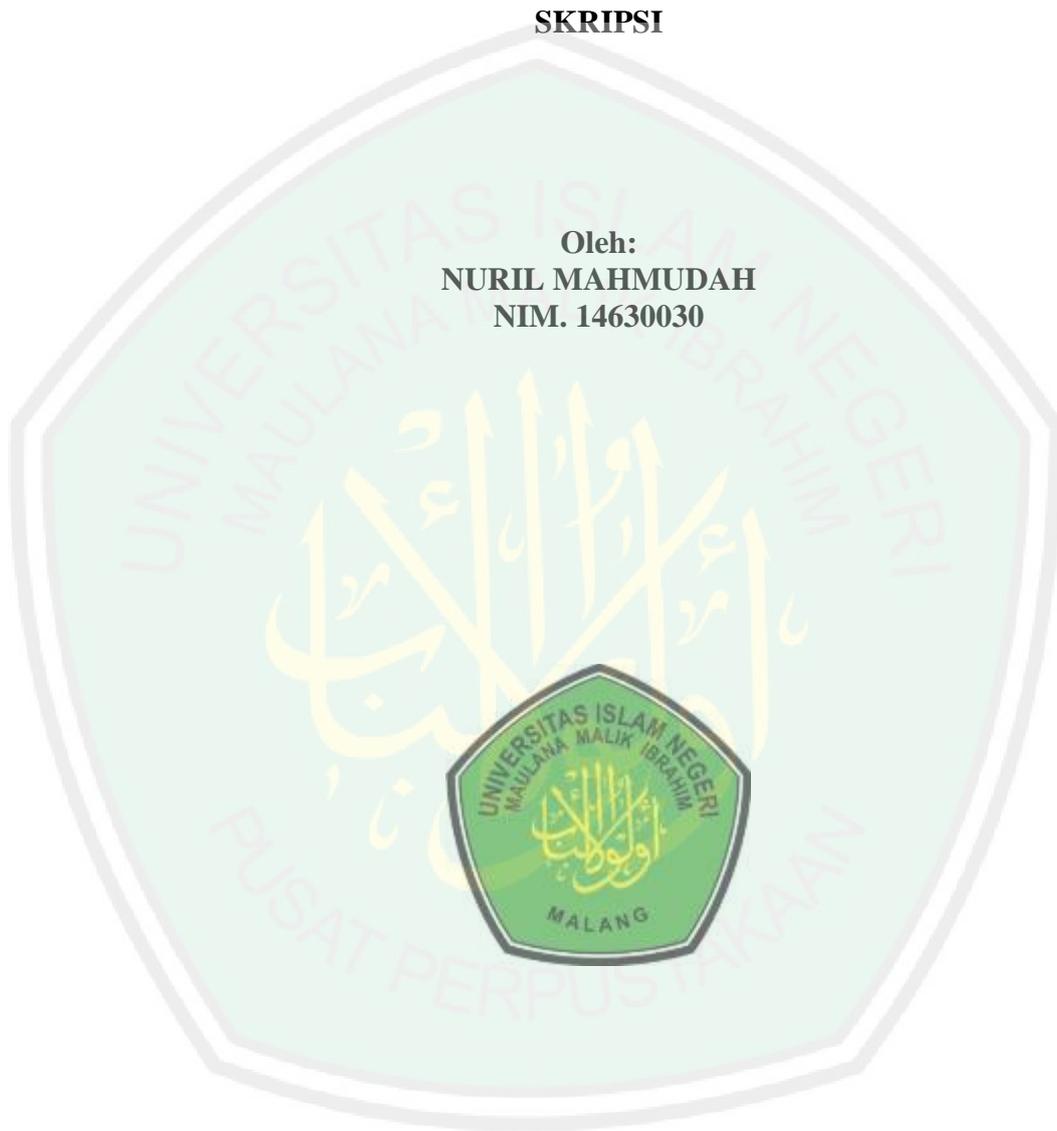


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
NURIL MAHMUDAH
NIM. 14630030



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
NURIL MAHMUDAH
NIM. 14630030

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 TiO₂
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
NURIL MAHMUDAH
NIM. 14630030

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 13 Desember 2019

Pembimbing I

Pembimbing II


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


M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I
NIPT. 201402011409

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**




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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂
MENGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU**

SKRIPSI

Oleh:
NURIL MAHMUDAH
NIM. 14630030

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 13 Desember 2019

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 2008012 010	(.....)
Ketua Penguji	: Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(.....)
Sekretaris Penguji	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Anggota Penguji	: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I NIPT. 201402011409	(.....)

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



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

PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nuril Mahmudah

NIM : 14630030

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu

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 hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 13 Desember 2019
Yang Membuat Pernyataan,



Nuril Mahmudah
NIM. 14630030

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, tiada kata terindah selain syukur kepada Allah Swt. yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga saya dapat menimba sebagian dari ilmu-Nya dan dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam tetap terlimpah curahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad saw. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan tulisan ini untuk:

Kedua orang tua saya, Bapak Ka'im dan Ibu Sholihah yang senantiasa dengan ikhlas mendoakan, memberi dukungan, dan memenuhi semua kebutuhan penulis dalam menuntut ilmu hingga dapat menyelesaikan tulisan ini. Untuk keluarga tercinta yang selalu memberikan doa dan motivasi kepada penulis.

Tak lupa untuk seluruh teman-teman seperjuangan Anorganik, Chemistry 14 khususnya kelas B, serta seluruh guru dan dosen yang memberikan dukungan, doa, dan ilmunya kepada penulis. Serta semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah membantu terealisasinya skripsi ini, semoga Allah selalu melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua.

Aamiin..

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah Swt. yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, atas segala nikmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan proposal penelitian yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 MENGGUNAKAN METODE SOLVOTERMAL PADA VARIASI SUHU”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada junjungan Nabi Muhammad saw., sosok teladan dalam membangun peradaban dan budaya pemikiran. Iringan doa dan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang serta dosen pembimbing yang dengan sabar memberikan ilmu, pengarahan, dan nasehat selama penyusunan skripsi.
4. Ibu Nur Aini, M.Si yang penuh kesabaran dan kearifan yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis dalam menyelesaikan laporan penelitian ini.
5. Ibu Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc selaku konsultan dengan penuh kesabaran dan kearifan telah memberikan arahan dan pengetahuan tambahan.
6. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Sc yang penuh kesabaran dan kearifan telah memberikan arahan dan pengetahuan tambahan.

7. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen penguji yang senantiasa memberikan evaluasi dan saran dalam penulisan skripsi.
8. Bapak M. Mukhlis Fakhruddin, M.S.I selaku dosen pembimbing agama yang telah memberikan evaluasi dan saran dalam penyusunan skripsi khususnya dalam bidang keislaman.
9. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
10. Seluruh laboran dan staff administrasi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
11. Kedua orang tua penulis, Bapak Ka'im dan Ibu Sholikhah serta saudara-saudara penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
12. Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2014 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis.
13. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan laporan penelitian ini sampai selesai disusun, yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian proposal ini diridhoi oleh Allah Swt. dan dicatat sebagai amal sholeh Bapak/Ibu/Saudara sekalian. Penulis menyadari bahwa dalam

penyusun proposal ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun. Akhir kata, penulis berharap semoga proposal ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak. Amin ya robbal alamin.

Malang, Desember 2019



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Semikonduktor sebagai Material Fotokatalis	8
2.2 Karakteristik Semikonduktor TiO ₂	10
2.3 Sintesis TiO ₂ dengan Metode Solvotermal	13
2.4 Proses Degradasi Polutan Organik dengan Fotokatalis TiO ₂	18
2.5 Pemanfaatan Fotokatalis dalam Perspektif Islam	21
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat	25
3.2.2 Bahan	25
3.3 Tahapan Penelitian	25
3.4 Prosedur Kerja	26
3.4.1 Sintesis Material TiO ₂ Menggunakan Metode Solvotermal	26
3.4.1.1 Sintesis Material TiO ₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Waktu.....	26
3.4.1.2 Sintesis Material TiO ₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Suhu	26
3.4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel dengan Difraksi Sinar- X	27
3.4.3 Karakterisasi Morfologi dengan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	27
3.4.4 Karakteristik Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita dengan DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectrofotometer</i>)	27

3.4.5 Analisis Data	28
BAB IV PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Sintesis TiO ₂ Menggunakan Metode Solvotermal.....	30
4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel dengan Difraksi Sinar-X	33
4.3 Karakterisasi Morfologi TiO ₂ Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	38
4.4 Karakterisasi Menggunakan <i>Diffuse Reflectance Spectrophotometer</i> (DRS)	42
4.5 Fotokatalis TiO ₂ dalam Perspektif Islam	45
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	54



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Daerah energi pada semikonduktor	9
Gambar 2.2 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor	10
Gambar 2.3 Struktur kristal TiO ₂	11
Gambar 2.4 Difraktogram XRD dari TiO ₂ anatas metode solvotermal.....	15
Gambar 2.5 Difraktogram TiO ₂ anatas metode solvotermal dengan variasi pH dan kecepatan pengadukan	16
Gambar 2.6 Difraktogram TiO ₂ yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada (a) 120 °C selama 12 jam, (b) 170 °C selama 24 jam, (c) 200 °C selama 24 jam, and (d) 250 °C selama 10 jam.....	17
Gambar 2.7 Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor	18
Gambar 2.8 Spektra absorpsi UV dari larutan MO yang dikatalis dengan TiO ₂ (a) metode hidrotermal dan (b) metode sol-gel	19
Gambar 2.9 Proses fotodegradasi metilen biru	20
Gambar 2.10 Spektra absorbansi metilen biru	21
Gambar 4.1 Dugaan reaksi yang terjadi pada sintesis solvotermal. (a) Pembentukan Ti(OiPr) ₃ (OAc), (b) pembentukan dimer, (c) reaksi kondensasi dimer menghasilkan oligomer.....	31
Gambar 4.2 Hasil sintesis TiO ₂ menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu (a) 150 °C (b) 175 °C (c) 200 °C (d) 225 °C	32
Gambar 4.3 Difraktogram TiO ₂ hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu 150 °C dengan lama waktu sintesis (a) 2 jam dan pengeringan 1 jam (b) 2 jam dan pengeringan 12 jam (c) 12 jam dan pengeringan 12 jam (d) 12 jam dan pengeringan 24 jam	33
Gambar 4.4 Hasil difraktogram TiO ₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis (a) 150 °C, (b) 175 °C, (c) 200 °C, dan (d) 225 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam	35
Gambar 4.5 Hasil <i>refinement</i> difraktogram TiO ₂ pada suhu sintesis 150 °C	36
Gambar 4.6 Hasil analisis SEM TiO ₂ pada suhu sintesis (a,b) 150 °C, (c,d) 175 °C, (e,f) 200 °C, dan (g,h) 225 °C, (a,c,e,g) perbesaran 20.000x, (b,d,f,h) perbesaran 40.000x	39
Gambar 4.7 Distribusi ukuran partikel TiO ₂ ang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu (a) 150 °C, (b) 175 °C, (c) 200 °C, dan (d) 225 °C.....	41
Gambar 4.8 Hubungan spectra UV-DRS antara reflektansi dengan panjang gelombang	42
Gambar 4.9 Hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi foton	43

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Parameter sel satuan TiO ₂ dengan variasi suhu sintesis menggunakan metode <i>Le-Bail</i>	37
Tabel 4.2	Pengaruh suhu sintesis terhadap ukuran kristal TiO ₂	37
Tabel 4.3	Energi celah pita material TiO ₂	44



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	54
Lampiran 2. Perhitungan Kadar.....	56
Lampiran 3. Standar <i>Database</i> XRD.....	57
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD.....	59
Lampiran 5. Penentuan Parameter Kisi dengan Perhitungan Le Bail Menggunakan Program Rietica.....	64
Lampiran 6. Perhitungan Ukuran Kristal TiO ₂	68
Lampiran 7. Perbesaran TiO ₂ Analisis Menggunakan SEM pada Suhu Sintesis 200 dan 225 °C.....	69
Lampiran 8. Hasil Penentuan Energi <i>Band Gap</i> dengan Persamaan Kubelka- Munk.....	70
Lampiran 9. Tahapan Analisis Ukuran dengan Software <i>Image-J</i>	72



ABSTRAK

Mahmudah, Nuril. 2018. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal pada Variasi Suhu. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Elok Kamilah Hayati, M.Si; Pembimbing II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I; Konsultan: Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc.

Kata kunci: Fotokatalis, TiO₂, Solvotermal

Titanium dioksida (TiO₂) adalah salah satu bahan semikonduktor yang biasa diterapkan sebagai fotokatalis, khususnya sebagai solusi untuk berbagai permasalahan lingkungan seperti penanganan limbah organik. Dalam penelitian ini, TiO₂ disintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis 150, 175, 200, dan 225 °C. Prekursor yang digunakan adalah TTIP dengan pelarut isopropanol dan penambahan asam asetat. Karakterisasi TiO₂ hasil sintesis menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk mengetahui karakteristik struktur, *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui sifat optik yang terdiri dari energi celah pita dan daerah serapan sinar, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi TiO₂.

Data XRD menunjukkan bahwa fasa anatas terbentuk pada TiO₂ yang disintesis pada suhu solvotermal 150, 175, 200, dan 225 °C selama 12 jam dengan pengeringan selama 24 jam pada suhu 100 °C. Suhu sintesis mempengaruhi ukuran kristal TiO₂ pada suhu 150, 175, 200, dan 225 °C secara berurutan adalah 24.34; 20.29; 27.04; 54.11. Berdasarkan data SEM, TiO₂ memiliki bentuk morfologi sterik dengan distribusi partikel mayoritas berukuran antara 1-20 nm. Pemberian suhu yang berbeda tidak berpengaruh secara signifikan terhadap energi celah pita TiO₂ pada suhu 150, 175, 200, dan 225 °C secara berturut-turut adalah 3.05; 3.04; 3.08; 3.10 eV.

ABSTRACT

Mahmudah, Nuril. 2019. **Synthesis and Characterization of TiO₂ Photocatalyst Using Solvothermal Method on Temperature Variation**. Thesis. Department of Chemistry Science and Technology Faculty Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Elok Kamilah Hayati, M. Si, Supervisor II: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I, Consultant: Lulu'atul Hamidatul Ulya, M.Sc.

Keywords: Photocatalyst, TiO₂, Solvothermal

Titanium dioxide (TiO₂) is a semiconductor material commonly used as a photocatalyst, especially as a solution for various environmental problems such as decomposing organic pollutants. In this study, TiO₂ was synthesized using the solvothermal method at a synthesis temperature of 150, 175, 200, and 225 °C. The precursor used is TTIP with isopropanol solvent and the addition of acetic acid. The sample was studied by X-Ray Diffraction (XRD) to determine the characteristics of the structure, UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS) to determine the optical properties consisting of band gap energy and absorption area of light, and Scanning Electron Microscope (SEM) to determine the morphology of TiO₂.

Characterization result of XRD data showed that anatase phase has formed on TiO₂ and solvothermal temperatures of 150, 175, 200, and 225 °C for 12 hours by drying for 24 hours at 100 °C. The synthesis temperature affects the size of the TiO₂ crystals at temperatures of 150, 175, 200, and 225 °C respectively 24.34; 20.29; 27.04; 54.11. Based on SEM data, TiO₂ has a spherical shape with the distribution of majority particles sized between 1-20 nm. Giving different temperatures does not significantly change the band gap energy of the TiO₂ at temperatures of 150, 175, 200, and 225 °C, respectively is 3.05; 3.04; 3.08; 3.10 eV.

الملخص

محمّده، ن. ٢٠١٩. التوليف و التوصيف من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) باستخدام طريقة سولفوتيرمال اختلاف درجة الحرارة. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة ١: ايلوك كاملة حياتي الماجيستر، المشرف ٢: م. مجلس فحردين الماجيستر، المستشار: لولوثة الحمدة الأليا الماجيستر

الكلمات المفتاحيات: الضوئية، ثاني أكسيد التيتانيوم ، سولفوتيرمال.

ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) هو مادة شبه موصلة تستخدم عادة كمحفز ضوئي ، وخاصة كحل للمشاكل البيئية المختلفة مثل معالجة النفايات العضوية. في هذه الدراسة ، تم تصنيع TiO_2 باستخدام الطريقة الذائبة في درجة حرارة تركيبية ١٥٠ و ١٧٥ و ٢٠٠ و ٢٢٥ درجة مئوية. السلائف المستخدمة هي TTIP مع مذيب الأيزوبروبانول وإضافة حمض الأسيتيك. توصيف TiO_2 الذي تم توليفه باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد خصائص الهيكل ، التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المنعكسة (DRS) لتحديد الخواص البصرية التي تتكون من طاقة فجوة النطاق ومنطقة الامتصاص ، ومسح المجهر الإلكتروني (SEM) لتحديد مورفولوجيا TiO_2 .

أظهرت بيانات XRD أن المرحلة العليا شكلت TiO_2 والتي تم تصنيعها في درجات حرارة منخفضة الحرارة ١٥٠ و ١٧٥ و ٢٠٠ و ٢٢٥ درجة مئوية لمدة ١٢ ساعة عن طريق التجفيف لمدة ٢٤ ساعة عند ١٠٠ درجة مئوية. تؤثر درجة حرارة التوليف على حجم بلورات TiO_2 عند درجات حرارة ١٥٠ و ١٧٥ و ٢٠٠ و ٢٢٥ درجة مئوية على التوالي ٢٤.٣٤ ؛ ٢٠:٢٩ . ٢٧.٠٤ . ٥٤.١١ . بناءً على بيانات SEM ، يحتوي TiO_2 على شكل مورفولوجي مع توزيع جزيئات الأغلبية التي يتراوح حجمها بين ١-٢٠ نانومتر. لا يؤثر إعطاء درجات حرارة مختلفة بشكل كبير على فجوة الطاقة في شريط TiO_2 عند درجات حرارة ١٥٠ و ١٧٥ و ٢٠٠ و ٢٢٥ درجة مئوية على التوالي ٣.٠٥ ؛ ٣.٠٤ ؛ ٣.٠٨ ؛ ٣.١٠ فولت.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Fotokatalisis merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk pengolahan limbah zat warna. Fotokatalisis mampu mendegradasi limbah zat warna sehingga menghasilkan senyawa yang lebih sederhana seperti karbon dioksida dan air. Berdasarkan Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan pada tahun 2017, pencemaran sungai di Indonesia telah mencapai 73,24%. Pembuangan limbah terutama limbah zat warna ke lingkungan perairan oleh industri tekstil menjadi salah satu penyebab tercemarnya lingkungan perairan. Data *World Bank* 2015 memperkirakan, 20% pencemaran air industri global berasal dari pengolah dan pewarnaan tekstil. Hal tersebut dapat mengakibatkan ketidakseimbangan ekosistem dan mengancam keberlangsungan hidup manusia dan makhluk hidup lainnya sehingga perlu dilakukan pengolahan lingkungan yang lebih baik. Allah telah melarang umat manusia untuk membuat kerusakan di bumi, sebagaimana firman Allah dalam surat Al- A'raaf ayat 56.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ
 اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya : “dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik.” (Q.S. Al- A'raaf (7): 56)

Dalam Tafsir Quraish Shihab (2007) menjelaskan bahwa ayat tersebut melarang manusia membuat kerusakan di bumi termasuk menebar kemaksiatan, kezaliman dan permusuhan, serta perintah untuk berdoa kepada Allah dengan rasa takut akan siksa-Nya dan berharap pahala-Nya karena kasih sayang Allah sangat dekat kepada setiap orang yang berbuat baik, dan pasti terlaksana. Pencemaran lingkungan oleh limbah zat warna termasuk bentuk kerusakan lingkungan. Oleh karena itu, pencemaran limbah merupakan salah satu permasalahan lingkungan yang harus diatasi. Metode fotokatalisis menjadi salah satu upaya yang dilakukan untuk mengurangi pencemaran limbah.

Fotokatalisis merupakan suatu proses katalisis yang memanfaatkan cahaya sebagai sumber energi. Fotokatalisis menggunakan bahan katalis yang dapat meningkatkan laju reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksikan oleh cahaya. Fotokatalisis telah diterapkan dalam berbagai aplikasi seperti degradasi *methylene blue* (Choi, dkk., 2009), *methyl orange* (Kavitha, dkk., 2013), *4-nitrophenol* (Bellardita, dkk., 2016), dan produksi biodiesel (Kartika dan Widyaningsih, 2012) serta *water splitting*, yaitu proses pemecahan air menjadi hidrogen dan oksigen sebagai energi terbarukan (Liao, dkk., 2012). Material yang digunakan sebagai fotokatalis adalah suatu semikonduktor yang memiliki *band gap energy* yang sangat tipis yakni antara 0,5-5 eV. Hal ini menyebabkan ketika terjadi penyerapan foton dengan energi $h\nu$ sama besar atau melebihi perbedaan energi E_g pada semikonduktor, maka elektron (e^-) pada pita valensi berpindah menuju pita konduksi dan meninggalkan *hole* (h^+) yang bermuatan positif di pita valensi (Fujishima dkk., 2008). Terbentuknya elektron dan *hole* pada semikonduktor tersebut akan menguraikan polutan organik menjadi komponen-komponen yang

lebih sederhana, di mana *hole* mempunyai sifat pengoksidasi kuat dan elektron bersifat pereduksi (Lestari, 2009).

Beberapa jenis material yang sering digunakan dalam proses fotokatalis TiO_2 , CdS, ZnO, GaP, SiC, WO_3 , dan Fe_2O_3 . Semikonduktor titanium dioksida (TiO_2) termasuk salah satu material semikonduktor yang telah banyak dilaporkan aktivitas fotokatalitiknya. TiO_2 memiliki beberapa kelebihan antara lain yaitu tidak bersifat toksik, harga yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, stabilitas termal yang cukup tinggi, memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi, dkk., 2009) dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Fatimah, 2009).

Metode sintesis fotokatalis TiO_2 akan mempengaruhi karakter struktur dan ukuran partikel yang akan diperoleh. Sintesis TiO_2 telah dilakukan dengan berbagai metode seperti sol-gel, sonikasi, dan hidrotermal. Kavitha, dkk. (2013) menyebutkan bahwa sintesis TiO_2 dengan metode hidrotermal menghasilkan kristal TiO_2 dengan kristalinitas yang lebih tinggi dan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan TiO_2 yang disintesis dengan metode sol-gel. Liu, dkk. (2014) telah melakukan sintesis TiO_2 dengan metode sol-gel, ko-presipitasi, hidrolisis, hidrotermal, dan *sluggishi precipitation*. Diantara kelima metode tersebut, metode hidrotermal memiliki aktivitas fotokatalisis yang paling baik.

Metode hidrotermal menggunakan pelarut air sedangkan metode solvotermal menggunakan pelarut organik. Byrappa (2001) menjelaskan sintesis solvotermal sebagai reaksi heterogen dalam media cair yang dilakukan di atas suhu kamar dan pada tekanan lebih besar dari 1 atm. Sintesis solvotermal dilakukan dalam *autoclave* yang terisolasi pada suhu relatif rendah sehingga

reaksi yang awalnya tidak dapat terjadi pada kondisi biasa, akan terjadi pada kondisi solvotermal. Adapun beberapa kelebihan hidrotermal dan solvotermal yaitu terbentuk *powder* secara langsung dari larutan, ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan material awal dan kondisi solvotermal yang berbeda (Ningsih, 2016), serta kristal yang diperoleh memiliki distribusi ukuran partikel yang sempit, morfologi terkontrol dan kemurnian tinggi (Rao dan Biswas, 2014). Byranvand, dkk. (2013) menjelaskan bahwa sintesis TiO_2 dengan metode solvotermal akan memberikan kontrol ukuran dan distribusi bentuk partikel serta kristalinitas TiO_2 yang lebih baik dibandingkan dengan metode hidrotermal.

Suhu solvotermal akan mempengaruhi struktur fasa dari kristal TiO_2 yang diperoleh. Sintesis TiO_2 telah dilakukan Zhang, dkk. (2009) menggunakan metode solvotermal dengan pelarut etanol pada suhu $180\text{ }^\circ\text{C}$ dan mendapatkan kristal TiO_2 dengan fasa anatase. Melkarne, dkk. (2010) melaporkan bahwa sintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal pada suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ diperoleh kristal TiO_2 anatase. Sementara itu, Reddy, dkk (2004) telah melakukan sintesis TiO_2 menggunakan metode hidrotermal dengan prekursor TiCl_4 dalam pelarut air, dengan variasi kondisi sintesis yaitu pada suhu dan waktu. Penelitian tersebut menunjukkan bahwa sintesis pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa murni anatase, sintesis pada suhu 170 dan $200\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa campuran anatase dan rutil, sedangkan pada suhu $250\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa rutil. Hal tersebut menunjukkan bahwa suhu sintesis berpengaruh terhadap kristalinitas TiO_2 dan fasa kristalnya.

Suhu sintesis berpengaruh terhadap kondisi kritis dari pelarut. Pada sintesis solvotermal, ketika terjadi kenaikan suhu maka kepadatan cairan akan menurun, sebaliknya kepadatan gas akan meningkat. Pada titik kritis, kerapatan cairan dan gas akan sama. Kemudian cairan dan gas menjadi tidak bisa dibedakan, dan titik superkritis pelarut berada diantara gas dan cairan. Difusi reaktan pada titik super kritis pelarut akan terjadi lebih cepat daripada pelarut cair, yang berarti padatan dapat larut dan bermigrasi lebih cepat pada kondisi super kritis. Seiring meningkatnya difusivitas reaktan dan menurunnya viskositas akan meningkatkan laju reaksi (Kiran, 2014). Suhu sintesis yang berbeda akan memberikan kondisi superkritis dari pelarut yang berbeda, sehingga dapat mempengaruhi proses pertumbuhan kristal dan kristalinitas TiO_2 hasil sintesis.

Berdasarkan hal tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi material TiO_2 menggunakan metode sintesis solvotermal dengan prekursor titanium (IV) isopropoksida (TTIP) dan pelarut isopropanol pada variasi suhu 150, 175, 200, dan 225 °C untuk mengetahui pengaruh suhu solvotermal terhadap karakter struktur, morfologi, serapan sinar, dan energi celah pita. Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran partikel TiO_2 . Karakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi TiO_2 . Karakterisasi menggunakan DRS untuk mengetahui karakter serapan sinar dan energi celah pita dari fotokatalis.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana identifikasi fisik TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu?

2. Bagaimana karakteristik struktur TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu?
3. Bagaimana morfologi TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu?
4. Bagaimana karakteristik sifat optik TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui identifikasi fisik TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu.
2. Untuk mengetahui karakteristik struktur TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu.
3. Untuk mengetahui morfologi TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu.
4. Untuk mengetahui karakteristik sifat optik TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu.

1.4 Batasan Masalah

1. Sintesis TiO_2 dengan menggunakan metode solvotermal dengan prekursor TTIP dan pelarut isopropanol.
2. Variasi suhu solvotermal yang digunakan adalah 150, 175, dan 200, 225 °C.
3. Karakterisasi TiO_2 dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui karakter struktur.

4. Karakterisasi TiO_2 dilakukan dengan instrument *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi TiO_2 .
5. Karakterisasi TiO_2 dilakukan dengan instrumen *Diffuse Reflectance Spectrofotometer* (DRS) untuk mengetahui serapan sinar dan energi celah pita

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi baru tentang karakter struktur TiO_2 yang disintesis dari prekursor TTIP dan pelarut isopropanol dengan metode solvotermal dan pengaruh suhu serta waktu sintesis terhadap TiO_2 yang dihasilkan.

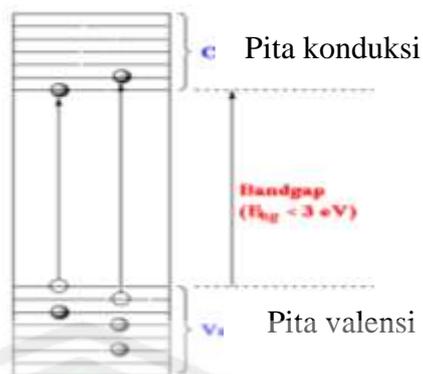
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor sebagai Material Fotokalis

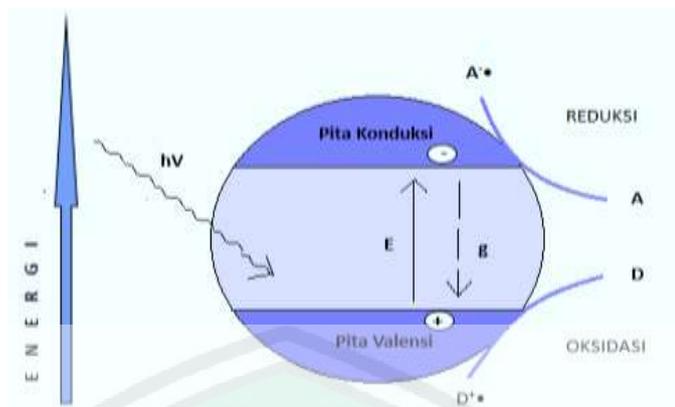
Semikonduktor merupakan material yang memiliki nilai resistivitas listrik umumnya pada kisaran 10^{-2} sampai 10^9 ohm-cm pada suhu kamar, yaitu berada diantara konduktor (10^{-6} ohm-cm) dan isolator (10^{14} sampai 10^{22} ohm-cm) (Kittle, 1976). Pada semikonduktor, pita konduksi adalah pita yang berkarakter anti ikatan (pita antibonding) dan tidak terisi elektron (*hole*). Pita valensi adalah pita yang berkarakter ikatan (pita bonding) dan terisi elektron. Kedua pita tersebut dipisahkan oleh energi celah pita atau *band gap energy* (E_g).

Energi celah pita terjadi karena adanya *overlapping* orbital atom sehingga dapat memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal tersebut mengakibatkan bahan semikonduktor dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga meningkatkan kepekaan terhadap reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksi oleh cahaya. Ketika bahan semikonduktor tersebut dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari energi celah pitanya, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi yang mengakibatkan terdapat *hole* (h^+) pada pita valensi (Effendy, 2010). Eksitasi elektron yang mengisi pita konduksi adalah sama banyaknya dengan elektron yang meninggalkan *hole* pada pita valensi. Ilustrasi daerah energi pada semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)

Kemampuan semikonduktor dalam menghasilkan elektron dan *hole* dengan proses induksi cahaya menjadikan material semikonduktor efektif dapat digunakan dalam proses fotokatalisis. Fotokatalisis tidak lain merupakan reaksi yang dibantu oleh foton dengan katalis. Bahan yang mampu mendorong reaksi oksidasi dan reduksi dapat bertindak sebagai fotokatalis. Di antara semua bahan yang tersedia, semikonduktor adalah bahan yang sesuai untuk digunakan sebagai material fotokatalis. Iradiasi katalis dengan energi foton yang cukup (yang harus sama atau lebih besar dari energi celah pita) akan mendorong elektron dari pita valensi penuh ke pita konduksi kosong. Pada langkah selanjutnya, pembawa muatan yang dihasilkan harus berdifusi ke permukaan. Selanjutnya elektron induksi foton ini akan dipindahkan ke spesies organik atau anorganik yang telah teradsorpsi dan mendegradasi spesies tersebut. Proses transfer elektron lebih efisien jika spesiesnya sudah teradsorpsi di permukaan (Gunlazuardi, 2001). Mekanisme transfer elektron ke permukaan tersebut akan berkompetisi dengan rekombinasi. Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat diilustrasikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

Jenis semikonduktor yang dapat dipakai pada proses fotokatalisis dapat berasal dari kelompok oksida logam dan sulfida logam. Beberapa kelompok oksida logam misalnya TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , WO_3 , atau SnO_2 , sedangkan dari kelompok sulfida misalnya CdS , ZnS , CuS , FeS (Slamet, dkk., 2003). Semikonduktor TiO_2 sering digunakan untuk dekomposisi air. Hal ini disebabkan TiO_2 memiliki beberapa keuntungan diantaranya mudah proses sintesisnya, sifat elektrokimia yang baik, memiliki kemampuan redoks yang tinggi, memiliki kestabilan fisik dan kimia, tersedia secara komersial dan sifat tidak beracun, serta memiliki aktifitas fotokatalik yang tinggi (Liu, dkk., 2010).

2.2 Karakteristik Semikonduktor TiO_2

Semikonduktor TiO_2 memiliki tiga fase kristal, yaitu anatase, rutil, dan brokit (Gambar 2.3). Fase kristal anatase dan rutil telah dipelajari untuk berbagai aplikasi fotokatalisis sedangkan brokit tidak begitu dikenal secara umum. Kristal TiO_2 brokit memiliki struktur ortorombik yang mana ikatan antara oktahedral terjadi melalui pembagian tiga sudut peroktahedralnya. Pada kristal brokit terjadi

distorsi maksimum yang menyebabkan struktur kristal tidak stabil (Nitya, 2012). Struktur anatas dan rutil memiliki bentuk rantai oktahedral TiO_6 dengan setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam atom O^{2-} oktahedron. Struktur kristal rutil dan anatas dibedakan pada distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedronnya. Pada kristal TiO_2 rutil hanya memperlihatkan sedikit distorsi ortorombik, sedangkan oktahedron dalam kristal anatas secara signifikan terdistorsi sehingga simetrinya lebih rendah dari pada ortorombik (Linsebigier, dkk., 1995).



Gambar 2.3 Struktur kristal TiO_2 (Fujishima, dkk., 2008)

TiO_2 fase kristal rutil dan anatas memiliki struktur kisi yang berbeda sehingga menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik pada struktur kedua kristal TiO_2 tersebut (Sivaranjani, 2012). Jarak Ti-Ti pada kristal anatas (3,79 dan 3,04 Å) lebih besar dari pada kristal rutil (3,57 dan 2,96 Å) sedangkan jarak Ti-O anatas (1,934 dan 1,980 Å) lebih pendek dari pada kristal rutil (1,949 dan 1,980 Å) (Burdett, dkk., 1987). Pada kristal anatas, masing-masing oktahedron terhubung dengan delapan oktahedron lainnya, yaitu empat atom terhubung pada sisi dan empat atom terhubung pada sudut. Pada kristal rutil, masing-masing oktahedron terhubung dengan 10 oktahedron lainnya, yaitu pada dua tepi oksigen dan delapan atom oksigen sudut (Tracy, dkk., 2006).

Anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas yaitu memiliki besar celah pita dengan rentang energi sebesar 3,2 eV dibandingkan rutil yang memiliki rentang energi celah pita sebesar 3,0 eV. Secara umum, kristal anatas memberikan hasil fotokatalitik yang lebih baik dari pada kristal rutil. Hal ini dikarenakan pada kristal anatas, bagian bawah pita konduksi terletak lebih negatif daripada rutil sehingga menghasilkan elektron dengan potensi reduksi lebih tinggi (Kavan, 1996). Selain itu, suhu sintesis juga mempengaruhi aktivitas fotokatalis dari kedua struktur kristal TiO₂. Biasanya kristal rutil diperoleh dengan suhu sintesis yang lebih tinggi dari pada untuk kristal anatas. Pada suhu yang lebih tinggi, ada kemungkinan aglomerasi partikel yang menyebabkan peningkatan ukuran partikel dan terjadi penurunan luas permukaan (Jacob, 2009).

Semikonduktor TiO₂ merupakan semikonduktor yang paling cocok digunakan dalam berbagai reaksi fotokatalisis (Galinska, 2004). Beberapa keunggulan dari TiO₂ adalah :

1. TiO₂ memiliki efisiensi kuantum dan aktivitas fotokatalisis yang tinggi (Fujishima, 2000).
2. Reaksi fotokatalisis dapat berlangsung cepat pada kondisi ambien sehingga memungkinkan banyak kontaminan organik terkonversi menjadi air dan CO₂, dan tidak menggunakan reaktan kimia tambahan serta tidak terjadi reaksi samping yang tidak diharapkan (Licciuli, 2002).
3. Tidak menimbulkan bahaya keracunan dan harganya murah (Rao, 2003).

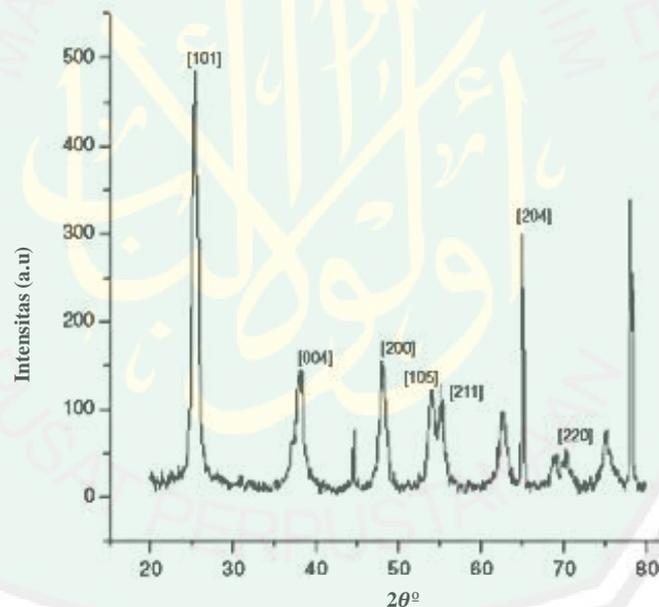
2.3 Sintesis TiO₂ dengan Metode Solvotermal

Metode solvotermal merupakan metode sintesis yang memanfaatkan percepatan reaksi heterogen yang kuat dan peningkatan kelarutan sebagian besar senyawa anorganik dalam pelarut di bawah tekanan. Metode solvotermal identik dengan metode hidrotermal, perbedaannya hanya pada pelarut yang digunakan di mana metode solvotermal menggunakan pelarut organik sedangkan metode hidrotermal menggunakan pelarut air. Sintesis solvotermal biasanya mengacu pada reaksi heterogen yang dilakukan di media berair di atas 100 °C dan 1 bar (Canu, 2017). Pertumbuhan kristal dibentuk dalam apparatus yang terdiri dari tekanan *vessel* baja yang disebut *autoclave*. Di bawah kondisi solvotermal, uap air yang tidak dapat keluar menyebabkan tekanan pada sistem meningkat. Kondisi ini kemudian menyebabkan pelarut dalam keadaan superkritis sehingga reaksi dapat terjadi. Dalam kondisi superkritis, fasa gas dan fasa cairan tidak dapat dibedakan. Selain itu juga terjadi penurunan viskositas cairan, sehingga proses difusi dari reaktan ke pelarut lebih mudah.

Sintesis material melalui metode solvotermal adalah proses kristalisasi langsung dari larutan yang biasanya melibatkan dua tahap, yaitu nukleasi kristal dan pertumbuhan kristal. Nukleasi kristal terjadi ketika larutan menjadi jenuh atau kelarutan zat terlarut telah melebihi batasnya. Reaksi ini termasuk reaksi ireversibel, dimana zat terlarut mengendap menjadi gugus kristal. Kemudian, akan terjadi pertumbuhan kristal baik itu secara bersamaan atau berurutan.

Beberapa tahun terakhir, sintesis solvotermal telah digunakan untuk menyiapkan berbagai bahan anorganik seperti oksida logam, *chalcogenides*, kerangka logam-organik, bahan berpori dan nanomaterial. Sintesis solvotermal

memiliki beberapa keuntungan antara lain, dapat mensintesis senyawa-senyawa dengan unsur-unsur dalam keadaan oksidasi yang sulit dicapai. Metode solvotermal dapat digunakan untuk pembuatan fase suhu rendah senyawa yang stabil. Selain itu, kristal yang diperoleh memiliki serbuk kristal dengan distribusi ukuran partikel yang sempit, morfologi terkontrol dan kemurnian tinggi (Rao dan Biswas, 2014). Oves, dkk. (2017) menjelaskan bahwa sintesis kristal TiO_2 dengan menggunakan metode solvotermal dengan pelarut organik dapat menghasilkan TiO_2 dengan kontrol ukuran, bentuk, dan kristalinitas yang lebih baik dibandingkan dengan metode hidrotermal dengan pelarut air.

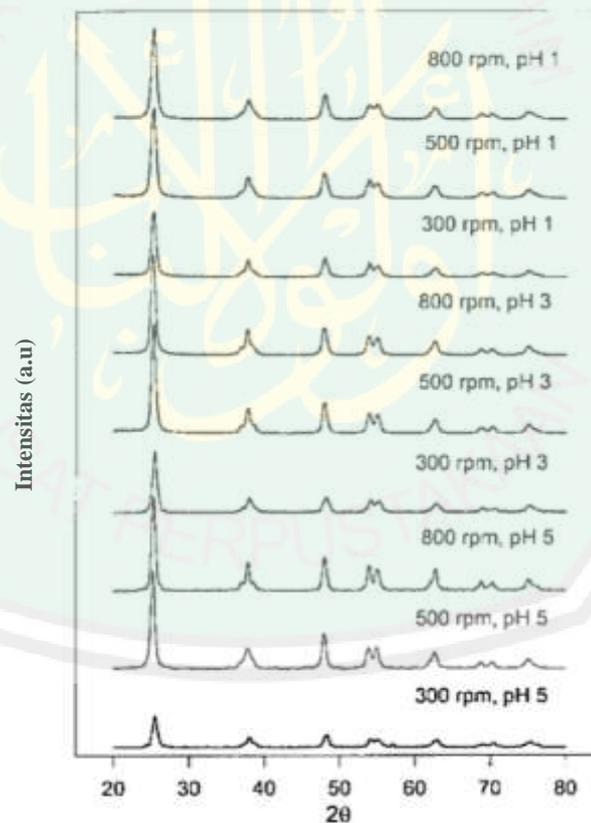


Gambar 2.4 Difraktogram XRD dari TiO_2 anatase metode solvotermal (Liu, dkk., 2014)

Liu, dkk. (2014) melaporkan bahwa sintesis TiO_2 dengan metode solvotermal menghasilkan kristalinitas yang tinggi dengan struktur kristal anatase. Selain itu, kristal yang dihasilkan memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dari

pada metode sol-gel, ko-presipitasi, dan hidrolisis. Difraktogram dari TiO_2 anatas dengan metode solvotermal ditunjukkan pada Gambar 2.4.

Nam dan Han (2003) telah mensintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal dengan variasi pH dan kecepatan pengadukan. TiO_2 metode solvotermal dilaporkan memiliki kristalinitas yang tinggi dengan ukuran kristal yang relatif kecil. Hasil karakterisasi menggunakan XRD dapat dilihat pada Gambar 2.5 yang menunjukkan struktur kristal TiO_2 anatas. Kristalinitas TiO_2 meningkat dengan menurunnya pH larutan dan meningkatnya kecepatan pengadukan. Berdasarkan hasil karakterisasi, pH optimum diperoleh pada pH 1.

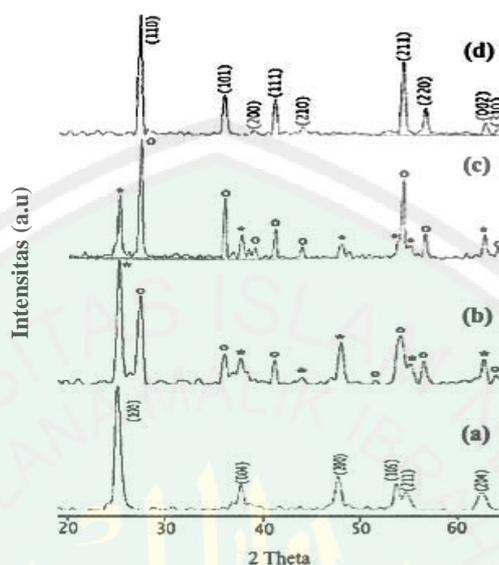


Gambar 2.5 Difraktogram TiO_2 anatas metode solvotermal dengan variasi pH dan kecepatan pengadukan (Nam dan Han, 2003)

Penggunaan pelarut dapat mempengaruhi karakteristik dan morfologi hasil sintesis. Pelarut organik dalam sintesis solvotermal memberikan hasil yang lebih baik, karena pelarut organik akan membantu mengendalikan struktur dan morfologi produk dibandingkan pelarut air pada metode hidrotermal. Penambahan pelarut organik memberikan media reaksi yang sangat baik dalam proses sintesis nanopartikel karena dapat memodulasi laju reaksi dan kesetimbangan dengan mengatur konstanta dielektrik dan densitas pelarut terkait dengan tekanan dan suhu, sehingga menghasilkan reaksi yang lebih cepat dan partikel yang lebih kecil. Lopez, dkk. (2011) mensintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal dengan variasi pelarut etanol, methanol, dan isopropanol. TiO_2 yang disintesis dalam pelarut isopropanol dilaporkan memiliki luas area yang lebih besar dibanding etanol dan metanol dengan nilai S_{BET} secara berturut-turut adalah 160, 95, dan 84 m^2/g . Hal tersebut menunjukkan bahwa luas permukaan TiO_2 hasil sintesis dipengaruhi oleh panjang rantai dan bentuk rantai (linier atau bercabang) dari pelarut, dimana rantai pelarut yang bercabang akan meningkatkan luas permukaan dan semakin panjang rantai pelarut juga akan meningkat luas permukaannya.

Suhu solvotermal merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi struktur fasa dan kristalinitas TiO_2 yang diperoleh. Reddy, dkk. (2004) telah melakukan sintesis TiO_2 dengan variasi kondisi sintesis yaitu pada suhu dan waktu (Gambar 2.6). Hasil penelitian menunjukkan bahwa sintesis pada suhu 120 °C selama 12 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa murni anatase, sintesis pada suhu 170 dan 200 °C selama 24 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa campuran anatase dan rutil, sedangkan pada suhu 250 °C selama 10 jam diperoleh TiO_2 dengan fasa rutil.

Hal tersebut menunjukkan bahwa peningkatan suhu sintesis akan meningkatkan rasio TiO₂ fasa rutil.

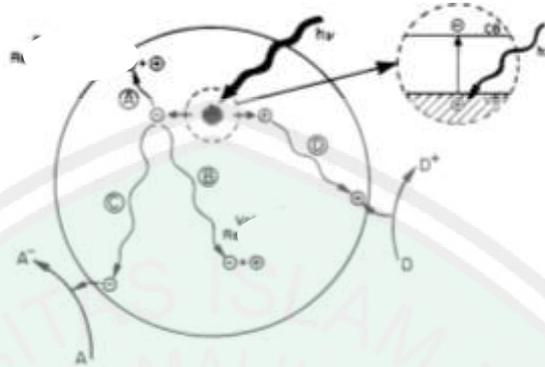


Gambar 2.6 Difraktogram TiO₂ yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada (a) 120 °C selama 12 jam, (b) 170 °C selama 24 jam, (c) 200 °C selama 24 jam, and (d) 250 °C selama 10 jam (Reddy, dkk., 2004)

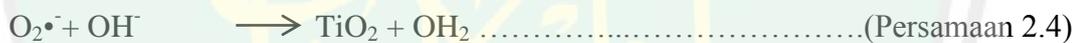
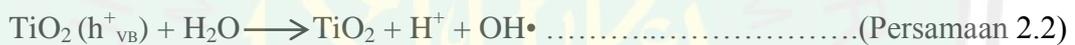
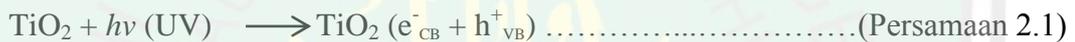
2.4 Proses Degradasi Polutan Organik dengan Fotokatalis TiO₂

Aktivitas fotokatalis TiO₂ dapat terjadi ketika material TiO₂ menyerap cahaya pada panjang gelombang yang sama atau lebih besar dari celah pitaanya, sehingga dapat terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Proses eksitasi elektron tersebut menghasilkan *hole* pada pita valensi dan elektron pada pita konduksi seperti yang dijelaskan pada Gambar 2.7. Adanya pasangan *hole* dan elektron tersebut dapat menghasilkan reaksi oksidasi reduksi senyawa polutan organik pada permukaan semikonduktor TiO₂ (Eufinger, dkk., 2008). Mekanisme reaksi fotokatalitik terjadi dalam beberapa tahap yaitu absorpsi sinar oleh semikonduktor sehingga menyebabkan pembentukan dan pemisahan (elektron)

dan (lubang), absorpsi reaktan, reaksi redoks, dan desorpsi polutan (Kasuma, 2012) yang dijelaskan pada Persamaan 2.1 sampai 2.4.

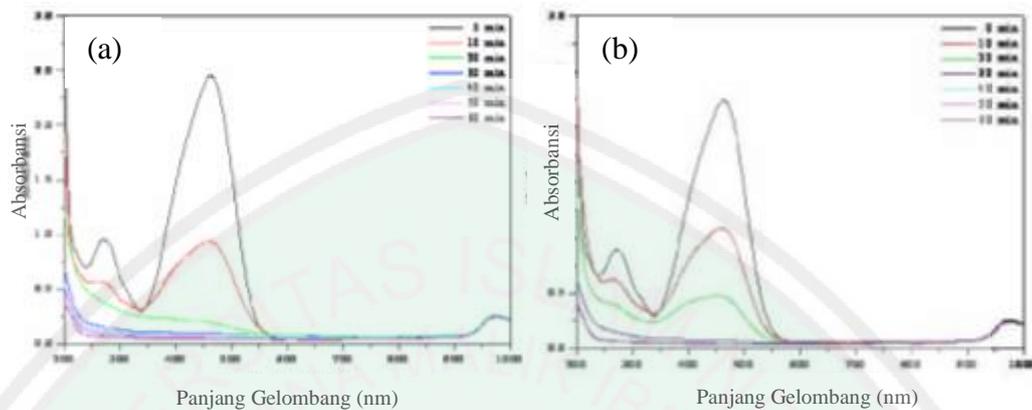


Gambar 2.7 Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor (Linsebigler et. al., 1995)



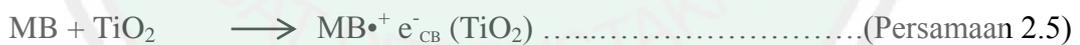
Apri (2006) menjelaskan bahwa aktivitas fotokatalitik secara menyeluruh pada material semikonduktor dapat diketahui dari beberapa faktor yaitu stabilitas semikonduktor, efisiensi proses fotokatalitik, respon kisaran panjang gelombang, dan selektivitas produk. Kavitha, dkk. (2013) melaporkan bahwa TiO_2 yang disintesis dengan metode hidrotermal memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih baik dibandingkan dengan TiO_2 yang disintesis dengan metode sol-gel yang ditunjukkan pada Gambar 2.8. TiO_2 yang disintesis dengan metode hidrotermal menunjukkan aktivitas fotokatalis yang sangat baik dan dapat mendekomposisi *methylene orange* lebih cepat. Hal ini karena TiO_2 metode hidrotermal memiliki

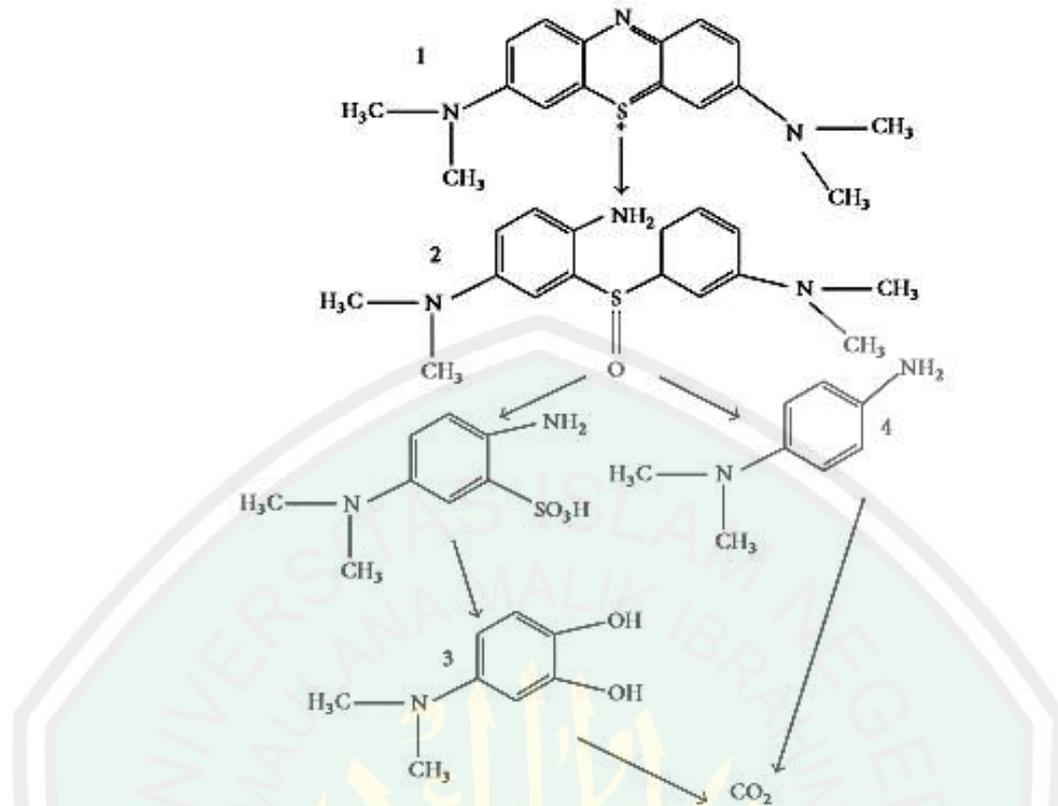
kristalinitas yang lebih tinggi dengan ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO₂ metode sol-gel.



Gambar 2.8 Spektra absorpsi UV dari larutan MO yang dikatalis dengan TiO₂ (a) metode hidrotermal dan (b) metode sol-gel (Kavitha, dkk., 2013)

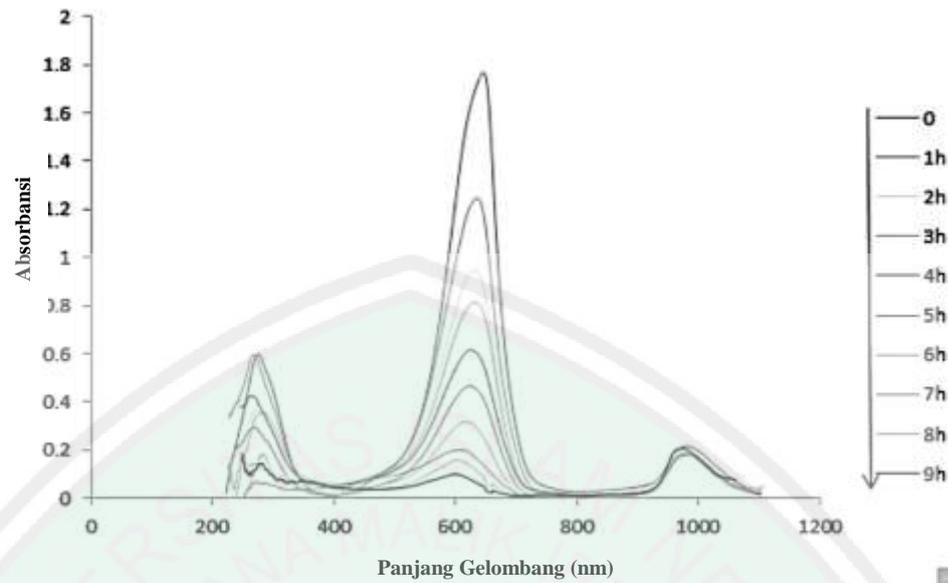
Proses fotodegradasi metilen biru dengan TiO₂ tidak terjadi secara langsung. Degradasi molekul metilen biru terjadi melalui reaksi radikal yang dapat dijelaskan pada Persamaan 2.5 sampai 2.8. Adapun proses fotodegradasi metilen biru sampai menjadi karbon dioksida dan air dapat ditunjukkan pada Gambar 2.9.





Gambar 2.9 Proses fotodegradasi metilen biru (Zuo, dkk., 2014)

Chin, dkk. (2010) telah melakukan uji aktivitas fotokatalis TiO_2 yang disintesis melalui proses *thermal decomposition* pada fotodegradasi metilen biru dimana semakin bertambahnya waktu, maka akan semakin banyak metilen biru yang terdegradasi. Uji aktivitas TiO_2 anatas pada fotodegradasi metilen biru juga dilakukan oleh Dariani, dkk. (2016), dimana degradasi metilen biru dipengaruhi beberapa hal seperti konsentrasi metilen biru, massa TiO_2 , pH, waktu degradasi dan ukuran kristal TiO_2 . Massa metilen biru yang telah terdegradasi akan bertambah dengan semakin kecil ukuran partikel TiO_2 . Selain itu, proses degradasi metilen biru lebih efektif dilakukan pada pH basa yaitu pada pH 11 dari pada pH yang lebih asam. Adapun spektra absorbansi metilen biru ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Spektra absorbansi metilen biru (Dariani, dkk., 2016)

2.5 Pemanfaatan Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Allah SWT berfirman dalam Q.S. Al-Imran (3) ayat 109-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي
 الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ
 وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal,(190) (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan 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.(191)”

Ayat tersebut menjelaskan bahwa terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah Swt. pada setiap ciptaan-Nya dan bagi orang-orang yang berpikir sehingga manusia senantiasa bersyukur kepada-Nya. Kata **لِّأُولِي الْأَلْبَابِ** (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). Manusia diperintahkan oleh Allah Swt. untuk memperhatikan, merenungkan dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi maupun di antara keduanya. Salah satu upaya manusia dalam memikirkan ciptaan-Nya adalah mengenai TiO₂ sebagai material fotokatalis serta upaya meningkatkan aktivitas fotokatalisnya.

Menjaga, merawat, dan meningkatkan kelestarian lingkungan alam adalah tugas manusia sebagai makhluk yang ditunjuk oleh Allah sebagai wakil-Nya di bumi (*khalifatullah fi al 'ardh*), seperti yang disebutkan dalam al Quran surat Hud (11) ayat 61:

﴿وَالِى تَمُودَ أَخَاهُمْ صَالِحًا قَالَ يَنْقُومِ أَعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُمْ مِّنْ إِلَهٍ غَيْرُهُ
هُوَ أَنشَأَكُمْ مِّنَ الْأَرْضِ وَأَسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تَوْبُوا إِلَيْهِ إِنَّ

رَبِّى قَرِيبٌ مُّجِيبٌ ﴿٦١﴾

Artinya: “dan kepada Tsamud (kami utus) saudara mereka shaleh. Shaleh berkata: "Hai kaumku, sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada bagimu Tuhan selain Dia. Dia telah menciptakan kamu dari bumi (tanah) dan menjadikan kamu pemakmurnya[726], karena itu mohonlah ampunan-

Nya, kemudian bertobatlah kepada-Nya, Sesungguhnya Tuhanku Amat dekat (rahmat-Nya) lagi memperkenankan (doa hamba-Nya).”

Membuang limbah berbahaya seperti limbah zat warna ke lingkungan perairan termasuk tindakan membuat kerusakan di bumi, dimana ketidakamanan manusia terhadap tugasnya sebagai *khalifatullah fi al 'ardh*. Allah Swt. telah melarang manusia untuk membuat kerusakan di muka bumi sebagaimana firman Allah dalam surat Asy- syu'araa (26) ayat 183.

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

Artinya: “*dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan.*”

Pengolahan limbah zat warna untuk mengurangi bahayanya dan menjadi senyawa yang relatif aman bagi lingkungan perlu dilakukan sebagai bentuk pemeliharaan dan peningkatan kelestarian lingkungan, khususnya dalam ekosistem akuatik. Penggunaan TiO₂ sebagai fotokatalis, khususnya dalam pengolahan limbah cair diharapkan dapat mengurangi pencemaran air. Air merupakan komponen penting dalam kehidupan, sebagaimana firman Allah dalam Q.S Fushilat (41) ayat 39:

وَمِنْ آيَاتِهِ أَنْ تَرَى الْأَرْضَ خَاشِعَةً فَإِذَا أَنْزَلْنَا عَلَيْهَا الْمَاءَ اهْتَزَّتْ

وَرَبَّتْ إِنَّ اللَّهَ لَمُحْيٍ الْمَوْتَى إِنَّهُ عَلَى كُلِّ شَيْءٍ قَدِيرٌ ﴿٣٩﴾

Artinya: “*dan di antara tanda-tanda-Nya (ialah) bahwa kau Lihat bumi kering dan gersang, Maka apabila Kami turunkan air di atasnya, niscaya ia bergerak dan subur. Sesungguhnya Tuhan yang menghidupkannya, pastilah dapat menghidupkan yang mati. Sesungguhnya Dia Maha Kuasa atas segala sesuatu.*”

Ayat tersebut menjelaskan pentingnya air bagi kehidupan makhluk hidup baik manusia, hewan, maupun tumbuhan. Kita sebagai manusia dituntut untuk menjaga kelestarian air dan memanfaatkan sebaik mungkin sehingga tidak menimbulkan permasalahan lingkungan. Terkait hal tersebut, maka penting untuk dilakukan penanggulangan masalah pencemaran air. Salah satu upaya yang dilakukan adalah menggunakan material fotokatalis TiO_2 untuk mendegradasi limbah menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Mei 2018 sampai dengan Februari 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Instrumentasi Kimia ITS Surabaya, dan Laboratorium Instrumen ITB.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, spatula, neraca analitik, tanur, ultrasonic cleaner (Branson Ultrasonics model B3510-MT), botol hidrotermal, *X-Ray Diffraction* serbuk (XRD, Rigaku Co. Model DMax), Spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance* (DRS), dan Scanning Electron Microscopy (SEM).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah titanium(IV) isopropoksida (TTIP) (Sigma-Aldrich 97%), isopropanol p.a, CH₃COOH p.a, dan akuades.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis TiO₂ anatas dengan metode solvotermal

2. Karakterisasi struktur TiO₂ yang disintesis menggunakan metode solvotermal dengan XRD, SEM dan DRS

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Material TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal

3.4.1.1 Sintesis Material TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Waktu

Sintesis TiO₂ dilakukan dengan metode solvotermal menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) sebagai prekursor untuk produk TiO₂. Variasi waktu yang digunakan adalah sintesis selama 2 jam dan pengeringan selama 1 jam, sintesis selama 2 jam dan pengeringan selama 12 jam, sintesis selama 12 jam dan pengeringan selama 12 jam, sintesis selama 12 jam dan pengeringan selama 24 jam. Sintesis TiO₂ dilakukan dengan cara menyiapkan *beaker glass* 250 mL kemudian dicampurkan TTIP sebanyak 10 mL dan isopropanol sebanyak 50 mL sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 30 menit. Kemudian ditambahkan CH₃COOH sampai pH 1 dan disonikasi selama 5 menit. Selanjutnya, larutan tersebut disolvotermal pada suhu 150 °C. Hasil solvotermal dicuci dengan isopropanol sebanyak 2-3 kali. Kemudian dioven pada suhu 100 °C.

3.4.1.2 Sintesis Material TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Suhu

Sintesis TiO₂ dilakukan dengan metode solvotermal menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) sebagai prekursor untuk produk TiO₂. Variasi suhu digunakan adalah 150, 175, 200, dan 225 °C. Sintesis TiO₂ dilakukan dengan cara menyiapkan *beaker glass* 250 mL kemudian dicampurkan TTIP sebanyak 10 mL dan isopropanol sebanyak 50 mL sambil diaduk menggunakan magnetik

stirer selama 30 menit. Kemudian ditambahkan CH_3COOH sampai pH 1 dan disonikasi selama 5 menit. Selanjutnya, larutan tersebut disolvotermal pada suhu 150, 175, 200, dan 225 °C selama 12 jam. Hasil solvotermal dicuci dengan isopropanol sebanyak 2-3 kali. Kemudian dioven pada suhu 100 °C selama 24 jam.

3.4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel dengan Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar X digunakan untuk menentukan kristalinitas sampel dan mengidentifikasi fasa. Instrumen yang digunakan adalah XRD merk Philip, tipe: X'pert Pro dengan tensi generator 40 kV dan arus 30 mA dan radiasi Cu $K\alpha$. Pola difraksi sinar-X akan merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ .

3.4.3 Karakterisasi Morfologi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi (permukaan) TiO_2 . Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan dengan menempatkan 50 mg sampel serbuk halus pada *sample holder*. Pengamatan dilakukan menggunakan perbesaran 3.000 – 40.000 kali.

3.4.4 Karakteristik Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita dengan DRS (*Diffuse Reflectance Spectrofotometer*)

Karakterisasi menggunakan DRS dilakukan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita pada material TiO_2 yang telah disintesis. Sampel yang dianalisis berupa serbuk halus yang ditempatkan pada *sampel holder* dan diukur presentase reflektannya pada panjang gelombang 200-600 nm.

Kemudian diukur energi celah pita TiO₂ menggunakan pendekatan teori Kubelka Munk.

3.4.5 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar ICSD-TiO₂ anatase (ICSD No. 9852), TiO₂ rutil (ICSD No. 62697), dan TiO₂ brokit (ICSD No. 36411). Data kristalografi dari TiO₂ hasil karakterisasi diperoleh dengan proses *refinement* terhadap XRD menggunakan program *Rietica*. Berdasarkan difraktogram hasil difraksi sinar-X, maka ukuran kristal rata-rata TiO₂ hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*, yaitu :

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

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

2. Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan SEM adalah mikrograf. Untuk menghitung ukuran butir dan distribusi partikel akan digunakan *software image-J* (Lampiran 9). Hasil morfologi yang homogen dengan distribusi partikel yang seragam menunjukkan hasil sintesis yang baik.
3. Karakterisasi menggunakan DRS (*Diffuse Reflectance Spectrofotometer*) menghasilkan data presentase reflektansi yang kemudian diubah menjadi data reflektan (R). Analisis data dilakukan menggunakan persamaan Kubelka-Munk:

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

Di mana, $F(R)$ adalah faktor kubelka-munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Penentuan energi celah pita dilakukan dengan membuat plot antara $(F(R).hv)^{1/2}$ pada sumbu y dengan energi foton (hv) pada sumbu x. Energi foton diperoleh dari data panjang gelombang, dengan persamaan $hv = hc/\lambda$, dimana c adalah tetapan kecepatan cahaya dan h adalah tetapan plank. Kemudian ditarik garis linear yang melewati daerah tersebut sehingga didapat persamaan linearnya. Energi celah pita (x) ditentukan dengan persamaan linear tersebut ketika $y=0$.

4. Perspektif integrasi Islam dan sains dilakukan agar hasil penelitian bermanfaat baik dalam ilmu sains dan nilai-nilai keislaman menurut Al-Qur'an dan Hadist. Manusia sebagai khalifah di bumi bertugas dalam menjaga, merawat, dan melestarikan alam.

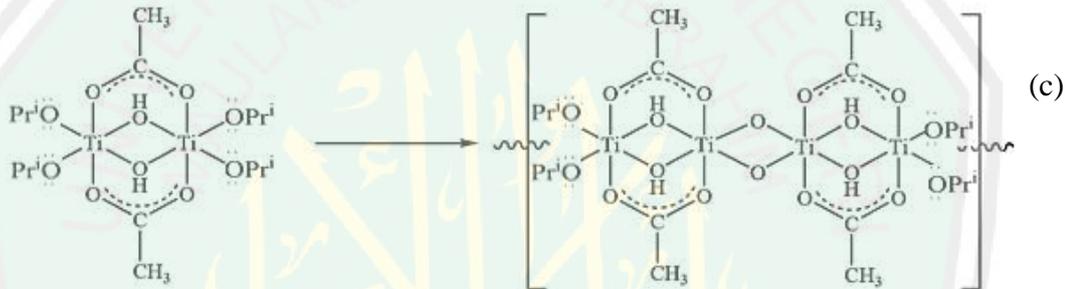
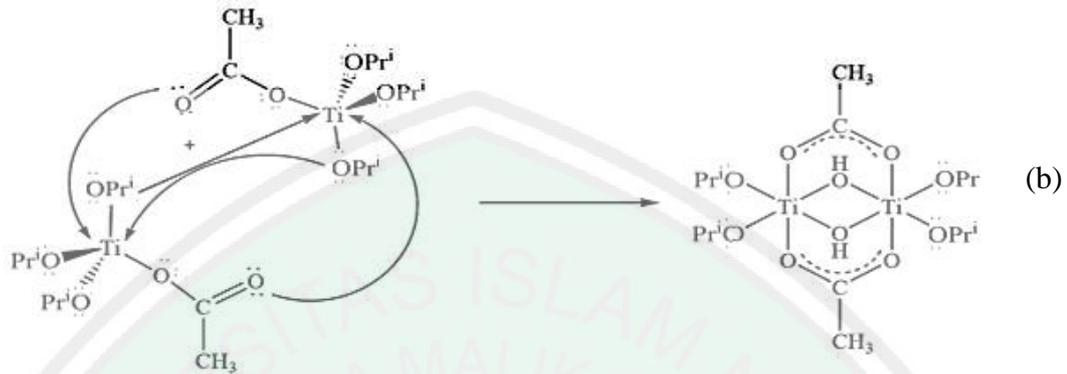
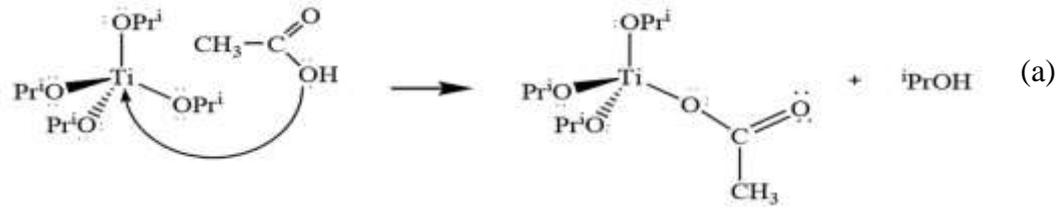
BAB IV

PEMBAHASAN

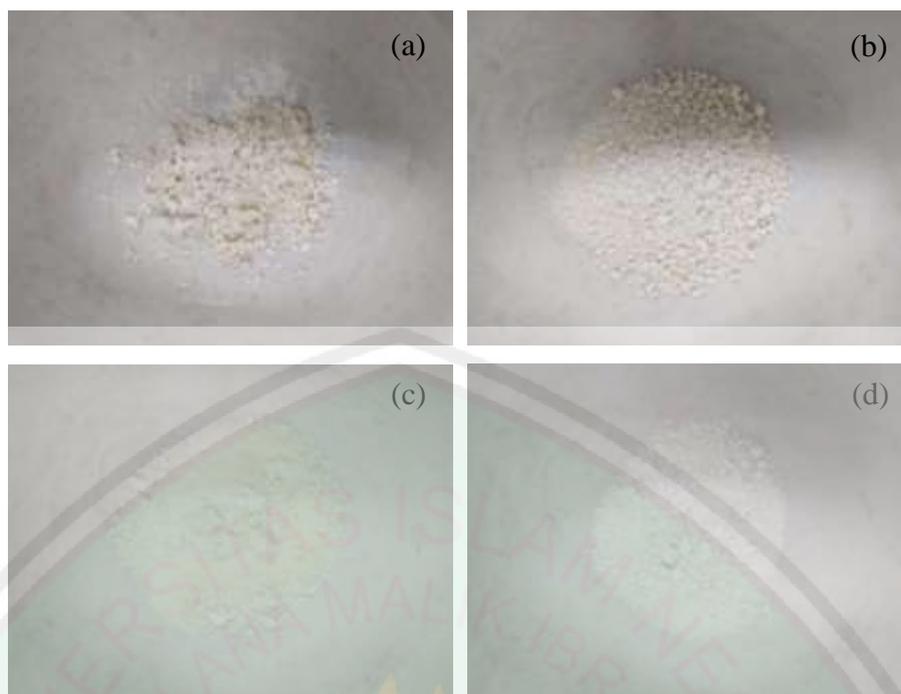
4.1 Hasil Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal

Sintesis TiO₂ telah dilakukan menggunakan metode solvotermal dengan prekursor TTIP, pelarut isopropanol, dan asam asetat. Prinsip metode solvotermal adalah reaksi kimia yang terjadi dalam *autoclave* (wadah terisolasi), di mana ketika diberikan suhu sampai titik kritis pelarut akan mengakibatkan tekanan dalam *autoclave* meningkat sampai pada titik superkritis pelarut sehingga material-material didalamnya dapat bereaksi. Proses sintesis dilakukan dengan menambahkan TTIP pada isopropanol yang berfungsi sebagai pelarut. Proses laju hidrolisis TTIP dipengaruhi oleh pelarut yang digunakan. Laju hidrolisis yang terlalu cepat akan mengakibatkan pembentukan inti kristal lebih cepat dibandingkan dengan laju pertumbuhan kristal yang akan mengakibatkan material memiliki bentuk kristal yang tidak beraturan (Ghows, dkk., 2010).

Penambahan asam asetat berfungsi sebagai agen kelat, di mana asetat merupakan ligan bidentat (Livage, dkk., 1989). Asam asetat berperan sebagai nukleofil yang menggantikan satu gugus isopropoksi (Gambar 4.1(a)) sehingga membentuk Ti(ⁱPrO)₃(OAc). Kemudian terjadi reaksi penggabungan monomer Ti(ⁱPrO)₃(OAc) membentuk suatu jembatan asetat, mengakibatkan gugus isopropoksi yang terikat pada Ti⁴⁺ lepas dan ligan asetat tetap terikat pada Ti⁴⁺ (Gambar 4.1(b)). Selanjutnya, terjadi reaksi dimer yang membentuk rantai polimer (Gambar 4.1(c)).



Gambar 4.1 Dugaan reaksi yang terjadi pada sintesis solvotermal (a) Pembentukan $\text{Ti}(\text{OiPr})_3(\text{OAc})$, (b) pembentukan dimer, (c) reaksi kondensasi dimer menghasilkan oligomer (Lami, 2017).

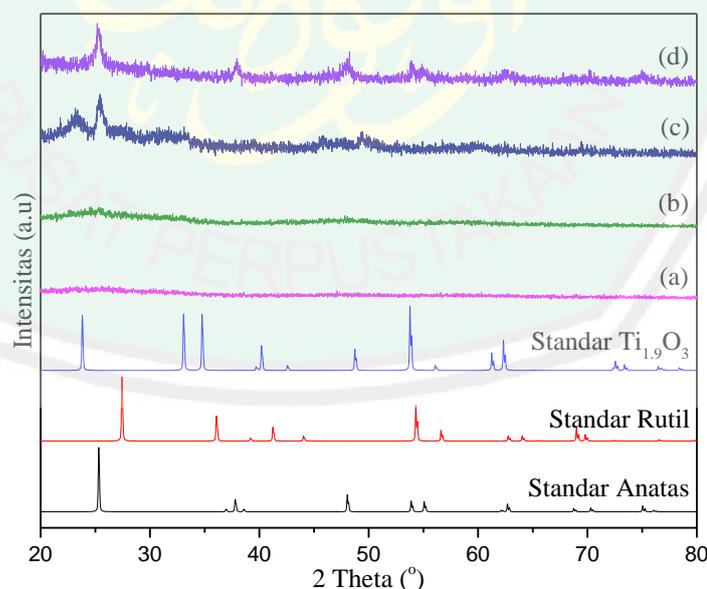


Gambar 4.2 Hasil sintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu (a) 150 °C (b) 175 °C (c) 200 °C (d) 225 °C

Berdasarkan hasil sintesis, setelah proses solvotermal diperoleh sampel berwarna putih. Pada suhu 150 dan 175 °C menghasilkan sampel berupa serbuk basah, sedangkan pada suhu 200 dan 225 °C sampel berupa gel. Kemudian sampel dioven kembali hingga berupa serbuk kering berwarna putih. Suhu sintesis berpengaruh terhadap warna dan ukuran padatan sampel TiO_2 yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu sintesis maka warna sampel TiO_2 semakin putih dan ukuran padatan semakin besar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui karakter struktur, *Diffuse Reflectance Spectrophotometer* (DRS) untuk mengetahui karakter serapan sinar, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi TiO_2 .

4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel dengan Difraksi Sinar-X

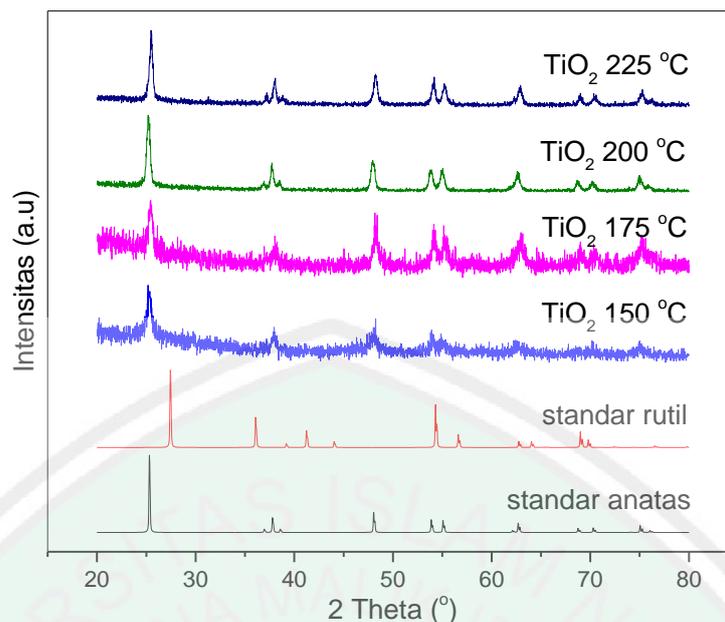
Karakterisasi menggunakan difraksi sinar X bertujuan untuk menentukan struktur, kristalinitas dan ukuran rata-rata partikel TiO_2 yang telah disintesis. Data difraktogram yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar ICSD TiO_2 sehingga diketahui fasa TiO_2 . Collazzo, dkk. (2011) telah mensintesis TiO_2 menggunakan metode hidrotermal pada suhu $150\text{ }^\circ\text{C}$ dan diperoleh kristal dengan fasa anatas. Oleh karena itu, pada penelitian ini TiO_2 disintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis $150\text{ }^\circ\text{C}$ dan suhu pengeringan $100\text{ }^\circ\text{C}$. Pada percobaan pertama sintesis dilakukan selama 2 jam dengan lama pengeringan 2 jam, percobaan kedua dengan waktu sintesis selama 2 jam dan waktu pengeringan 12 jam, percobaan ketiga dengan waktu sintesis selama 12 jam dan waktu pengeringan 12 jam, serta percobaan keempat dengan waktu sintesis selama 12 jam dan waktu pengeringan 24 jam.



Gambar 4.3 Difraktogram TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu $150\text{ }^\circ\text{C}$ dengan lama waktu sintesis (a) 2 jam dan pengeringan 1 jam (b) 2 jam dan pengeringan 12 jam (c) 12 jam dan pengeringan 12 jam (d) 12 jam dan pengeringan 24 jam

Gambar 4.3 menunjukkan pola difraksi TiO_2 yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis $150\text{ }^\circ\text{C}$ dengan variasi waktu sintesis dan waktu pengeringan. Berdasarkan difraktogram tersebut dapat diketahui bahwa material TiO_2 yang disintesis dengan lama waktu 2 jam dan pengeringan selama 1 jam memiliki struktur yang amorf. Dibandingkan dengan data ICSD no. 9852, TiO_2 hasil sintesis belum menunjukkan terbentuknya fase anatas. TiO_2 dengan waktu sintesis 2 jam dan pengeringan 12 jam juga menunjukkan belum terbentuknya fase anatas. Hal ini dimungkinkan karena pertumbuhan kristal masih amorf sehingga kristal TiO_2 anatas belum terbentuk.

Hasil analisis XRD material TiO_2 yang disintesis dengan proses solvotermal yang dilakukan selama 12 jam dan pengeringan selama 12 jam menghasilkan material yang masih amorf, walaupun juga menunjukkan adanya peak anatas yang rendah pada sampel tersebut. Hasil XRD pada Gambar 4.3(c) menunjukkan adanya peak pengotor pada 2θ 23.344. Dari hasil analisis kemungkinan peak tersebut adalah material $\text{Ti}_{1,9}\text{O}_3$. Hal ini terjadi dimungkinkan karena proses pembentukan kristal TiO_2 yang masih amorf. Pada proses solvotermal yang dilakukan selama 12 jam dengan pengeringan selama 24 jam seperti pada Gambar 4.3(d), pola anatas dapat terlihat pada difraktogram meskipun memiliki peak rendah dan masih amorf. Berdasarkan keempat variasi tersebut dapat diketahui bahwa lama waktu sintesis dan pengeringan berpengaruh terhadap hasil sintesis TiO_2 . Semakin lama waktu sintesis dan pengeringan akan menghasilkan kristal TiO_2 anatas yang semakin baik.

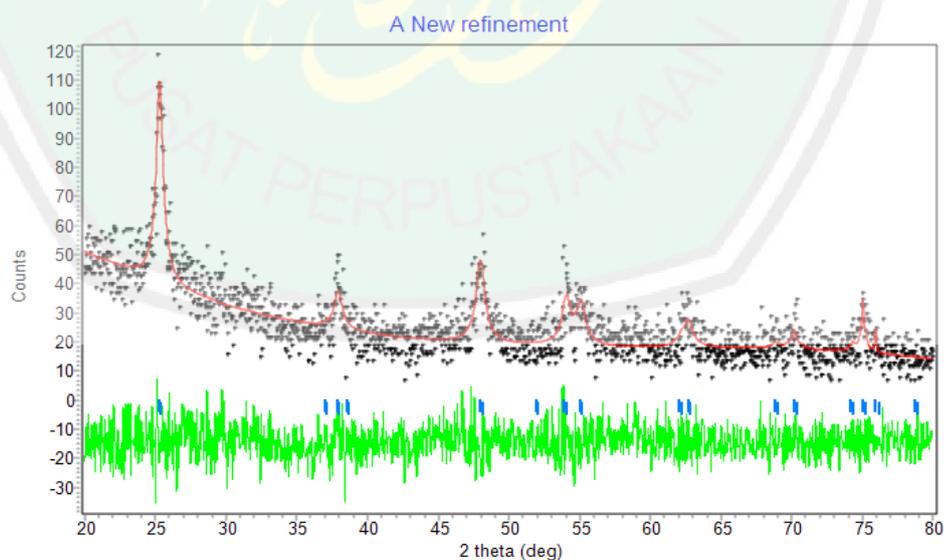


Gambar 4.4 Hasil difraktogram TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu sintesis (a) 150 °C, (b) 175 °C, (c) 200 °C, dan (d) 225 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam

Gambar 4.4 menunjukkan hasil sintesis TiO₂ menggunakan prosedur 4, di mana proses solvotermal dilakukan selama 12 jam dengan pengeringan selama 24 jam pada suhu 100 °C. Proses solvotermal dilakukan pada variasi suhu 150, 175, 200, dan 225 °C. Berdasarkan Gambar 4.4 ditunjukkan bahwa material TiO₂ yang disintesis pada semua variasi suhu menunjukkan pola difraksi anatase yang sesuai dengan standar ICSD anatase no. 9852. Kenaikan suhu sintesis menunjukkan adanya peningkatan kristalinitas yang ditunjukkan dengan adanya kenaikan intensitas peak. Pada suhu 150 °C, TiO₂ masih memiliki peak rendah yang mengindikasikan kristalinitas yang rendah. Hal ini juga ditunjukkan pada suhu 175 °C, namun memiliki peak yang sedikit lebih tinggi jika dibandingkan dengan suhu 150 °C. Peak anatase terlihat jelas pada suhu sintesis 200 dan 225 °C dengan lebar puncak yang semakin mengecil. Pada kedua suhu ini tidak menunjukkan perubahan yang signifikan. Hal ini sesuai dengan Mamaghani, dkk. (2019) yang

menjelaskan bahwa semakin tinggi suhu sintesis akan meningkatkan kristalinitas dan pertumbuhan kristal.

Analisis selanjutnya bertujuan untuk mengetahui data kristalografi sehingga dilakukan proses *refinement* menggunakan aplikasi *Rietica* dengan metode Le Bail. Data standar struktur yang dimasukkan adalah ICSD anatas No. 9852 yang memiliki grup ruang $I4_1/amd$, kisi kristal tetragonal, dan paramer sel $a = b = 3.7842$ (Å), $c = 9.5146$ (Å), dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Proses *refinement* menghasilkan derajat kesesuaian yang tinggi antara data observasi dan perhitungan. Informasi yang diperoleh dari proses *refinement* adalah R_p , R_{wp} , dan indeks GoF yang menunjukkan kecocokan antara pola difraksi hasil kalkulasi (garis merah) dengan pola difraksi hasil pengukuran (garis + warna hitam) dimana titik difraksi terjangkau oleh garis kalkulasi (Gambar 4.5). Kisi (1994) menyatakan bahwa kriteria yang dapat diterima adalah $GoF < 4\%$ dan $R_{wp} < 20\%$. Hasil *refinement* ditunjukkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.5 Hasil *refinement* difraktogram TiO₂ pada suhu sintesis 150 °C

Tabel 4.1 Parameter sel satuan TiO₂ dengan variasi suhu sintesis menggunakan metode *Le-Bail*

Parameter	Data Kristalografi			
	TiO ₂ 150 °C	TiO ₂ 175 °C	TiO ₂ 200 °C	TiO ₂ 225 °C
Group ruang	<i>I4₁/amd</i>	<i>I4₁/amd</i>	<i>I4₁/amd</i>	<i>I4₁/amd</i>
Kisi kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Unit asimetrik (Z)	4	4	4	4
<i>a b</i> (Å)	3.789(9)	3.703(8)	3.784(2)	3.7849(2)
<i>c</i> (Å)	9.506(3)	9.297(3)	9.514(6)	9.514(6)
α, β, γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	136.546(0)	127.543(6)	136.250(7)	136.250(7)
<i>R_p</i> (%)	15,94	20.39	17.76	16.83
<i>R_{wp}</i> (%)	15,23	19.87	12.78	12.93
<i>GoF</i> (χ^2)	0.221	0.139	0.305	0.753

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa keempat sampel TiO₂ hasil sintesis memiliki fasa anatase dengan dengan grup ruang *I4₁/amd*, kisi kristal tetragonal, dan unit asimetrik (Z) sama dengan 4. Hal tersebut menunjukkan bahwa sintesis TiO₂ menggunakan metode solvotermal sampai pada suhu 225 °C tidak menunjukkan adanya perubahan fasa TiO₂. Dari keempat sampel yang dianalisis, hanya pada sampel TiO₂ dengan suhu sintesis 175 °C yang memiliki perubahan kisi yang paling besar terutama pada kisi *c* yaitu dari 9.514(6) menjadi 9.297(3) Å. Pada suhu 175 °C juga menunjukkan nilai *R_p* dan *R_{wp}* yang besar yaitu 20.39% dan 19.87%. Hal tersebut menunjukkan bahwa sintesis TiO₂ pada suhu 175 °C memberikan perubahan struktur kristal (*a, b, c* dan V) yang lebih besar dibandingkan TiO₂ yang disintesis pada ketiga suhu 150, 200, dan 225 °C.

Tabel 4.2 Pengaruh suhu sintesis terhadap ukuran kristal TiO₂

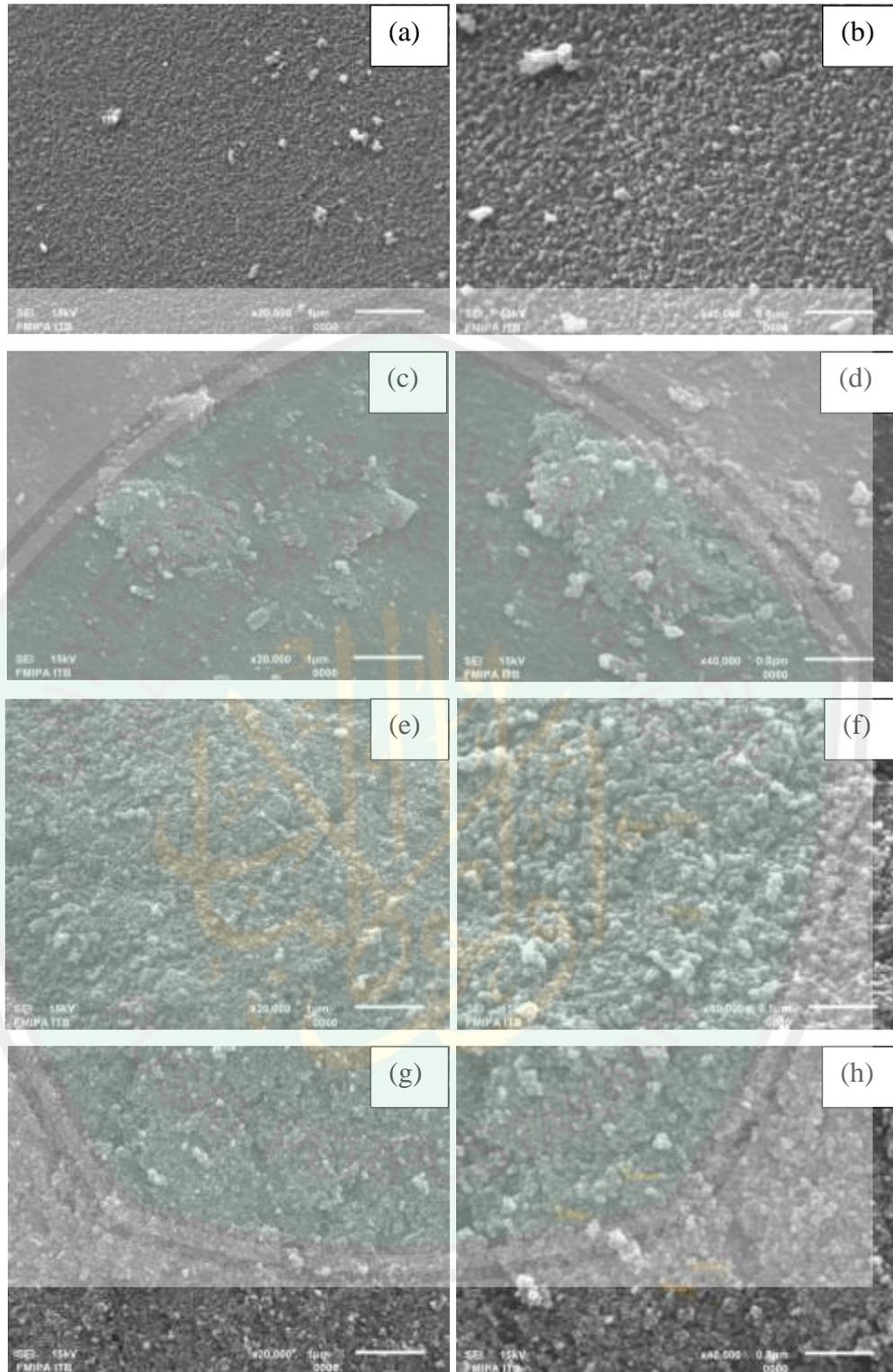
Material	Ukuran kristal (nm)
TiO ₂ 150 °C	24.34
TiO ₂ 175 °C	20.29
TiO ₂ 200 °C	27.04
TiO ₂ 225 °C	54.11

Salah satu yang berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalis suatu semikonduktor adalah ukuran kristal. Oleh karena itu dilakukan pengukuran menggunakan *Debye Scherrer* sehingga diperoleh ukuran kristal TiO_2 . Berdasarkan Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa ukuran kristal mengalami penurunan pada suhu sintesis $175\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian mengalami kenaikan pada suhu 200 dan $225\text{ }^\circ\text{C}$. Kenaikan ukuran kristal disebabkan adanya kenaikan suhu sintesis. Semakin meningkat suhu sintesis maka energi permukaan akan semakin meningkat, sehingga ukuran kristal akan semakin besar untuk menstabilkan energi tersebut. Hal ini sesuai dengan data parameter sel satuan yang diperoleh melalui *refinement*. Data *refinement* menunjukkan bahwa pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$, parameter a , b , c dan V mengalami penurunan yang lebih signifikan dibanding ketiga sampel lainnya. Sehingga mengakibatkan TiO_2 pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki ukuran kristal yang paling kecil.

Hasil sintesis menunjukkan bahwa TiO_2 memiliki ukuran kristal yang cukup kecil. Naimah, dkk. (2011) melaporkan bahwa material yang berukuran nano (1-100 nm) akan memberikan aktivitas fotokatalis yang tinggi. Hal tersebut dikarenakan semakin kecil ukuran maka luas permukaan kristal akan semakin besar sehingga meningkatkan laju reaksi fotokatalitik.

4.3 Karakterisasi Morfologi TiO_2 Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

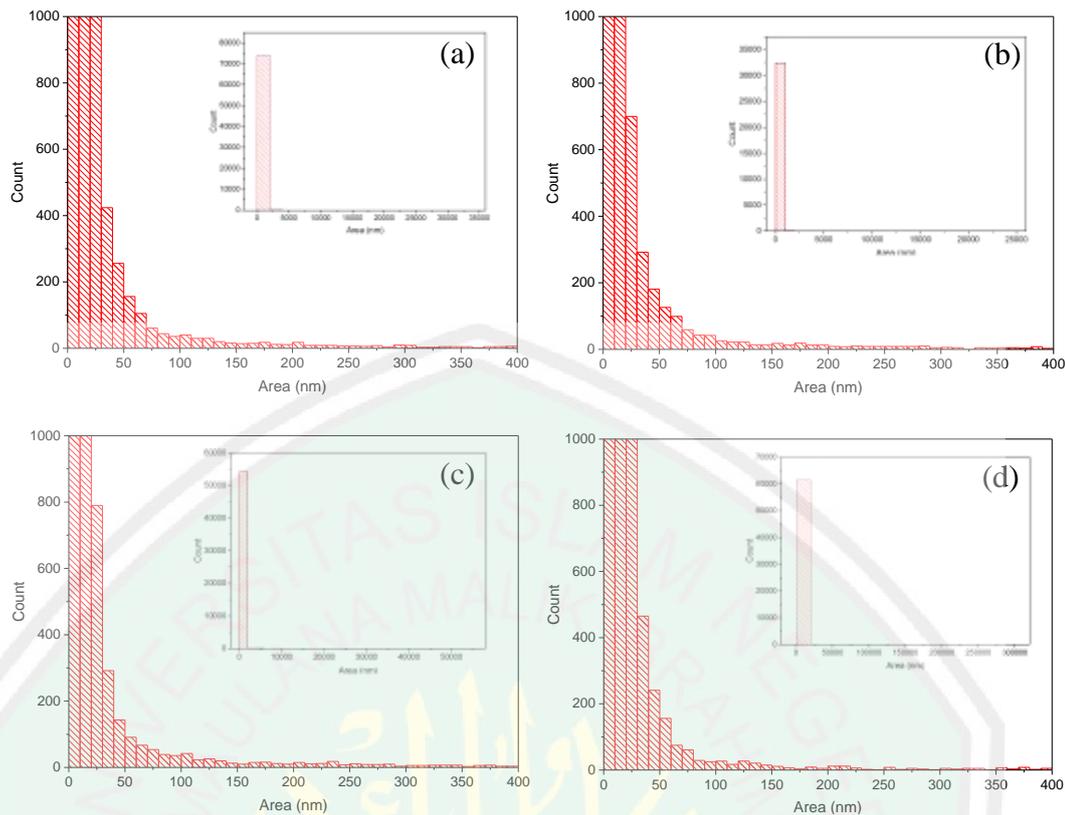
Analisis hasil sintesis TiO_2 menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui karakteristik morfologi, distribusi pertumbuhan, dan ukuran partikel TiO_2 . Hasil karakterisasi dari TiO_2 menggunakan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil analisis SEM TiO_2 pada suhu sintesis (a,b) 150 °C, (c,d) 175 °C, (e,f) 200 °C, dan (g,h) 225 °C, (a,c,e,g) perbesaran 20.000x, (b,d,f,h) perbesaran 40.000x

Berdasarkan pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode solvotermal memiliki bentuk yang sperik. Ramakrishnan, dkk. (2017) telah mensintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal dan menghasilkan partikel yang sperik. Pada suhu $150\text{ }^\circ\text{C}$, bentuk sperik dapat terlihat jelas, namun pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$ TiO_2 memiliki bentuk yang lebih halus. Pada suhu 200 dan $225\text{ }^\circ\text{C}$ bentuk sperik dapat terlihat jelas. Peningkatan suhu sintesis dapat menyebabkan ukuran partikel sintesis semakin besar. Hal ini dapat terlihat pada suhu sintesis $200\text{ }^\circ\text{C}$, TiO_2 memiliki diameter $18\text{-}25\text{ nm}$ sedangkan pada suhu $225\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki diameter $20\text{-}39\text{ nm}$. Namun pada suhu 150 dan $175\text{ }^\circ\text{C}$ ukuran partikel belum terdeteksi karena terlalu kecil.

Analisis selanjutnya dilakukan menggunakan aplikasi *image-J*, sehingga dapat diketahui ukuran partikel TiO_2 hasil sintesis. Gambar 4.6 menunjukkan distribusi ukuran partikel yang diukur menggunakan aplikasi *image-J*. Keempat sampel TiO_2 yang dianalisis menunjukkan bahwa mayoritas ukuran partikel berada pada rentang $1\text{-}20\text{ nm}$. Hal tersebut menunjukkan bahwa partikel TiO_2 menghasilkan ukuran yang relatif kecil. Selain itu diperoleh data rata-rata ukuran partikel, TiO_2 pada suhu $150\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki ukuran rata-rata 38.255 nm , pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki ukuran rata-rata 18.697 , pada suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki ukuran rata-rata 55.734 nm , dan pada suhu $225\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki ukuran rata-rata 56.668 nm . Data menunjukkan bahwa rata-rata ukuran partikel meningkat seiring dengan peningkatan suhu sintesis. Namun, pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki rata-rata ukuran yang paling kecil. Hal ini sesuai dengan data hasil *refinement* dan ukuran kristal (hasil XRD), dimana pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$ memiliki perubahan parameter sel satuan yang paling besar dan ukuran yang paling kecil.

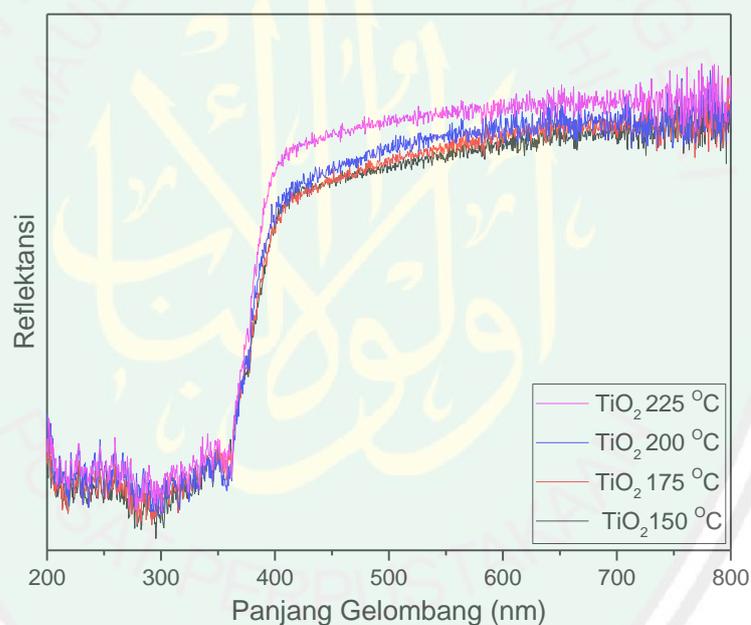


Gambar 4.7 Distribusi ukuran partikel TiO_2 yang disintesis menggunakan metode solvotermal pada variasi suhu (a) $150\text{ }^\circ\text{C}$, (b) $175\text{ }^\circ\text{C}$, (c) $200\text{ }^\circ\text{C}$, dan (d) $225\text{ }^\circ\text{C}$

Berdasarkan analisis menggunakan XRD dan SEM dapat diperoleh bahwa ukuran partikel dan kristal TiO_2 mengalami penurunan pada suhu $175\text{ }^\circ\text{C}$, dan meningkat pada suhu 200 dan $225\text{ }^\circ\text{C}$. Secara teori peningkatan ukuran dapat disebabkan adanya peningkatan suhu sintesis dan mengakibatkan terjadinya *Oswald ripening*. Mamaghani, dkk. (2019) menjelaskan bahwa proses *Oswald ripening* akan meningkat seiring dengan semakin tingginya suhu sintesis. *Oswald ripening* terjadi ketika suhu semakin tinggi sehingga energi total permukaan suatu partikel akan meningkat, untuk menyetabilkan energi tersebut partikel-partikel akan berkumpul sehingga membentuk agregat.

4.4 Karakterisasi Menggunakan *Diffuse Reflectance Spectrophotometer* (DRS)

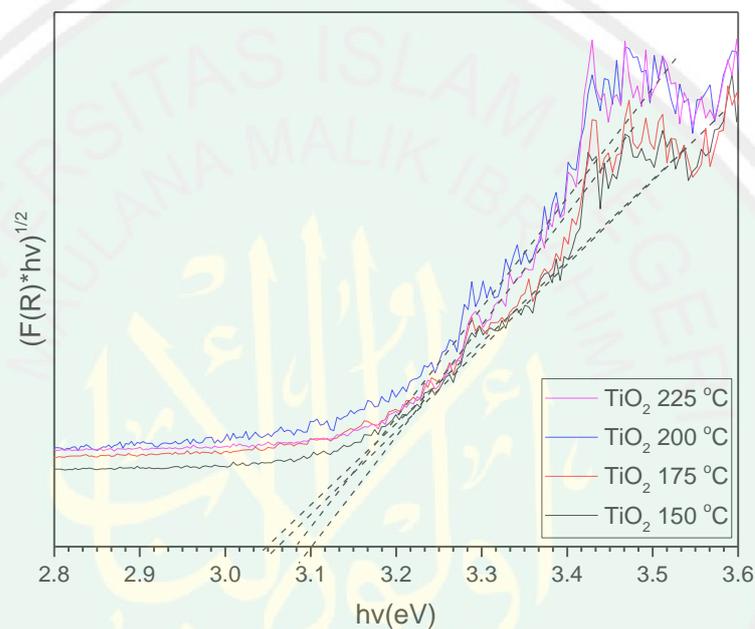
Analisis TiO_2 menggunakan DRS bertujuan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita dari material yang telah disintesis. Serapan sinar pada daerah UV dan *visible* serta nilai energi celah akan mempengaruhi proses semikonduktor dalam mengeksitasi elektron. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Data yang diperoleh kemudian diubah dari %R (persen reflektansi) menjadi R (Reflektansi). Nilai reflektansi TiO_2 menggunakan DRS ditampilkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.8 Hubungan spectra UV-DRS antara reflektansi dengan panjang gelombang

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa keempat sampel TiO_2 mengabsorbsi dengan baik pada daerah sinar UV di mana panjang gelombang kurang dari 380 nm. Hal ini sesuai dengan penelitian Jo, dkk. (2013) di mana TiO_2 mengabsorbsi pada daerah sinar UV. Hasil sintesis TiO_2 pada variasi suhu 150, 175, 200 °C,

nilai reflektansi hanya sedikit menunjukkan perbendaan sehingga ketiganya terlihat saling *overlapping*. Pada suhu 225 °C nilai reflektansi pada daerah *visible* sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan ketiga sampel lainnya. Hal tersebut mengindikasikan bahwa pemberian suhu yang berbeda tidak mempengaruhi perubahan nilai reflektansi TiO₂ secara signifikan.



Gambar 4.9 Hubungan $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi foton

Analisis selanjutnya yaitu untuk mengetahui energi celah pita dari TiO₂ yang telah disintesis menggunakan metode solvotermal. Energi celah pita dihitung dari data persen reflektansi menggunakan persamaan Kubelka Munk. Dari persamaan tersebut diperoleh data hubungan antara $(F(R).hv)^{1/2}$ dengan energi foton (hv) seperti pada Gambar 4.9. Data hasil perhitungan energi celah pita ditampilkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Energi celah pita material TiO₂

Material	Energi celah pita
TiO ₂ 150 °C	3.05
TiO ₂ 175 °C	3.04
TiO ₂ 200 °C	3.08
TiO ₂ 225 °C	3.10

Berdasarkan pada Gambar 4.9, menunjukkan bahwa TiO₂ memiliki fasa anatas dan pemberian suhu yang berbeda tidak memberikan perubahan energi celah pita secara signifikan. Perubahan energi celah pita pada setiap suhu sintesis hanya memiliki selisih 0.01-0.02 eV. Berdasarkan analisis menunjukkan bahwa energi celah pita menurun pada suhu 175 °C dan mengalami kenaikan pada suhu 200 dan 225 °C, meskipun berbeda secara tidak signifikan. Delekar (2012) telah mensintesis TiO₂ menggunakan metode sol-gel dan diperoleh energi celah pita TiO₂ anatas sebesar 3.23 eV. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode solvotermal yang dilakukan dalam penelitian ini memberikan nilai energi celah pita yang lebih rendah dibandingkan metode sol-gel. Energi celah pita juga mengalami kenaikan seiring dengan kenaikan ukuran kristal, di mana energi celah pita terendah pada suhu 175 °C yang memiliki ukuran kristal dan partikel terkecil.

Analisis TiO₂ hasil sintesis menggunakan metode solvotermal menunjukkan bahwa pada suhu 175 °C, TiO₂ memiliki perubahan parameter sel (a, b, c dan V mengecil) yang paling besar, ukuran kristal dan partikel yang paling kecil, serta nilai energi celah pita yang paling kecil. Penurunan parameter sel satuan pada suhu 175 °C dimungkinkan karena pengaruh kondisi sintesis di dalam *autoclave* atau adanya dopan yang masuk. Morfologi TiO₂ juga mempengaruhi energi celah pita yang diperoleh. Firooz (2018) menunjukkan bahwa material yang memiliki ukuran partikel yang lebih kecil memberikan energi celah pita yang

lebih besar. Hal ini tidak sesuai dengan hasil penelitian ini, di mana pada suhu 175 °C yang memiliki rata-rata ukuran partikel paling kecil, memiliki energi celah pita terendah. Faktor yang mungkin terjadi adalah masuknya dopan karbon. Sadiyah (2019) telah mensintesis TiO₂ dengan dopan vanadium menggunakan metode solvotermal, hasil sintesis menunjukkan terdapat dopan karbon yang masuk selain dopan vanadium. Dopan karbon dapat berasal dari prekursor dan pelarut yang digunakan pada penelitian ini. Oleh karena itu perlu dilakukan analisis lebih lanjut pada sampel TiO₂ yang disintesis pada suhu 175 °C dengan analisis SEM-EDX untuk mengetahui kemungkinan adanya dopan karbon yang masuk.

4.5 Fotokatalis TiO₂ dalam Perspektif Islam

Permasalahan lingkungan yang terjadi saat ini umumnya disebabkan oleh manusia sendiri. Hal ini telah difirmankan oleh Allah dalam Q.S. Ar-Ruum (30) ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ
الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”

Pencemaran air merupakan salah satu permasalahan lingkungan yang diakibatkan perilaku hidup manusia sendiri. Hal tersebut dapat mengakibatkan ketidakseimbangan ekosistem air. Salah satu penyebab pencemaran air adalah pembuangan limbah tanpa diolah terlebih dahulu.

Air merupakan komponen yang sangat penting bagi kehidupan manusia dan makhluk hidup lainnya. Oleh karena itu, manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* bertugas untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya. Konsep *khalifatullah fi al 'ardh* tidak hanya berkaitan dengan masalah teologi dan politik, tetapi juga terkait dengan masalah lingkungan (Abdullah, 2010) seperti yang terdapat pada surat Fathir (35) ayat 39.

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

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

Ayat ini menegaskan bahwa Allah menjadikan manusia sebagai khalifah di muka bumi. Manusia diberi kemampuan untuk memanfaatkan alam ini dengan sebaik-baiknya. Abdullah (2010) menyatakan bahwa kata *khala'if* pada ayat tersebut menjelaskan posisi manusia dalam kaitannya dengan Allah dan lingkungan. Sikap-sikap *kufir* disebutkan sebagai sikap yang beresiko pada timbulnya kerugian lingkungan. Membuang limbah berbahaya seperti limbah zat warna ke lingkungan perairan merupakan suatu tindakan yang menunjukkan bahwa manusia tidak menjalankan salah satu tugasnya sebagai *khalifatullah fi al 'ardh*. Oleh karena itu perlu dilakukan pengolahan terhadap limbah cair menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan agar tidak merusak ekosistem air.

Fotokatalis TiO_2 diharapkan mampu mengurangi pencemaran air oleh limbah cair. Sintesis TiO_2 menggunakan metode solvotermal diharapkan dapat memberi informasi tentang pengaruh suhu terhadap material TiO_2 yang dihasilkan dan potensinya sebagai material fotokatalis.

Penelitian ini menggunakan variasi suhu solvotermal 150, 175, 200, dan 225 °C. Variasi suhu solvotermal sangat penting dikaji lebih lanjut karena dapat berpengaruh pada ukuran kristal, transformasi fasa serta morfologi TiO_2 . Sebagaimana firman Allah swt. dalam surat Al-Furqan (25): 2, bahwa Allah Swt. menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun juga dalam melakukan sintesis perlu memperhatikan ukuran-ukuran.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ 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 baginya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.”

Melalui berbagai pemaparan di atas, dapat dipahami begitu pentingnya untuk menjaga dan memperbaiki lingkungan. Oleh karena itu, sebagai seorang muslim dan pelajar kita harus mengembangkan teknologi yang ramah lingkungan, salah satunya dengan fotokatalis. Penelitian ini diharapkan memberikan sumbangan informasi kepada bidang kimia lingkungan dan industri khususnya, supaya mampu mengembangkan fotokatalis TiO_2 untuk mendegradasi berbagai macam limbah berbahaya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil identifikasi fisik material TiO₂ menunjukkan bahwa peningkatan suhu sintesis mengakibatkan warna sampel semakin cerah. Data XRD menunjukkan material TiO₂ yang disintesis menggunakan metode solvotermal dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan 24 jam pada variasi suhu sintesis 150, 175, 200, dan 225 °C memiliki struktur fasa anatase. Ukuran kristal meningkat pada suhu 200 dan 225 °C. Morfologi partikel TiO₂ berbentuk sperik dengan distribusi ukuran partikel mayoritas berada pada rentang 1-20 nm. Energi celah pita meningkat pada suhu 200 dan 225 °C, namun suhu sintesis tidak memberikan perubahan yang signifikan terhadap energi celah pita.

5.2 Saran

Perlu dilakukan analisis lebih lanjut menggunakan SEM-EDX pada sampel TiO₂ yang disintesis pada suhu 175 °C. Perlu dilakukan analisis BET untuk mengetahui ukuran luas permukaan TiO₂ secara lebih detail dan penelitian lebih lanjut tentang uji aktivitas fotokatalis TiO₂ untuk mengetahui sampel TiO₂ yang memberikan aktivitas fotokatalis optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2010. *Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah*. Jakarta: Dian Rakyat.
- Apri, Irma P. 2006. Modifikasi Permukaan Semikonduktor Lapis Tipis Granit Komposit $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$ dengan Penambahan Logam Timbal secara Elektrodeposisi. *Skripsi*. Tidak diterbitkan. Surakarta: FMIPA UN.
- Bellardita, M., dkk. 2016. Photoactivity Under Visible Light of Metal Loaded TiO_2 Catalysts Prepare by Low Frequency Ultrasound Treatment. *Catalysis Today*.
- Burdett, J.K., dkk. 1987. Structural-Electronic Relationships in Inorganic Solids: Powder Neutron Diffraction Studies of The Rutile and Anatase Polymorphs of Titanium Dioxide at 15 And 295 K. *J. Am. Chem. Soc*, 109 (1): 3639-3646.
- Byranvanda, M., Kharata, A., Fatholahib, L., dan Beiranvandc, M. 2013. A Review on Synthesis of Nano- TiO_2 via Different Methods. *Journal of Nanostucture*, 3: 1-9.
- Byrappa, K., dan Yoshimura M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology For Crystal Growth And Materials Processing*. Norwich, New York, U.S.A.: William Andrew Publishing, LLC.
- Canu, G. dan Vincenzo B. 2017. Hydrothermal Synthesis of Strontium Titanate: Thermodynamic Considerations, Morphology Control and Crystallisation Mechanisms. *Cryst Eng Comm*, 19 (1): 3867–3891.
- Chin, S., Park, E., Kim, M., Jurng, J. 2010. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue With TiO_2 Nanoparticles Prepared By A Thermal Decomposition Process. *Powder Technology*, 201 (2): 171-176.
- Choi, J., Park, H., dan Hoffmann, M.R. 2009. Combinatorial Doping of TiO_2 with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Materials Research*, 25: 149-158.
- Collazzo, G. C., Jahn, S. L., Carreño, N. L. V., & Foletto, E. L. 2011. Temperature and Reaction Time Effects on the Structural Properties of Titanium Dioxide Nanopowders Obtained Via the Hydrothermal method. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 28 (2): 265–272.
- Dariani, R. S., Esmaili, A., Mortezaali, A., Dehghanpour, S. 2016. Photocatalytic Reaction and Degradation of Methylene Blue on TiO_2 Nano-sized Particles. *Optik*, 127 (18): 7143-7154.

- Effendy, 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Eufinger, K., dkk. 2008. TiO₂ Thin Films for Photocatalytic Applications. *Transworld Research Network*, 37: 189-227.
- Fatimah, I. 2009. Dispersi TiO₂ Kedalam SiO₂-Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor. *Jurnal penelitian Sainstek*, 14 (1).
- Fessenden, J.R. dan Fessenden, S.J. 1986. *Kimia Organik, Edisi Ketiga*. Terjemahan oleh Pudjaatmaka A.H. 2006. Jakarta: Erlangga.
- Firooz, A., Mirzaie, R., Kamrani, F. 2018. Effect of Morphological ZnO Nanostuctures on The Optical and Decolorization Properties. *Journal of Structural Chemistry*, 59 (3): 739-743.
- Fujishima, A., T. N. Rao, D. A. Tryk. 2000. Titanium dioxide photocatalysis. *J. Photochem. Photobiol*, 1: 1-21.
- Fujishima, A., Xintong Zhang., dan Donald A. 2008. TiO₂ Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Reports*, 63: 515-582.
- Galin'ska, A., Walendziewski J. 2005. Photocatalytic Water Splitting Over Pt-TiO₂ in The Presence of Sacrificial Reagents. *Energy & Fuels*. 19: 1143-1147.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia.
- Jacob, Joyes. 2009. Studies on Catalysis by Titania. *Thesis*. Department of Applied Chemistry Cochin University of Science and Technology, India.
- Jo, W. K. dan Kang, H. J. 2013. (Ratios: 5, 10, 50, 100, And 200) Polyanilinee TiO₂ Composites Under Visible or UV-Light Irradiation for Decomposition of Organic Vapors. *Materials Chemistry and Physics*, 143 (1): 247-255.
- Kartika, Dwi dan Widyaningsih, Senny. 2012. Konsentrasi Katalis dan Suhu Optimum pada Reaksi Esterifikasi Menggunakan Katalis Zeolit Alam Aktif (ZAH) dalam Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Natur Indonesia*, 18 (3).
- Kasuma, Nola Yulia. 2012. Penggunaan Komposit ZnO-CuO yang Disintesis Secara Sonochemistry yang Digunakan Sebagai Katalis untuk Fotodegradasi Metil Orange dan Zat Antibakteri. *Tesis*. Padang: Program Studi Kimia, Pascasarjana, Universitas Andalas.

- Kavitha, M., dkk. 2013. Synthesis and Characterization of TiO₂ Nanopowders in Hydrothermal and Sol-Gel Method. *International Journal of Advancements in Research & Technology*, 2: 102-108.
- Kisi, E. H., 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns. *Material Forum*, 18: 135-153.
- Lami, M. F. (2017). Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Mangan sebagai Fotokatalis dengan Metode Sol Gel-Sonikasi untuk Degradasi Metilen Biru. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Lestari, D.N. 2009. Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). *Skripsi*. Depok: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
- Liao, J. W. dan Chang, H. H. 2012. Bactericidal Effect and Mechanisms of Visible Light-Responsive Titanium Dioxide Photocatalist on Patogenic Bacteria. *Review*, 60: 267-275.
- Licciulli, A., dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Lecce :Universitas Degli Studio.
- Linsebigier, dkk. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chem. Rev.*, 95: 735-758.
- Liu, Gang, dkk. 2010. Titania-Based Photocatalysts—Crystal Growth, Doping And Heterostructuring. *Journal of Materials Chemistry*, 20: 831-843.
- Liu, Ziquan, dkk. 2014. Synthesis and Characterization of TiO₂ Nanoparticles. *Asian Journal of Chemistry*, 26: 655-659.
- Livage, J., Sanchez, C., Henry, M., dan S. Doeuff. 1989. The Chemistry of Solgel Process. *Solid State Ionic*. 32 (33): 633-638.
- López, C., Gómez, S., Hurtado, A., Duarte. S. 2011. Effect of The Synthesis Variables of TiO₂ on The Photocatalytic Activity Towards The Degradation of Water Pollutants. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia*, 57: 49-56.
- Mamaghani, A. H., Haghghat, F., Lee, C. Seo. 2019. Systematic Variation of Preparation Time, Temperature, and Pressure in Hydrothermal Synthesis of Macro/Mesoporous TiO₂ for Photocatalytic Air Treatment. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 1 (1).

- Melcarne, G., dkk. 2010. Surfactant-Free Synthesis of Pure Anatase TiO₂ Nanorods Suitable For Dye-Sensitized Solar Cells. *Journal of Materials Chemistry*, 20 (34): 7248-7254.
- Naimah, S., Ermawati, R., 2011. Efek fotokatalisis nano TiO₂ terhadap mekanisme Anti Mikroba E Coli dan Salmonela. *Jurnal Riset Industri*, 5 (2): 113-120.
- Nam, dan Han. 2003. A Photocatalytic Performance of TiO₂ Photocatalyst Prepared by the Hydrothermal Method. *Korean J. Chem. Eng.*, 20 (1): 180-184.
- Ningsih, Sherly Kasuma. 2016. *Sintesis Anorganik*. Padang: Penerbit UNP Press.
- Nitya, Natawidha. 2012. Degradasi Limbah Deterjen (Senyawa Linear Alkilbenzena Sulfonat) dengan Fotokatalis Komposit Berbasis TiO₂ dan Batu Apung. *Skripsi*. Depok: Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UI.
- Oves, M., Khan, M.Z., dan Iqbal M.I. 2017. Modern Age Environmental Problems and their Remediation. *Springer*, 1 (1).
- Ramakrishnan, V. M., dkk. 2017. Size Controlled Synthesis of TiO₂ Nanoparticles by Modified Solvothermal Method Towards Effective Photo Catalytic and Photovoltaic Applications. *Materials Research Bulletin*, 97 (1): 351-360
- Rao, C.N.R., dan Biswas, Kanishka. 2014. *Essentials of Inorganic Materials Synthesis*. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Rao, K., V. Subba, A. Rachel, M. Subrahmanyam, P. Boule. 2003. Immobilization of TiO₂ on Pumice Stone for The Photocatalytic Degradation of Dyes and Dye Industry Pollutants. *Appl. Catal. B: Environ*, 46: 77-85.
- Reddy, K., Guin, D., Manorama, S., dan Reddy, A. 2004. Selective Synthesis of Nanosized TiO₂ by Hydrothermal Route: Characterization, Structure Property. Relation, and Photochemical Application. *Journal of Materials Research*, 19 (9): 2567-2575.
- Sa'diyah, B. (2017). Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium (III) Variasi Suhu Menggunakan Metode Solvotermal. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah (Pesan, Kesan, dan Keserasian AlQuran)* Vol. 8. Jakarta: Lentera Hati.

Shihab, M. Q. 2007. *Membumikan Al-Qur'an, Fungsi, dan Peran Wahyu dalam Masyarakat*. Cetakan I: Bandung: Mizan Media Utama.

Sivaranjani, K. 2012. Synthesis, Characterization And Application of Hetero Atom Doped Mesoporous TiO₂. *Tesis*. Maharashtra: University of Pune.

Slamet, Syakur, Riyadi., dan Danumulyo, Wahyu. 2003. Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (VI) Dengan Fotokatalis TiO₂. *Makara, Teknologi*, 7 (1).

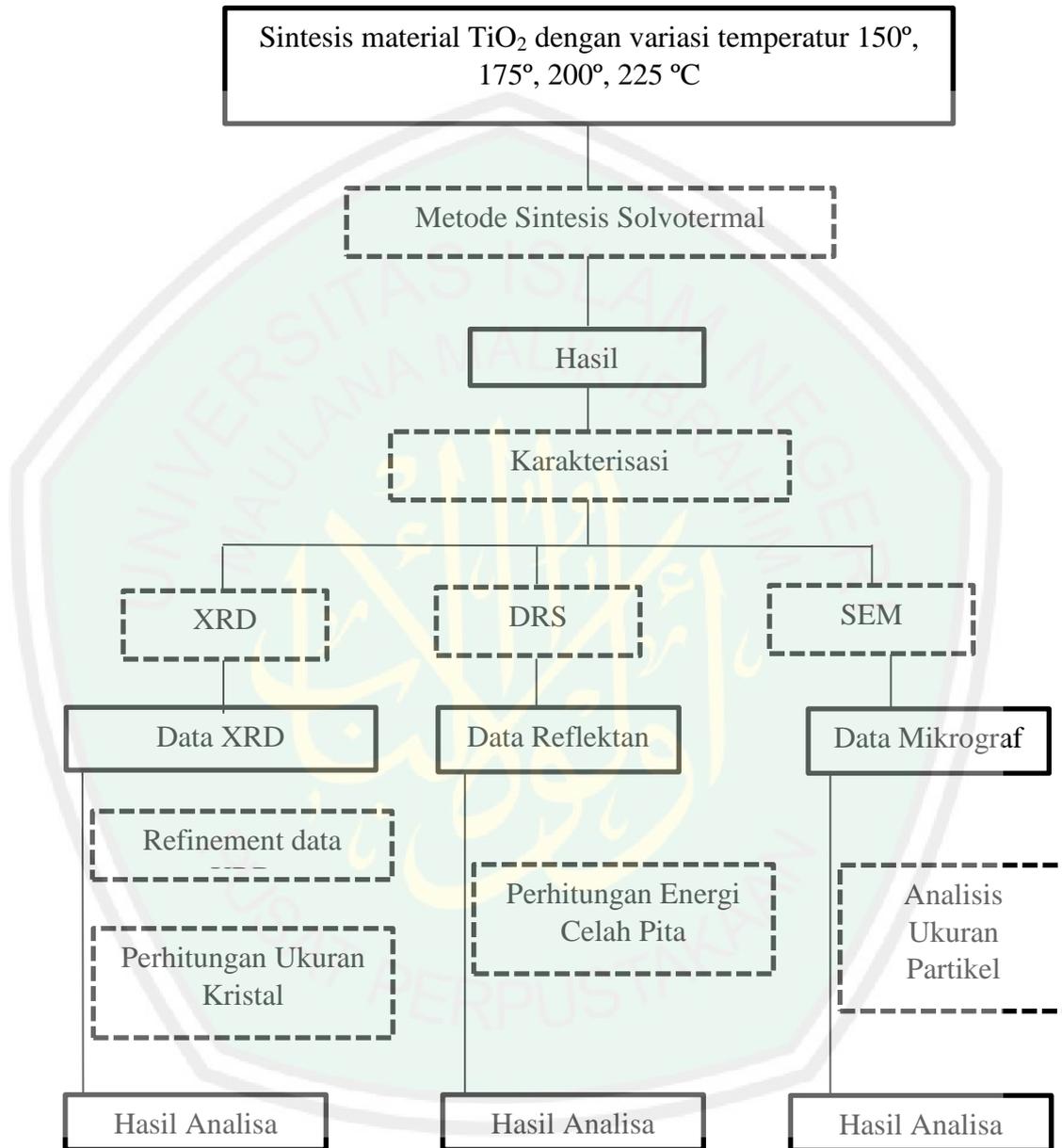
Zhang, X., Ge Xin, And Wang, C. 2009. Synthesis of Titania in Ethanol/Acetic Acid Mixture Solvents: Phase and Morphology Variations. *Crystal Growth and Design*, 9 (10): 4301-4307.

Zuo, Ranfang, dkk. 2014. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Using TiO₂ Impregnated Diatomite. *Advances in Materials Science and Engineering*, 1: 1-7.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir



1. Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Waktu

TTIP

- dimasukkan 10 mL ke dalam *beaker glass* 250 mL
- ditambah isopropanol sebanyak 50 mL sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 30 menit
- ditambahkan CH₃COOH sampai pH 1
- disonikasi selama 5 menit
- disolvotermal pada suhu 150 °C selama 2 jam, 2 jam, 12 jam, 12 jam
- dicuci dengan isopropanol sebanyak 2-3 kali
- dioven pada suhu 100 °C selam 1 jam, 12 jam, 12 jam, 24 jam

Hasil

2. Sintesis TiO₂ Menggunakan Metode Solvotermal dengan Variasi Suhu

TTIP

- dimasukkan 10 mL ke dalam *beaker glass* 250 mL
- ditambah isopropanol sebanyak 50 mL sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 30 menit
- ditambahkan CH₃COOH sampai pH 1
- disonikasi selama 5 menit
- dihidrotermal pada suhu, 150, 175, 200 dan 225 °C selama 12 jam
- dicuci dengan isopropanol sebanyak 2-3 kali
- dioven pada suhu 100 °C selam 24 jam

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan Kadar

Diketahui :

Mr TTIP : 284,22 gr/mol

ρ : 0,967 gr/cm³

Target Sintesis : 2,5 gr

1. Menghitung massa Ti

$$\begin{aligned} \text{massa TTIP} &= \frac{Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ TiO}_2} \times \frac{Mr \text{ TTIP}}{Ar \text{ Ti}} \times 2,5 \text{ gr} \\ &= \frac{47,9}{(47,9) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 2,718 \text{ gr} \\ &= 9,67 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{9,67 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 10 \text{ mL}$$

2. Massa atom Ti dalam TTIP

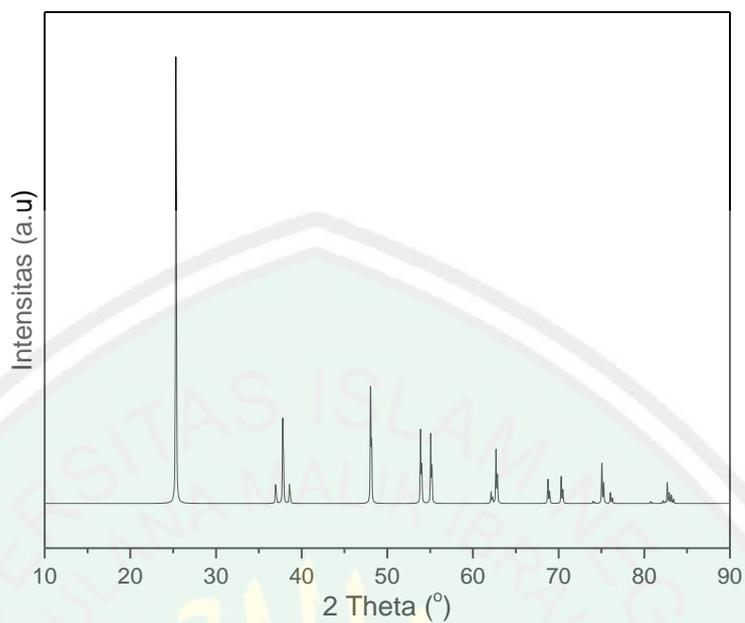
$$\text{Ti (gr)} = \text{garam (gr)} \times \frac{Ar (Ti)}{Mr (\text{garam})}$$

$$\text{Ti (gr)} = 9,67 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 1,6297 \text{ gr}$$

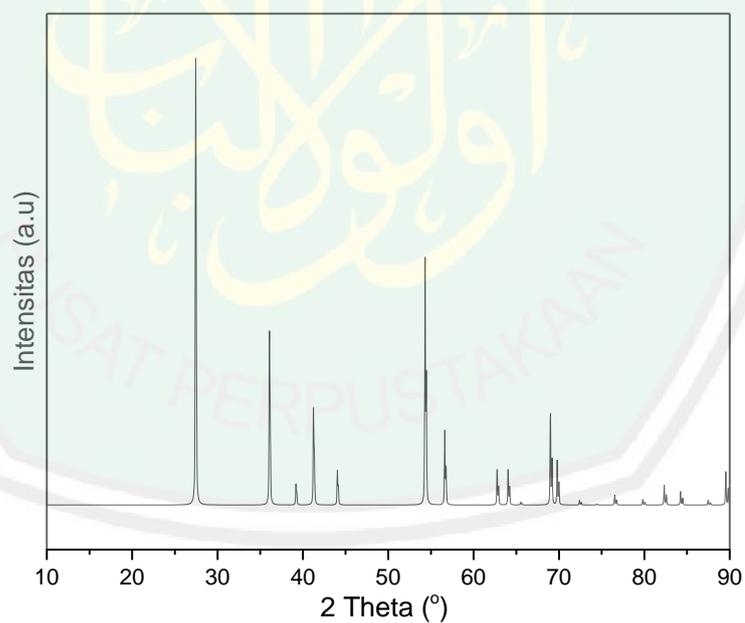
Lampiran 3. Standar Database XRD

1. Data TiO₂ Anatas ICSD No. 9852

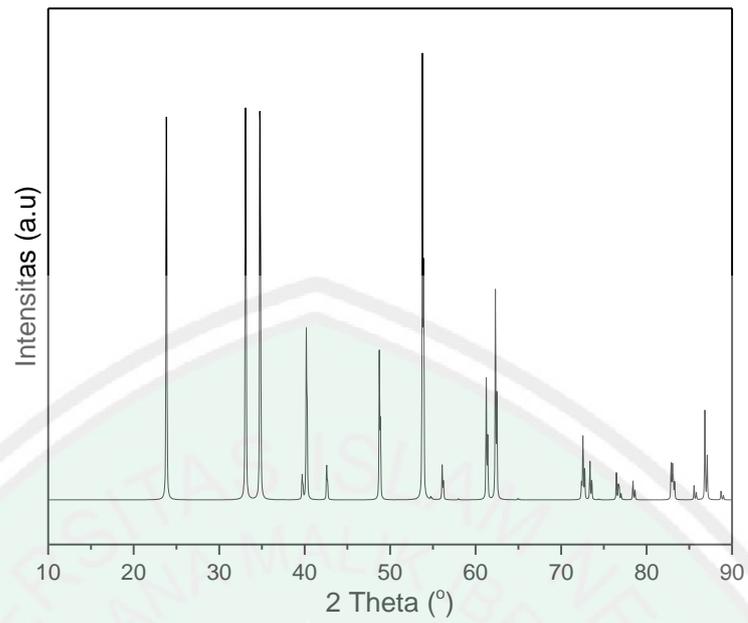


Gambar L.3.1 Difraktogram standar database TiO₂ anatas no. 9852

2. Data TiO₂ Rutil ICSD No. 9161

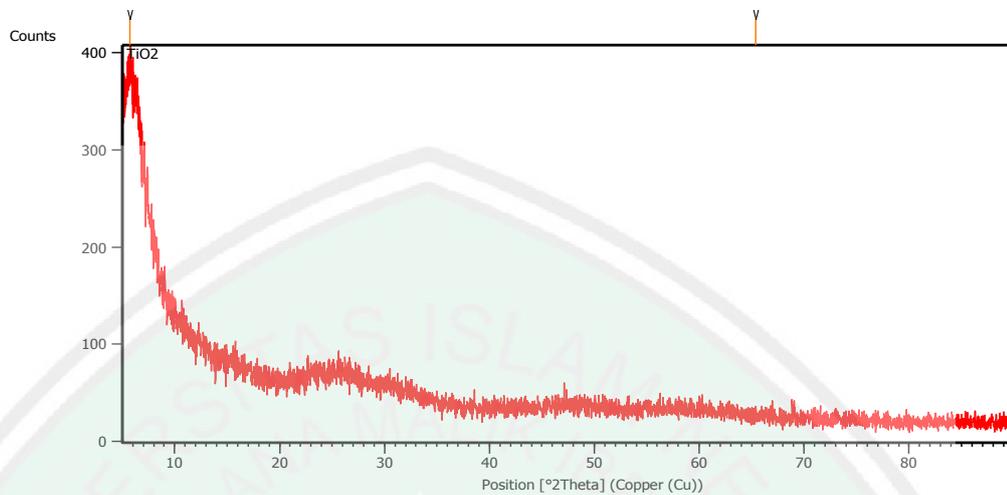


Gambar L.3.2 Difraktogram standar database TiO₂ rutil no. 9161

3. Data $Ti_{1.9}O_3$ ICSD No. 926Gambar L.3.3 Difraktogram standar database $Ti_{1.9}O_3$ no. 926

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD

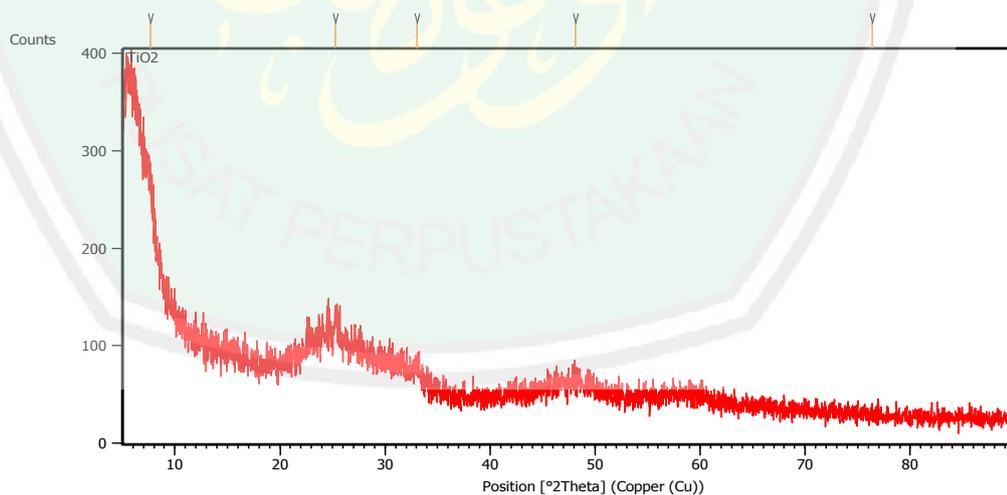
1.1 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 150 °C dengan lama waktu sintesis 2 jam dan pengeringan selama 1 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7234	100.13	0.5353	15.44181	100.00
65.3697	7.04	0.1004	1.42762	7.03

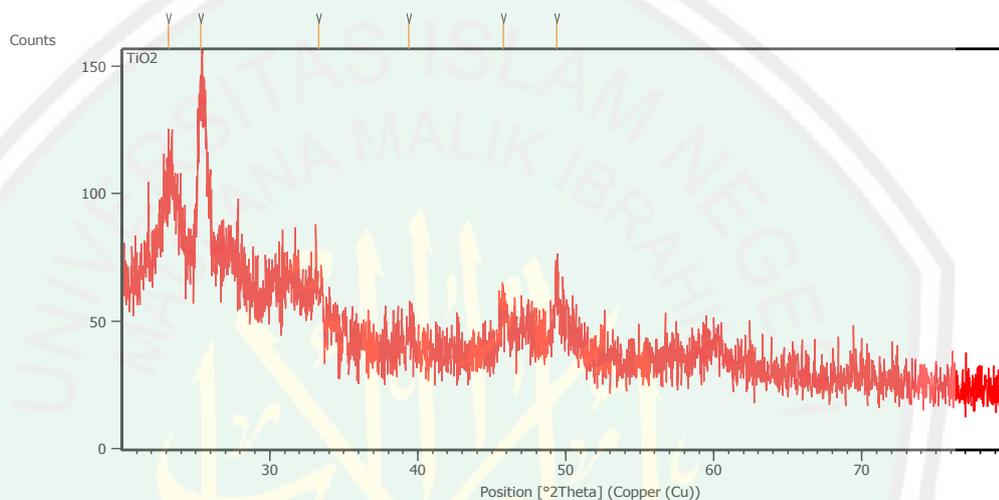
1.2 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 150 °C dengan lama waktu sintesis 2 jam dan pengeringan selama 12 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.6483	25.27	0.5353	11.55925	84.62
25.2596	29.86	0.2007	3.52588	100.00
33.0134	10.36	0.8029	2.71335	34.71
48.1144	7.54	0.8029	1.89118	25.24
76.3843	13.28	0.1224	1.24583	44.48

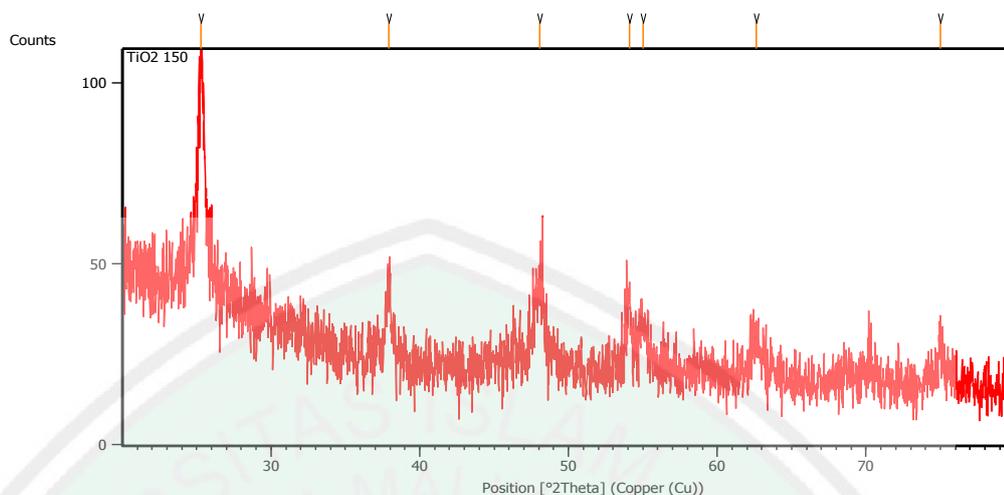
1.3 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 150 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 12 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23.1745	30.79	0.9368	3.83818	46.97
25.3130	65.57	0.2676	3.51857	100.00
33.2969	8.51	0.5353	2.69089	12.98
39.3879	6.49	0.8029	2.28768	9.89
45.7639	15.16	0.4015	1.98269	23.11
49.3705	24.62	0.2676	1.84597	37.55

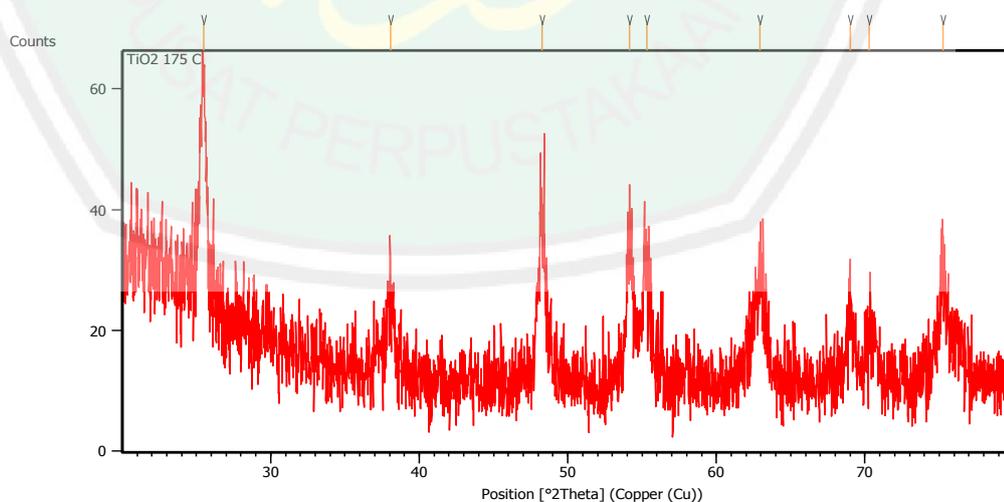
1.4 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 150 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2745	59.36	0.3346	3.52384	100.00
37.9021	22.64	0.2676	2.37387	38.13
48.0399	19.76	0.6691	1.89394	33.28
54.1042	20.67	0.3346	1.69511	34.82
55.0251	12.54	0.4015	1.66890	21.12
62.6290	8.73	0.8029	1.48333	14.70
74.9924	9.90	0.4015	1.26651	16.68

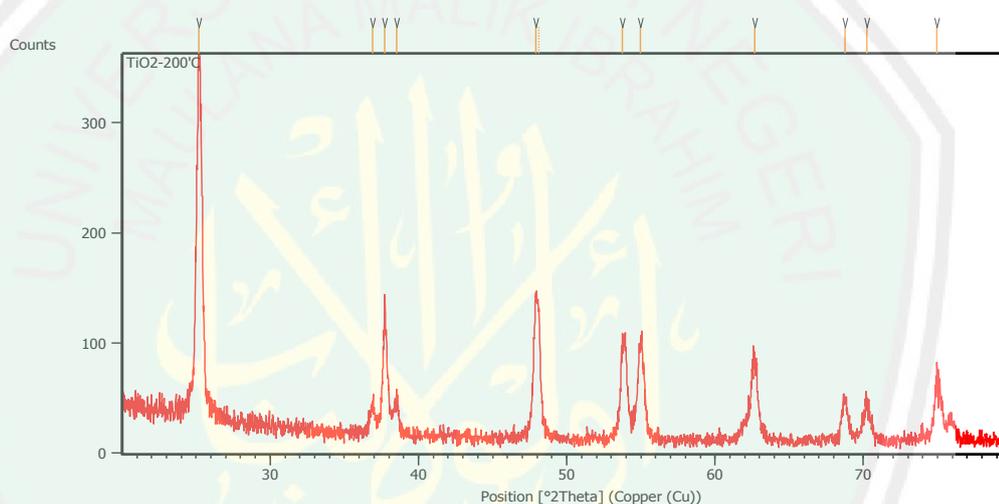
1.5 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 175 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.4713	40.25	0.4015	3.49705	100.00
38.0640	11.85	0.4015	2.36414	29.44
48.2846	23.46	0.4015	1.88491	58.27
54.1432	24.99	0.4015	1.69398	62.09
55.3156	20.97	0.4015	1.66082	52.09
62.9069	17.09	0.6691	1.47744	42.46
69.0136	11.99	0.4015	1.36087	29.77
70.2925	8.20	0.8029	1.33921	20.37
75.2334	17.48	0.2007	1.26305	43.43

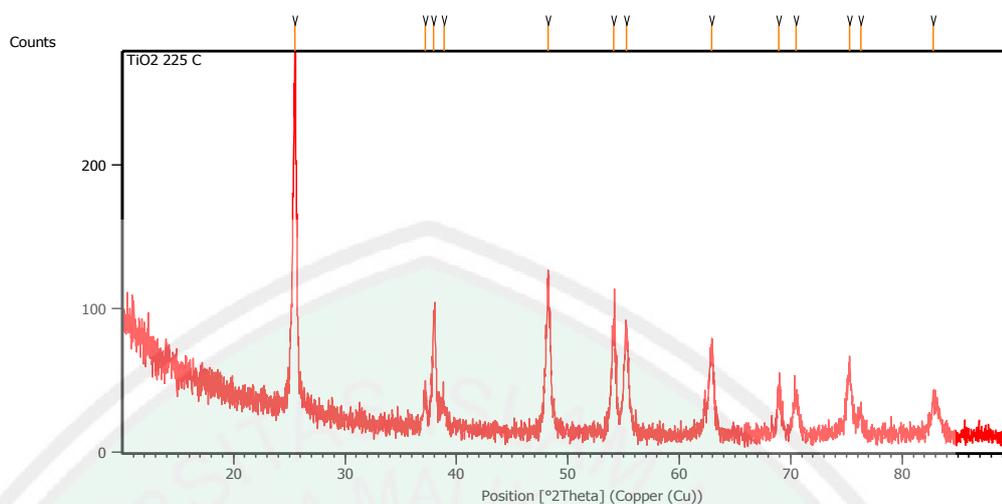
1.6 Hasil Karakterisasi XRD TiO_2 menggunakan metode solvotermal pada suhu $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.2024	320.76	0.3011	3.53375	100.00
36.9228	26.23	0.2676	2.43455	8.18
37.7192	108.42	0.2342	2.38496	33.80
38.5164	29.61	0.2676	2.33741	9.23
47.8926	130.08	0.2448	1.89785	40.55
48.1213	112.52	0.2040	1.89406	35.08
53.7321	82.57	0.2040	1.70456	25.74
54.9687	84.59	0.4896	1.66910	26.37
62.6785	71.25	0.4896	1.48105	22.21
68.7594	36.48	0.4080	1.36415	11.37
70.2359	35.52	0.4080	1.33904	11.07
74.9348	43.20	0.2448	1.26629	13.47

1.7 Hasil Karakterisasi XRD TiO₂ menggunakan metode solvotermal pada suhu 225 °C dengan lama waktu sintesis 12 jam dan pengeringan selama 24 jam

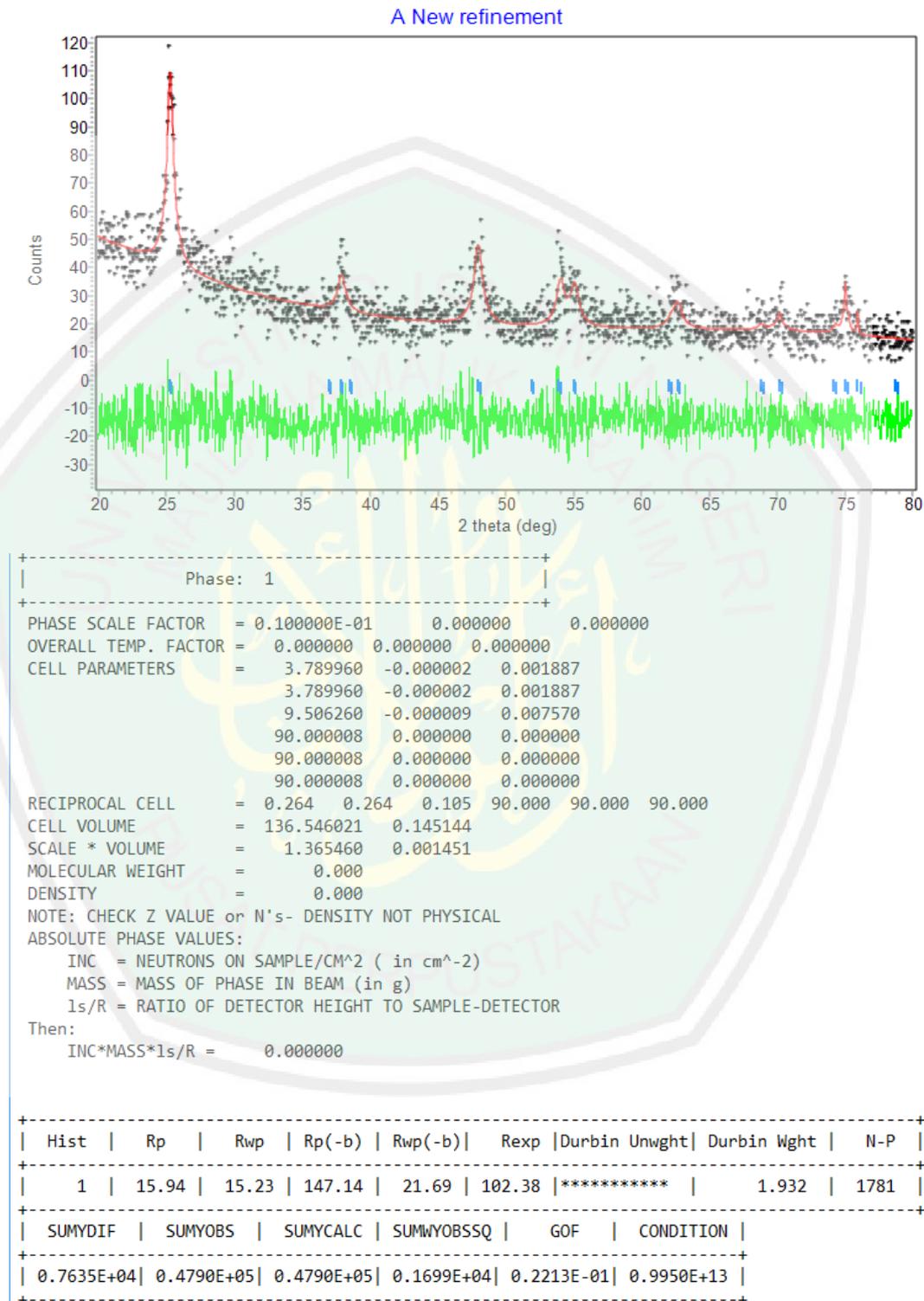


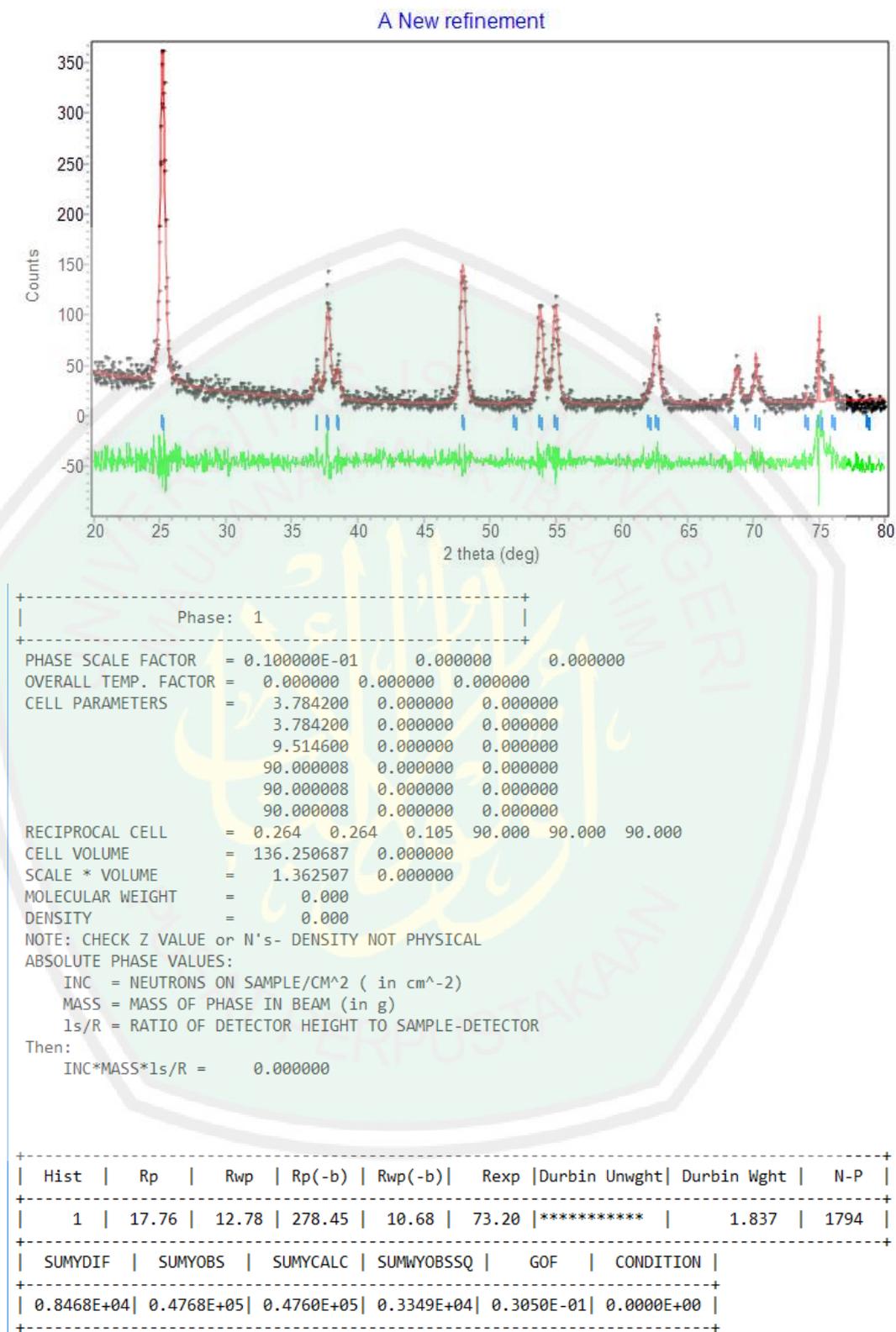
Daftar puncak yang muncul:

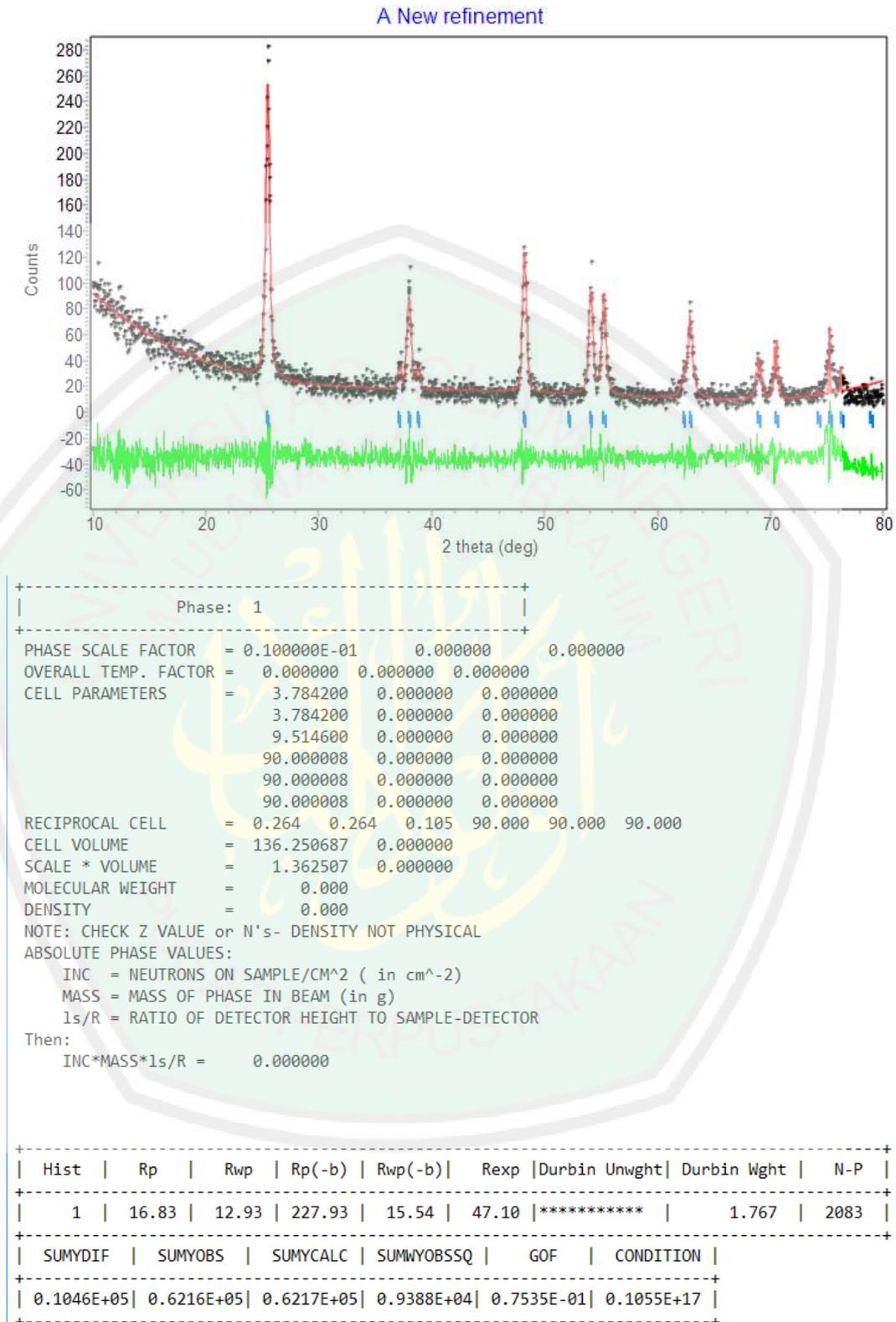
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.5149	230.56	0.1506	3.49117	100.00
37.1946	22.03	0.2007	2.41738	9.55
37.9277	72.55	0.2342	2.37232	31.47
38.8748	18.21	0.2676	2.31668	7.90
48.2190	106.25	0.1673	1.88732	46.08
54.1178	78.09	0.3346	1.69472	33.87
55.2665	67.26	0.3346	1.66218	29.17
62.9264	57.92	0.4015	1.47703	25.12
68.9435	28.92	0.3346	1.36208	12.54
70.4734	23.75	0.4015	1.33622	10.30
75.2724	45.43	0.4684	1.26250	19.71
76.2736	14.89	0.4015	1.24840	6.46
82.8100	23.63	0.4015	1.16565	10.25

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

1. TiO₂ 150 °C



3. TiO₂ 200 °C

4. TiO₂ 225 °C

Lampiran 6. Perhitungan Ukuran Kristal TiO₂

Perhitungan ukuran kristal menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* seperti pada Persamaan 3.1. Data-data untuk perhitungan ukuran kristal TiO₂ sebagai berikut:

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

$$\beta \text{ (FWHM)} : 0,3346^\circ = \frac{0,6691}{180} \times 3,14 = 0,005837$$

$$2\theta : 25,2745 = \frac{25,2588}{2} = 12,6373$$

$$\text{Cos } \theta : 0,9758$$

Sehingga ukuran kristal yang diperoleh adalah:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,005837 \times 0,9758} = 243.44 \text{ \AA} = 24.34 \text{ nm}$$

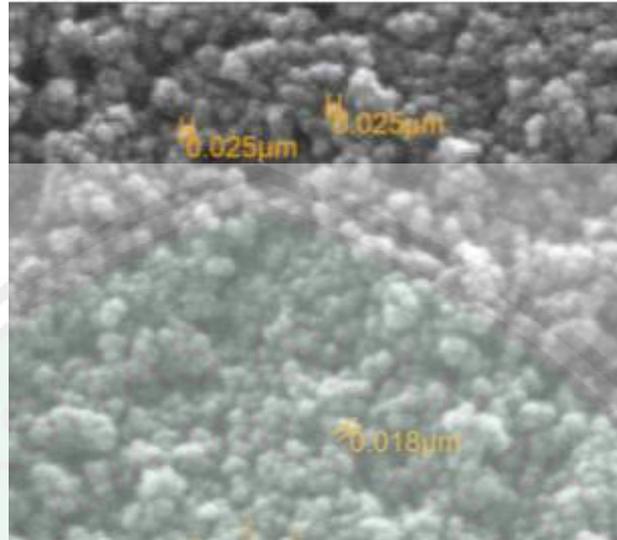
Untuk perhitungan ukuran kristal pada variasi suhu solvotermal yang lain langkah-langkahnya sama dengan contoh perhitungan seperti pada TiO₂ 150 °C. Hasil ukuran kristal dirangkum pada tabel dibawah ini:

Tabel L.6.1 Hasil Ukuran kristal Material TiO₂

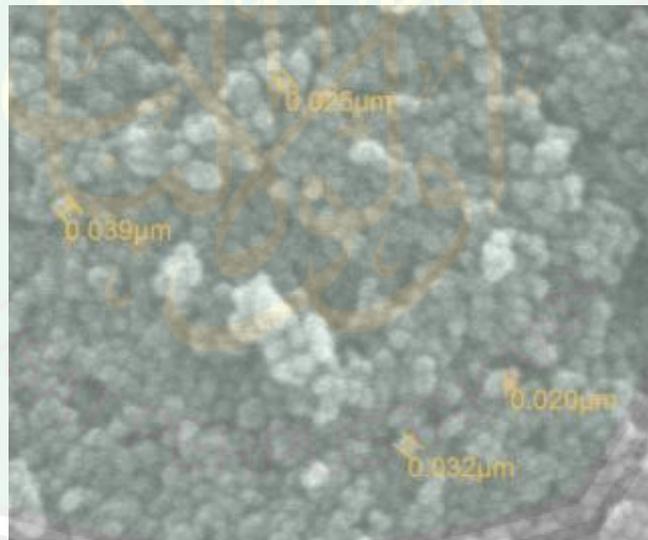
Material	Ukuran kristal (nm)
TiO ₂ 150 °C	24.34
TiO ₂ 175 °C	20.29
TiO ₂ 200 °C	27.04
TiO ₂ 225 °C	54.11

Lampiran 7. Perbesaran TiO₂ Analisis Menggunakan SEM pada Suhu Sintesis 200 dan 225 °C

1. TiO₂ pada Suhu Sintesis 200 °C

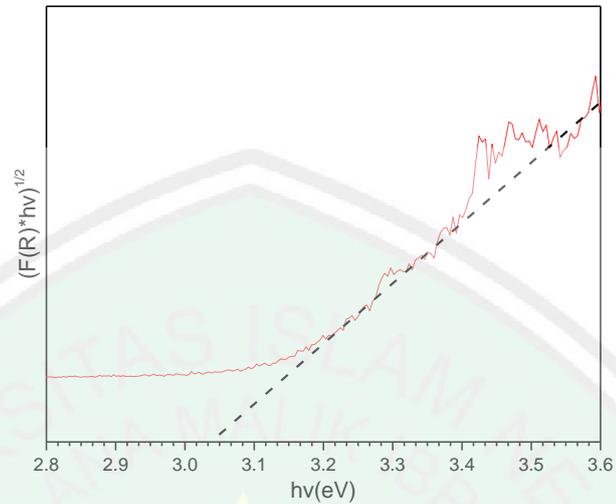


2. TiO₂ pada Suhu Sintesis 225 °C



Lampiran 8. Hasil Penentuan Energi *Band Gap* dengan Persamaan Kubelka-Munk

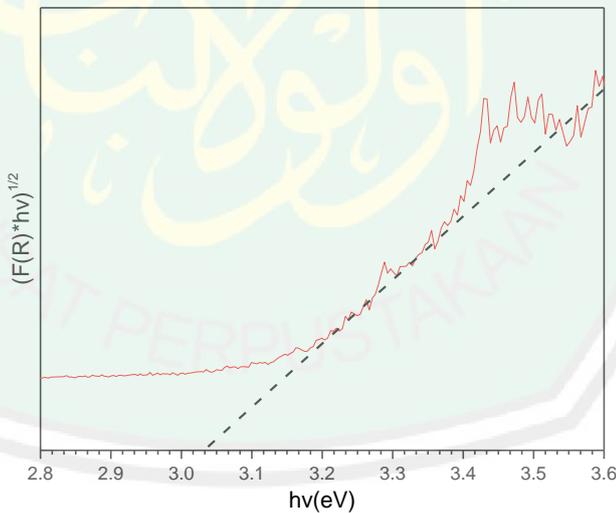
1. TiO₂ 150 °C



$$3.05 \text{ eV} = \frac{4.135 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^8}{\lambda}$$

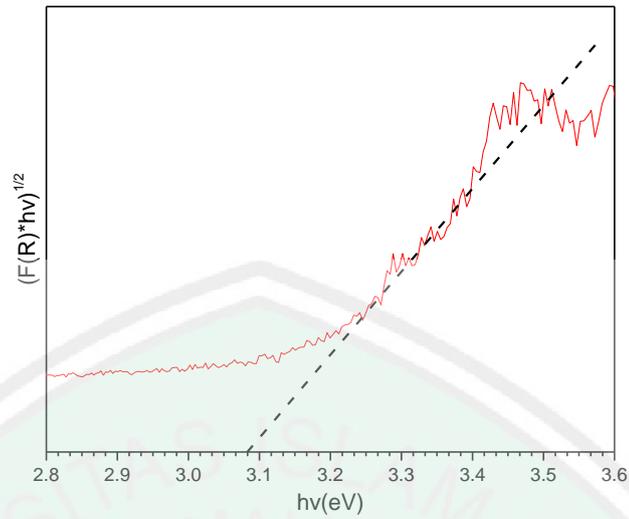
$$\lambda = 4.067 \times 10^{-7} \text{ m} = 406.7 \text{ nm}$$

2. TiO₂ 175 °C



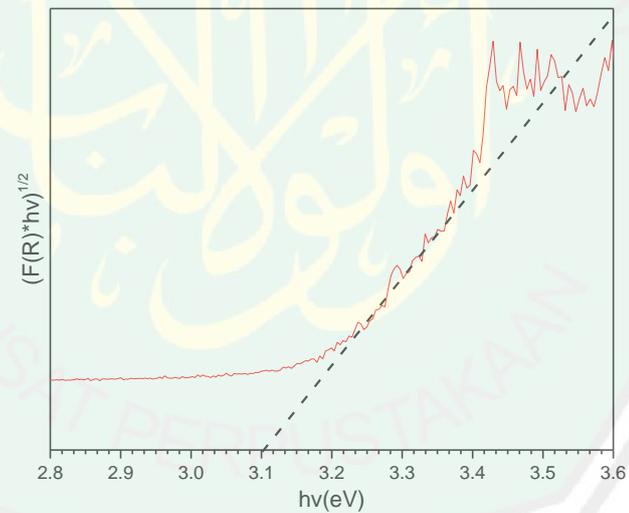
$$3.04 \text{ eV} = \frac{4.135 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^8}{\lambda}$$

$$\lambda = 4.081 \times 10^{-7} \text{ m} = 408.1 \text{ nm}$$

3. TiO₂ 200 °C

$$3.08 \text{ eV} = \frac{4.135 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^8}{\lambda}$$

$$\lambda = 4.027 \times 10^{-7} \text{ m} = 402.7 \text{ nm}$$

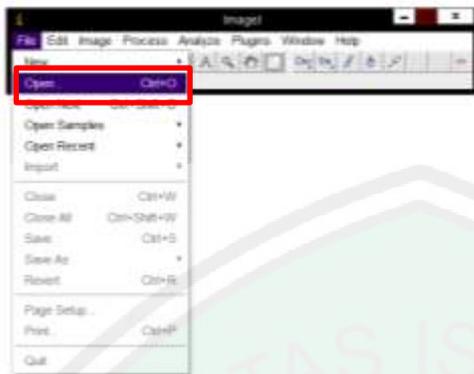
4. TiO₂ 225 °C

$$3.1 \text{ eV} = \frac{4.135 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s} \times 3 \times 10^8}{\lambda}$$

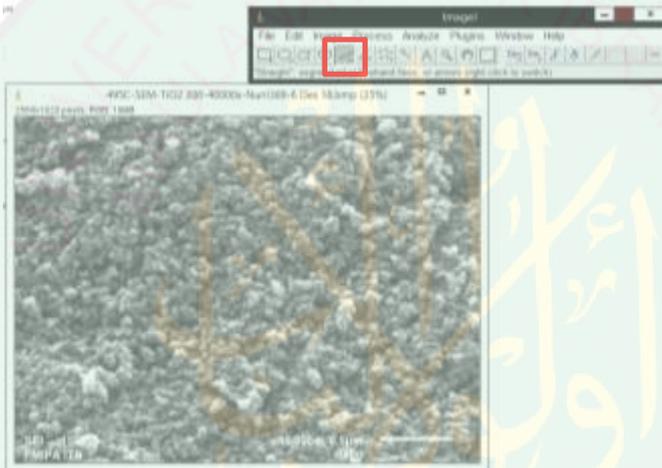
$$\lambda = 4.002 \times 10^{-7} \text{ m} = 400.2 \text{ nm}$$

Lampiran 9. Tahapan Analisis Ukuran dengan Software *Image-J*

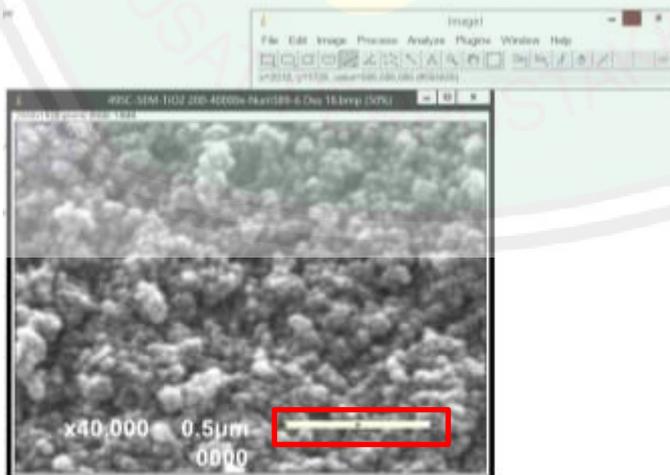
1. Open gambar SEM yang akan dianalisis



2. Klik straight untuk membuat garis



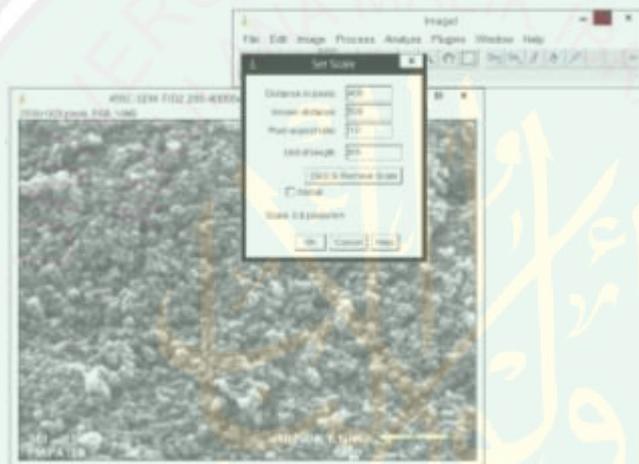
3. Dibuat garis pada scal bar



4. Klik analyze- set scale



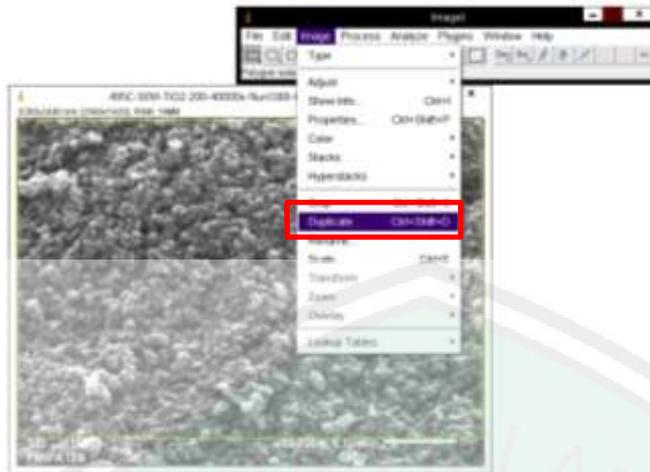
5. Dialog box disesuaikan



6. Klik rectangular untuk memilih area yang akan dianalisis



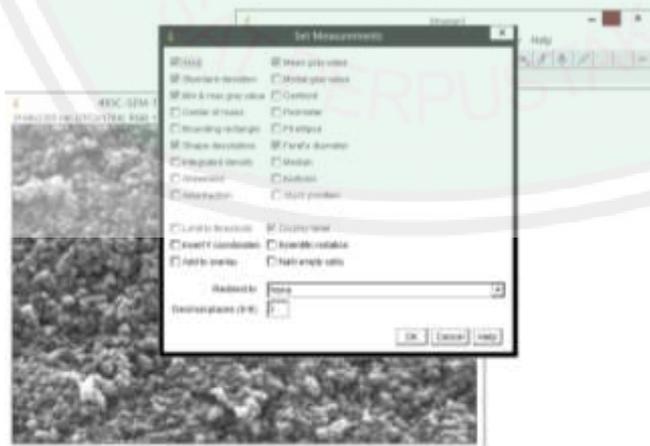
7. Klik image- duplicate sehingga hanya menampilkan area yang dianalisis



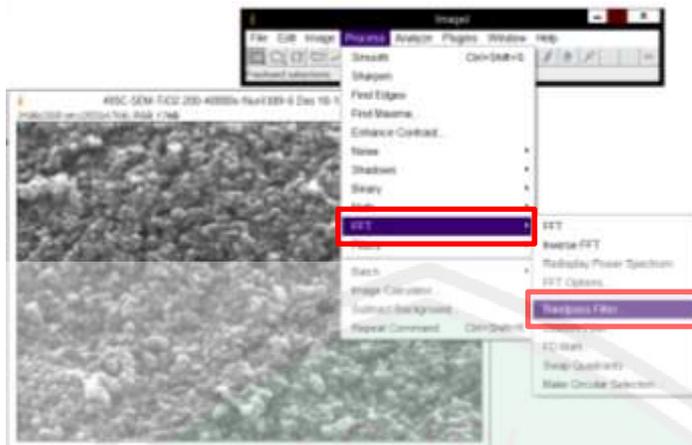
8. Klik analyze- set measurements untuk memilih apa saja data yang ingin diperoleh



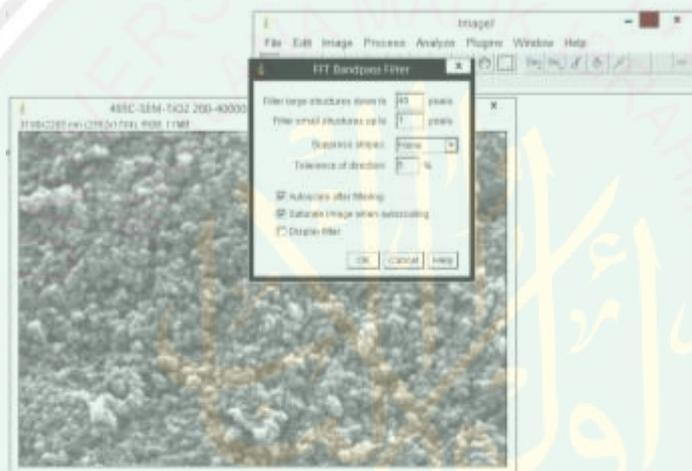
9. Dialog box disesuaikan



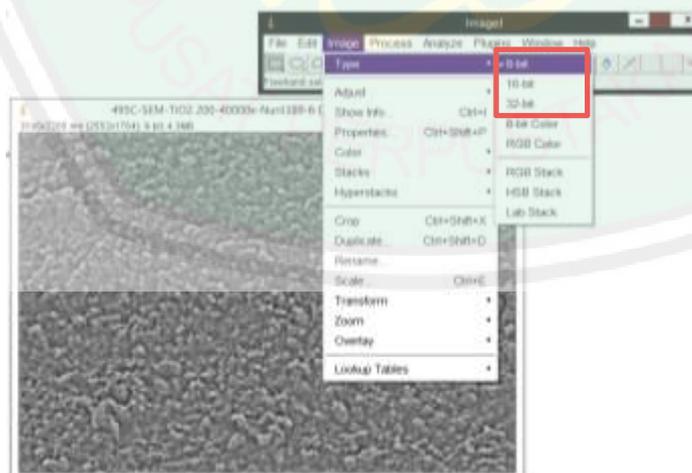
10. Klik process- FFT- bandpass filter



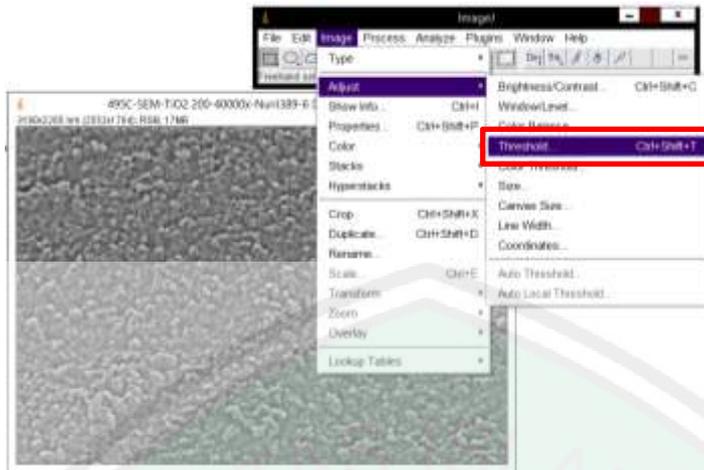
11. Dialog box disesuaikan



12. Klik image- type- 8/16/32 bit



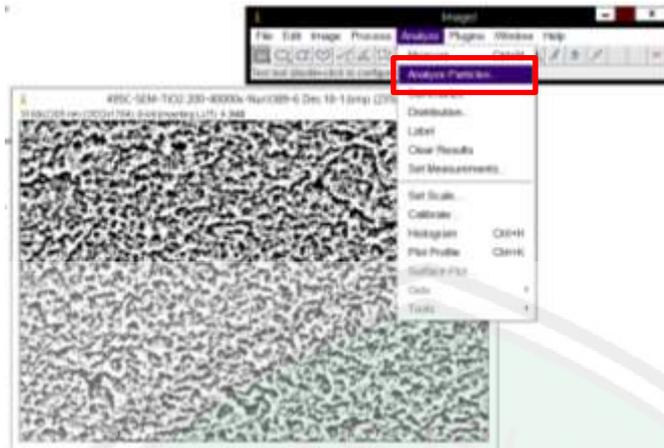
13. Klik image- adjust- threshold



14. Dirubah warna partikel yang awalnya putih menjadi hitam dan sebaliknya dengan mengaturnya pada dialog box



15. Klik analyze-analyze particles



16. Diperoleh hasil sebagai berikut

