

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂ TERDOPING
VANADIUM DENGAN VARIASI JENIS SURFAKTAN MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh :
FITROTUL JANNAH
NIM. 15630103



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂ TERDOPING
VANADIUM DENGAN VARIASI JENIS SURFAKTAN MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
FITROTUL JANNAH
NIM. 15630103

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri 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
2020**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂ TERDOPING
VANADIUM DENGAN VARIASI JENIS SURFAKTAN MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
FITROTUL JANNAH
NIM. 15630103

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 19 Juni 2020

Pembimbing I


A. Ghani Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Pembimbing II


M. Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



Elok-Kaptilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO₂ TERDOPING
VANADIUM DENGAN VARIASI JENIS SURFAKTAN MENGGUNAKAN
METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
FITROTUL JANNAH
NIM. 15630103

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 Juni 2020

Penguji Utama	: Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P NIP. 19750410 200501 2 009	(..... )
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istighfarini, M.Si LB. 63025	(..... )
Sekretaris Penguji	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(..... )
Anggota Penguji	: M. Imamudin, Lc., M.A NIP. 19740602 200901 1 010	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



Elok-Karimah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Fitrotul Jannah

NIM : 15630103

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 Terdoping Vanadium dengan Variasi Jenis Surfaktan Menggunakan Metode Sonikasi”

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

Malang, 25 Juni 2020
Yang membuat pernyataan,



Fitrotul Jannah
NIM. 15630103

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah hirobbil alamin, setelah melewati proses penelitian selama satu tahun ini akhirnya skripsi saya dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium dengan Variasi Jenis Surfaktan Menggunakan Metode Sonikasi”** ini telah terlaksana dengan baik. Skripsi ini saya persembahkan kepada kedua orang tua saya, ibu Zaitun dan bapak Arifi. Berkat do'a dan dukungan beliau dalam memberikan motivasi dapat menuntun saya menyelesaikan tugas akhir ini dengan sebaik mungkin. Terimakasih kepada bu Nur Aini dan pak A. Ghanaim Fasya telah membimbing saya dalam melaksanakan penelitian dan menyusun skripsi ini.

Kepada seluruh teman-temanku dan semua pihak baik secara langsung maupun tidak langsung, terimakasih telah memberi bantuan semangat, do'a, dan masukan kepada penulis dalam penyusunan skripsi ini.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas berkat, rahmat, nikmat, serta petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Sintesi dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium dengan Variasi Jenis Surfaktan Menggunakan Metode Sonikasi”** ini. Skripsi ini disusun untuk melengkapi salah satu persyaratan kelulusan Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang.

Sholawat dan salam semoga senantiasa dilimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat, dan para rekan penelitian. Skripsi ini dapat disusun dengan adanya dukungan dan partisipasi dari berbagai pihak yang berperan aktif dalam proses penyusunan. Dengan ini kami ucapkan banyak terimakasih kepada :

1. Kedua orang tua saya, ibu Zaitun dan bapak Arifi yang selalu memberikan do'a dan dukungan beliau dalam memberikan motivasi dapat menuntun saya menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini dengan sebaik mungkin.
2. Ibu Nur Aini, M.Si, bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si, dan ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

3. Ibu Dr Akyunul Jannah, S.Si, M.P dan bapak M. Imamudin, Lc., M.A selaku penguji dan pembimbing agama saya yang juga selalu sabar meluangkan waktu untuk memberikan arahan dan pengetahuan tambahan.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Seluruh dosen Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan dan pedoman dalam penulisan skripsi ini.
6. Laboran jurusan Kimia, mbak Isnaeni H., S.Si, mas Moh. Taufiq, S.Si, mas M. Chalid Al Ayubi, S.Si, mbak Rika Dian N., S.Si, mbak Susilowati, S.Si, mbak Mei Rhomawati, S.Si, dan mas M. Royanudin, S.Si yang telah banyak membantu saya selama proses penelitian.
7. Teman satu tim riset fotokatalis seperti mbak nelly, Yolanda, abid, fatachi, mbak widiya, dan faiz.
8. Sahabat seperjuangan dalam suka dan duka, Elsa Triana Nurfadzila, S.Pd, Nende Widya D. K., S.Si, Laila Sukria, S.Si, Khawiyatur Riv'ah A., S.Si, Habibatun Nadhifah, S.Si, Annazmil Fayros L., S.Si, dan Aldi Dwi Prasetyo, S.Si yang terus memberikan motivasi dan semangat sehingga penulis dapat berusaha sebaik mungkin untuk menyelesaikan penelitian dan penulisan naskah skripsi ini.
9. Seluruh pihak yang telah memberikan arahan serta semangat selama penulisan skripsi.

Terlepas dari segala hal, kami menyadari masih banyak kekurangan baik dalam penulisan dan tata bahasa. Oleh karena itu kami sangat terbuka dalam menerima kritik dan saran untuk membangun dalam penulisan skripsi ini. Akhir kata kami mengucapkan mohon maaf atas kekurangan yang ada dan semoga laporan hasil penelitian ini dapat bermanfaat bagi seluruh pihak.

Malang, 25 Juni 2020

Fitrotul Jannah



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR LAMPIRAN	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR PERSAMAAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المخلص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian.....	7
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Degradasi polutan organik dengan TiO ₂ sebagai material fotokatalis	9
2.2 TiO ₂ terdoping logam vanadium	14
2.3 Pengaruh penambahan surfaktan pada proses sintesis TiO ₂	20
2.4 Sintesis TiO ₂ dengan metode sonikasi	27
2.5 Pencemaran Lingkungan dan Penanganannya dalam Perspektif Islam	30
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat	32
3.2 Alat dan Bahan	32
3.2.1 Alat	32
3.2.1 Bahan	33
3.3 Rancangan Penelitian	33
3.4 Tahapan Penelitian	33
3.5 Prosedur Kerja	34
3.5.1 Sintesis fotokatalis TiO ₂ , proses sintesis fotokatalis TiO ₂ terdoping Vanadium (III) menggunakan sonikasi	34
3.5.2 Sintesis fotokatalis TiO ₂ , proses sintesis fotokatalis TiO ₂ terdoping Vanadium (III) dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi	35
3.5.3 Sintesis fotokatalis TiO ₂ , proses sintesis fotokatalis TiO ₂ terdoping Vanadium (III) dengan variasi template surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) menggunakan metode sonikasi.....	36

	x
3.5.4 Karakterisasi dan analisis menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	38
3.5.5 Karakterisasi dan analisis menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR)	39
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis fotokatalis TiO ₂ terdoping vanadium dengan variasi surfaktan menggunakan metode sonikasi	40
4.2 Karakterisasi material fotokatalis TiO ₂ terdoping vanadium dengan variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	44
4.3 Karakterisasi material fotokatalis TiO ₂ terdoping vanadium dengan variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan spektroskopi inframerah (IR)	51
4.4 Hasil Sintesis Material Fotokatalis TiO ₂ Terdoping Vanadium dengan Variasi Surfaktan CTAB, SDS, dan PEG dalam Perspektif Islam	54
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	57
5.2 Saran	58
DAFTAR PUSTAKA	59
LAMPIRAN	65



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Perhitungan	65
Lampiran 2 Diagram Alir	67
Lampiran 3 Dokumentasi	68
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD	69
Lampiran 5 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Menggunakan Program Rietica	79
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR	84



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Kenaikan elektron dari pita valensi ke pita konduksi oleh cahaya	10
Gambar 2.2	Skema proses fotokatalisis oleh foton pada semikonduktor	10
Gambar 2.3	Struktur kristal anatase, rutil, dan brookit.....	12
Gambar 2.4	Pola XRD dari data standart TiO ₂ anatase, rutil, dan brookit.....	13
Gambar 2.5	Investigasi penggunaan kembali dari VT600, FT600 dan NT600 fotokatalis sebagai sampel yang representatif	15
Gambar 2.6	Struktur pita energi (a) TiO ₂ tanpa doping dan (b) TiO ₂ -V.....	16
Gambar 2.7	Hasil XRD dari (a) TiO ₂ , (b) TiO ₂ tanpa dopan, (c) 0,3% V, (d) 0,5% V, (e) 0,7% V, dan (f) 0,9% V menggunakan metode sonokimia.....	18
Gambar 2.8	Hasil XRD dari TiO ₂ tanpa doping , TiO ₂ doping 0,1%; 0,25%; 0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%; 1,5%; dan 2,0% menggunakan metode hidrotermal	19
Gambar 2.9	Hasil XRD dari TT, VT, FT dan NT dikalsinasi pada suhu 450 °C.....	20
Gambar 2.10	Struktur bipolar surfaktan a) CTAB, b) SDS, dan c) PEG.....	21
Gambar 2.11	Struktur hemimicellar, admicellar, dan micellar yang terbentuk pada TiO ₂ pada konsentrasi CTAB tertentu	23
Gambar 2.12	Mekanisme modifikasi TiO ₂ oleh surfaktan CTAB dalam kondisi asam (PH<4).....	26
Gambar 2.13	Pola XRD sampel a. CTAB TiO ₂ b. PEG TiO ₂ c. SDS TiO ₂	27
Gambar 4.1	Perubahan sampel yang terjadi saat proses sintesis (a) campuran TTIP dengan isopropanol, (b) setelah penambahan vanadium, dan (c) hasil gel setelah sonikasi 30 menit	41
Gambar 4.2	Dugaan mekanisme reaksi yang terjadi pada (1) Reaksi permutasi alkohol antara TTIP dengan isopropanol, (2) reaksi hidrolisis antara TTIP dengan asam asetat, (3) reaksi hidrolisis antara TTIP dengan H ₂ O, (4) reaksi kondensasi pembentukan dimer Ti ₂ (OH) ₆ (OAc) ₂ , (5) reaksi polimerisasi dari penggabungan dimer jembatan asetat Ti(OH) ₆ (OAc) ₂	44
Gambar 4.3	Pola difraksi sinar-X senyawa TiO ₂ -V 500°C, TiO ₂ -V CTAB 500°C, TiO ₂ -V CTAB 450°C, dan TiO ₂ -V CTAB 400°C	45
Gambar 4.4	Pola difraksi sinar-X senyawa TiO ₂ -V surfaktan (surfaktan: CTAB, SDS, dan PEG) pada suhu 450 °C	47
Gambar 4.5	Hasil perbesaran difraktogram standar TiO ₂ anatase dan TiO ₂ -V pada posisi 2θ (°) 23 sampai 50	48
Gambar 4.6	Plot hasil <i>refinement</i> senyawa TiO ₂ -V tanpa surfaktan	49
Gambar 4.7	Spektra IR material (a) TiO ₂ -V tanpa surfaktan, (b) TiO ₂ -V CTAB, (c) TiO ₂ -V SDS, dan (d) TiO ₂ -V PEG	52

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ukuran partikel dan morfologi pada perbedaan surfaktan	27
Tabel 3.1 komposisi prekursor senyawa $Ti_{0,997}V_{0,003}O_2$ dan $Ti_{0,997}V_{0,003}O_2$ dengan penambahan surfaktan 0,92 mM CTAB, 8,4 mM SDS, dan 9,4 mM	37
Tabel 4.1 Data Kristalografi TiO_2 -V tanpa surfaktan, TiO_2 -V variasi surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) dari proses <i>refinement</i> menggunakan metode <i>Le Bail</i>	50
Tabel 4.2 Ukuran Kristal TiO_2 -V tanpa surfaktan dan TiO_2 -V variasi surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG)	51
Tabel 4.3 Identifikasi modus vibrasi IR pada material TiO_2 -V tanpa surfaktan, TiO_2 -V CTAB, TiO_2 -V SDS, dan TiO_2 -V PEG	53



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Persamaan Debye Scherer	38
---	----



ABSTRAK

Jannah, Fitrotul. 2020. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium dengan Variasi Jenis Surfaktan Menggunakan Metode Sonikasi**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Pembimbing II: Muchammad Imamuddin, MA

Kata Kunci: *TiO₂, Vanadium, CTAB, SDS, PEG, Metode Sonikasi*

Titanium dioksida (TiO₂) terdoping vanadium telah disintesis dengan variasi template surfaktan *cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB), *sodium dodecyl sulfate* (SDS), dan *poly ethylene glycol* (PEG) menggunakan metode sintesis sonikasi. TiO₂ memiliki celah pita lebar (3,2 eV) yang dapat membuat aktivitas fotokatalis menjadi kurang efektif pada daerah sinar tampak. Proses peningkatan aktivitas fotokatalitik dapat dilakukan dengan pendopingan menggunakan vanadium dan juga modifikasi menggunakan template surfaktan. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengetahui karakter struktur, ukuran kristal, dan gugus fungsi material fotokatalis TiO₂-V dengan variasi template surfaktan. Sintesis material fotokatalis TiO₂-V termodifikasi surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) dikalsinasi pada suhu optimalnya yaitu 450°C. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dan dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *spektrofotometer Infrared* (IR). Hasil karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) menunjukkan bahwa penggunaan variasi surfaktan ke dalam TiO₂ terdoping vanadium menggunakan metode sonikasi pada suhu kalsinasi 450°C tidak menyebabkan perubahan struktur maupun transformasi fasa dari anatas ke fasa rutil atau brookit. Selain itu, pada difraktogram juga menunjukkan tidak adanya pengotor pada sampel seperti V₂O₃ atau V₂O₅ akibat dari proses pendopingan dengan vanadium. Sehingga mengindikasikan fasa yang terbentuk adalah murni fasa anatas dengan *space group* I4₁/amd. Perbedaan ukuran kristal yang dihasilkan yaitu 24, 324 nm (TiO₂-V); 81,076 nm (TiO₂-V CTAB); 48,640 nm (TiO₂-V SDS); dan 12,927 nm (TiO₂-V PEG). *Spektrofotometer Infrared* (IR) menunjukkan bahwa adanya penambahan surfaktan CTAB dan SDS pada TiO₂-V tidak menghasilkan perubahan pada bilangan gelombang 3404; 1631; 1557; 1383; 646; dan 483 cm⁻¹. Sedangkan pada TiO₂-V PEG menunjukkan bahwa gugus fungsi dari surfaktan PEG masih tersisa pada TiO₂-V.

ABSTRACT

Jannah, Fitrotul. 2020. **Synthesis and Characterization of Vanadium-Doped TiO₂ Photocatalyst with Variations in Surfactant Types Using the Sonication Method.** Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor I: A. Ghanaim Fasya, M.Sc; Advisor II: Muchammad Imamuddin, MA

Keywords: *TiO₂, Vanadium, CTAB, SDS, PEG, Sonication Method*

Vanadium doped titanium dioxide (TiO₂) has been synthesized with variations of surfactant cetyl trimethylammonium bromide (CTAB), sodium dodecyl sulfate (SDS), and poly ethylene glycol (PEG) using the sonication synthesis method. TiO₂ has a wide band gap (3.2 eV) which can make photocatalyst activity less effective in visible light areas. The process of increasing photocatalytic activity can be done by supporting using vanadium and also modification using a surfactant template. This study aims at synthesizing and determining the structural characteristics, crystal size, and functional groups of TiO₂-V photocatalyst materials with variations of surfactant templates. Synthesis of surfactant-modified TiO₂-V photocatalyst material (CTAB, SDS, and PEG) was calcined at its optimal temperature of 450°C. Synthesized samples were characterized and analyzed using X-Ray Diffraction (XRD) and Infrared (IR) spectrophotometer. The characterization results using X-Ray Diffraction (XRD) showed that the use of surfactant variations in vanadium doped TiO₂ using sonication method at 450°C calcination temperature did not cause structural changes or phase transformation from anatase to rutile or brookite phases. In addition, the diffractogram also shows the presence of impurities in samples such as V₂O₃ or V₂O₅ due to the process of supporting with vanadium. So that indicates the phase formed is purely anatase phase with space group *I4₁/amd*. The resulting crystal size differences are 24.324 nm (TiO₂-V); 81.076 nm (TiO₂-V CTAB); 48.640 nm (TiO₂-V SDS); dan 12.927 nm (TiO₂-V PEG). Infrared spectrophotometer (IR) shows the presence of surfactant CTAB on TiO₂-V has not produce changes in wave numbers 3404; 1631; 1557; 1383; 646; and 483 cm⁻¹. While on TiO₂-V PEG shows the functional groups of PEG surfactant is still left on TiO₂-V.

الملخص

الجنة، فطرة. ٢٠٢٠. توليف وتوصيف المحفز الضوئي TiO_2 المخدر من الفاناديوم مع تقلب المواد السطحية باستخدام طريقة سونيكيشن. رسالة الليسانس. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: أ. غنائم فاشا، الماجستير؛ المشرف الثاني: محمد إمام الدين، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: TiO_2 ، الفاناديوم، CTAB، SDS، PEG، طريقة سونيكيشن

ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) تم تصنيعها بنجاح مع الاختلافات في مادة الخلايا ثلاثي ميثيل امونيوم ثنائي الفينيل (CTAB)، كبريتات ثنائي الصوديوم ديدوريل (SDS)، والبولي جلايكول الإيثيلين (PEG) باستخدام أساليب توليف سونيكيشن. يحتوي TiO_2 على فجوة واسعة في الشريط (٣,٢ eV) يمكن أن تجعل نشاط المحفز الضوئي أقل فعالية على مناطق الحزمة المرئية. يمكن تنفيذ عملية زيادة النشاط المحفز الضوئي باستخدام الفاناديوم و باستخدام قالب السطحي. يهدف البحث إلى تجميع وتحديد طابع الهيكل، وحجم الكريستال، ومجموعة وظيفة المحفزات الضوئية للمواد TiO_2-V مع اختلاف قالب السطحي. يتم تكلس تركيب مادة المحفز الضوئي التي تم تعديلها تحت السطحي TiO_2-V (CTAB و SDS و PEG) عند درجة حرارتها المثلى البالغة ٤٥٠ درجة مئوية. يتم توصيف نتائج توليف العينة وتحليلها باستخدام الحيود بالأشعة السينية (XRD) ومطياف الأشعة تحت الحمراء (IR). تشير نتائج التوصيف باستخدام حيود الأشعة السينية (XRD) إلى أن استخدام تباين السطحي في TiO_2 من الفاناديوم-المنشطات باستخدام طريقة صوتنة في درجة حرارة ككلس ٤٥٠ درجة مئوية لا يسبب تغييرات هيكلية أو تحويل المرحلة من المرحلة العليا إلى مرحلة بروكيت أو بروكيت. بالإضافة إلى ذلك، في ديفاغرام يشير أيضا إلى عدم وجود شوائب في العينة مثل V_2O_3 أو V_2O_5 الناتجة عن عملية المخدر مع الفاناديوم. وبالتالي فإن الإشارة

إلى المرحلة التي تشكلت هي مرحلة أنويم بحتة مع المجموعة الفضائية $I4_1/amd$. الفرق الناتج في حجم الكريستال هو ٢٤,٣٢٤ نانومتر (TiO_2-V)، ٨١,٠٧٦ نانومتر (TiO_2-V CTAB)، ٤٨,٦٤٠ نانومتر (TiO_2-V SDS)، و ١٢,٩٢٧ نانومتر (TiO_2-V PEG). يظهر مطياف الأشعة تحت الحمراء (IR) أن المواد السطحية PEG لم يتم تكلسها تمامًا عند ٤٥٠ درجة مئوية. يوضح مقياس الطيف الضوئي بالأشعة تحت الحمراء (IR) أن إضافة المواد الخافضة للتوتر السطحي CTAB و SDS إلى TiO_2-V لا ينتج عنها تغيرات في الموجة رقم 3404 ؛ 1631 ؛ 1557 ؛ 1383 ؛ 646 ؛ و 483 سم⁻¹. في حين أظهر TiO_2-V PEG أن المجموعة الوظيفية من الفاعل بالسطح PEG لا تزال تترك على TiO_2-V .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Material semikonduktor oksida logam dapat digunakan sebagai material fotokatalis untuk pengolahan limbah, mengingat limbah yang dihasilkan semakin meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah sektor industri di Indonesia maupun di negara-negara lain pada saat ini semakin berkembang pesat. Selain dapat memberikan dampak yang positif juga dapat memberikan dampak yang negatif terhadap lingkungan. Salah satu dampak negatifnya yaitu berupa limbah yang dihasilkan juga semakin melimpah. Limbah-limbah tersebut mengandung berbagai ion logam berat dan polutan organik yang dapat menghambat proses degradasi secara alami. Oleh karena itu perlu dilakukan penanganan limbah terlebih dahulu sebelum dibuang ke lingkungan dengan menggunakan suatu metode untuk mendegradasi limbah tersebut. Salah satu cara untuk mengatasi masalah ini adalah memanfaatkan metode fotokatalitik menggunakan material semikonduktor oksida logam.

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah yang memiliki peran sebagai khalifah Allah di muka bumi ini untuk menjaga dan memelihara alam. Salah satu upaya untuk memelihara alam yaitu dengan menjaga lingkungan dari perbuatan yang menyebabkan kerusakan alam. Hal ini telah dijelaskan dalam al-Qur'an surat al-A'raf 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”.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah melarang perbuatan yang menyebabkan kerusakan di muka bumi dalam bentuk apapun. Larangan berbuat kerusakan untuk mengatasi perilaku yang merusak, membunuh, mencemari lingkungan, dan perbuatan lain yang merugikan. Allah memperbaiki bumi ini dengan mengutus Rasul, menurunkan al-Qur'an, dan penetapan syariat. Kesadaran untuk bertanggung jawab dalam memelihara lingkungan merupakan salah satu bentuk ketakwaan kepada Allah. Salah satu bentuk kesadaran tersebut adalah melakukan pengolahan lingkungan dengan mensistesis material fotokatalis TiO_2 yang dapat dimanfaatkan untuk pengolahan limbah.

Metode fotokatalitik merupakan salah satu proses penjernihan air limbah yang memanfaatkan cahaya sebagai sumber energi dan katalis untuk mengubah laju reaksi kimianya. Sumber energi yang dapat digunakan dalam proses ini adalah cahaya matahari dan sinar UV (Marlina, 2016). Reaksi yang terjadi pada proses fotokatalitik ini yaitu energi diserap oleh semikonduktor, kemudian elektron mengalami eksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi dan meninggalkan lubang positif di pita valensi. Elektron yang tereksitasi dan lubang positif akan menghasilkan radikal bebas yang aktif dan mengoksidasi polutan organik (Zong dan Wang, 2014).

Material semikonduktor oksida yang memiliki potensi sebagai fotokatalisis yaitu TiO_2 , WO_3 , dan SnO_2 (Sucahya, dkk.,2016), SnO_2 , ZnO , VO_2 (Byranvand,

dkk., 2013). Titanium dioksida (TiO_2) merupakan material semikonduktor yang paling banyak digunakan karena memiliki celah pita yang lebar (3,2 eV), sifat pereduksi yang kuat, dapat mendekomposisi polutan organik dengan baik, harga lebih murah, mudah didapatkan, dan cenderung tidak menghasilkan produk samping (Aliah, dkk., 2012). Selain itu, TiO_2 juga memiliki sifat optik yang baik, tidak beracun, memiliki aktivitas fotokatalis yang baik, dan juga ramah lingkungan (Sucahya, dkk., 2016). TiO_2 memiliki tiga bentuk mineral yaitu anatas, rutil, dan brookit. Bentuk anatas merupakan fase TiO_2 yang memiliki sistem kristal tetragonal cenderung dipiramidal, sehingga baik digunakan untuk fotokatalisis karena memiliki kemampuan aktivitas yang paling tinggi daripada bentuk rutil dan brookit (Byranvand, dkk., 2013).

Proses peningkatan aktivitas kinerja TiO_2 dalam proses degradasi dapat dilakukan dengan pendopongan menggunakan unsur organik maupun anorganik. Pendopongan ini dilakukan untuk modifikasi struktur elektronik oksida logam sehingga mempengaruhi karakter suatu produk melalui penurunan energi celah pita. Unsur anorganik yang biasa digunakan sebagai dopan antara lain yaitu perak (Ag) (Sutanto, dkk., 2015), vanadium (V) (Reddy, dkk., 2016), gadolinium (Gd) (Eddy, dkk., 2017), dan disprosium (Dy) (Phuruangrat, dkk., 2017). Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Reddy, dkk (2016) menyatakan bahwa ion logam vanadium dapat menurunkan energi celah pita. Metode pendopongan TiO_2 dengan vanadium dilakukan karena keduanya memiliki konfigurasi elektronik serupa di dalam lapisan luar atomnya (Wang, dkk., 2017).

Salah satu kelemahan lain dari material semikonduktor TiO_2 adalah luas permukaannya yang kecil dan pendopongan masih belum cukup untuk

meningkatkan aktivitasnya, sehingga perlu dilakukan upaya-upaya untuk meningkatkan aktivitasnya, salah satunya adalah dengan modifikasi. Modifikasi ini dapat dilakukan dengan menggunakan *template* sebagai zat aktif permukaan yang dapat menurunkan tegangan permukaan serta memiliki struktur bipori yang biasa disebut dengan surfaktan (Kurniawa, dkk., 2013). Surfaktan juga dapat digunakan sebagai pereduksi ukuran suatu partikel serta dapat membentuk pori (Fahyuan, dkk., 2012) dan menghasilkan luas permukaan semikonduktor TiO₂ lebih besar. Pembentukan pori pada surfaktan dapat terjadi dengan adanya pembentukan misel dari kumpulan molekul-molekul surfaktan saat berada pada kondisi *critical micelle concentration* (CMC) yang ditentukan. Misel yang terbentuk akan berinteraksi dengan TiO₂ dan tersebar pada permukaan misel (berdasarkan bentuknya).

Surfaktan dibedakan berdasarkan muatannya pada masing-masing surfaktan tersebut diantaranya yaitu surfaktan kationik, surfaktan anionik, dan surfaktan netral. Surfaktan kationik merupakan surfaktan yang memiliki muatan positif, contohnya seperti *cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB). Surfaktan anionik termasuk surfaktan yang memiliki muatan negatif, contohnya seperti *sodium dodecyl sulfate* (SDS). Surfaktan nonionik adalah surfaktan dengan muatan yang netral, contohnya seperti *poli etilen glikol* (PEG).

Pada proses sintesis nanopartikel TiO₂ dengan penambahan *template* ke dalam nanofluida dilakukan dengan tujuan untuk memberikan stabilitas suspensi nanopartikel. Partikel TiO₂ didispersikan menjadi cairan dan dicampur secara menyebar atau menyeluruh menggunakan metode sonikasi untuk menghasilkan nanopartikel (Leena dan Srinivasan, 2015). Partikel nano biasanya terbuat dari

logam yang secara kimia stabil, oksida logam, atau karbon dalam berbagai bentuk. Stabilisasi tersebut dapat diperoleh dengan menggunakan jenis surfaktan yang berbeda sehingga perlu dilakukan pemilihan surfaktan yang sesuai dengan jumlah yang tepat.

Stabilitas nanopartikel TiO_2 yang disintesis dengan surfaktan telah diteliti oleh Das dkk (2016) dengan menggunakan variasi dari empat surfaktan yang terdiri dari CTAB, AA, AO, dan SDS. Rasio massa nanopartikel terhadap surfaktan yaitu 1:10. Namun hanya CTAB dan AA yang diketahui dapat memberikan suspensi yang stabil. TiO_2 yang divariasikan dengan CTAB menghasilkan ukuran partikel sekitar 10–40 nm dengan diameter sebesar 207,7 nm, sedangkan untuk modifikasi dengan SDS menghasilkan ukuran sekitar 10-30 nm dan diameter sebesar 147,6 nm. CTAB dan AA mampu memberikan pengaruh terhadap tegangan permukaan nanofluid. Pada suhu 30°C dalam air, CTAB dapat mengurangi tegangan permukaan dari 71 mN/m menjadi 40,5 mN/m, sedangkan untuk AA hanya mampu menurunkan hingga 69,8 mN/m. indeks polidispersitas sebagai ukuran dari lebar distribusi ukuran partikel yang dihasilkan yaitu 0,232 oleh CTAB dan 0,271 oleh AA. Jika nilai indeks polidispersitas lebih dari 0,7 menunjukkan bahwa suspensi tidak stabil. Sehingga stabilitas TiO_2 modifikasi CTAB adalah lebih stabil daripada modifikasi dengan AA.

Stabilitas lebih tinggi dari pada TiO_2 modifikasi SDS yang menghasilkan ukuran partikel sebesar 10-40 nm. Das dkk (2018) juga melakukan penelitian lagi menggunakan variasi surfaktan yaitu CTAB, SDS, SDBS dan AA. Namun, SDBS dan AA tidak digunakan karena stabilitas tidak dapat dicapai. Sampel TiO_2 distabilkan oleh SDS menunjukkan bentuk partikel yang hampir bulat atau bintik

hitam bervariasi dalam kisaran 10-40 nm. Sedangkan untuk TiO₂ yang distabilkan oleh CTAB menunjukkan partikel dalam kisaran ukuran 20-40 nm. Analisis untuk ukuran partikel rata-rata yang diperoleh pada TiO₂ modifikasi SDS adalah 265 nm dengan zeta potensial sebesar -17,8 mV dan 226 nm oleh CTAB dengan zeta potensial sebesar -21,1 mV.

Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Hu dkk (2017) menunjukkan bahwa modifikasi TiO₂ dengan surfaktan nonionik PEG dengan variasi berat molekul yang berbeda yaitu sebesar 300, 2000, 6000, dan 20.000 (PEG-TiO₂) dilakukan untuk memperoleh hasil yang optimum. Ukuran kristalit pada TiO₂ murni memiliki ukuran kristalit terbesar yaitu 18,4 nm. Namun setelah dimodifikasi dengan PEG, ukuran kristalnya berkurang hingga mencapai minimum yaitu sebesar 8,5 nm pada PEG2000-TiO₂. Pada umumnya, penurunan kandungan fase rutil berkontribusi terhadap penurunan ukuran kristalit dan akan mengarah pada kemampuan fotokatalitik yang lebih tinggi. PEG2000-TiO₂ telah memberikan hasil yang paling optimal dalam sistem fotokatalik dengan sinergi yang diperoleh (0,6519) dari sonofotokatalis dan dapat memberikan efisiensi yang sangat tinggi dalam proses degradasi yaitu sekitar 97,2%.

Berdasarkan uraian tersebut, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO₂ terdoping vanadium (TiO₂-V) yang akan divariasikan dengan penambahan berbagai jenis surfaktan diantaranya adalah CTAB, SDS, dan PEG. Metode yang digunakan dalam sintesis TiO₂-V adalah metode sonikasi. Metode sonikasi merupakan metode yang sangat mudah digunakan karena menggunakan getaran *ultrasonic bath* pada frekuensi 20 kHz. Metode sonikasi ini hanya membutuhkan waktu reaksi yang lebih singkat untuk menghasilkan ukuran partikel yang lebih

kecil lagi. *Ultrasonic* pada metode ini memiliki banyak manfaat dalam proses sintesis bahan berukuran kecil seperti logam transisi area permukaan tinggi, karbida, oksida, dan koloid (Byranvand, dkk., 2013).

1.2 Rumusah masalah

1. Bagaimana karakteristik struktur fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium yang disintesis dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi?
2. Bagaimana karakteristik struktur fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium yang disintesis dengan variasi template surfaktan CTAB, SDS dan PEG menggunakan metode sonikasi?
3. Bagaimana karakteristik ukuran kristal fotokatalis TiO_2 yang terdoping vanadium dengan modifikasi menggunakan variasi sufaktan?
4. Bagaimana karakteristik gugus fungsi fotokatalis TiO_2 yang terdoping vanadium dengan modifikasi menggunakan variasi sufaktan?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui karakteristik struktur fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi.
2. Untuk mengetahui karakteristik struktur fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium yang disintesis dengan variasi template surfaktan CTAB, SDS dan PEG menggunakan metode sonikasi .

3. Untuk mengetahui karakteristik ukuran kristal fotokatalis TiO_2 yang terdoping vanadium dengan modifikasi menggunakan variasi surfaktan.
4. Untuk mengetahui karakteristik gugus fungsi fotokatalis TiO_2 yang terdoping vanadium dengan modifikasi menggunakan variasi surfaktan.

1.4 Batasan Masalah

1. Karakterisasi struktur dan ukuran kristal fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi template surfaktan menggunakan *X-ray Powder Diffraction* (XRD).
2. Karakterisasi gugus fungsi pada material TiO_2 -V dengan variasi template surfaktan menggunakan instrument Spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR).
3. Metode yang digunakan adalah metode sonikasi *low intensity* pada frekuensi 20 kHz.

1.5 Manfaat

Memberikan informasi baru mengenai pengaruh surfaktan terhadap karakteristik TiO_2 terdoping vanadium (III), struktur, dan gugus fungsi menggunakan metode sonikasi *low intensity*.

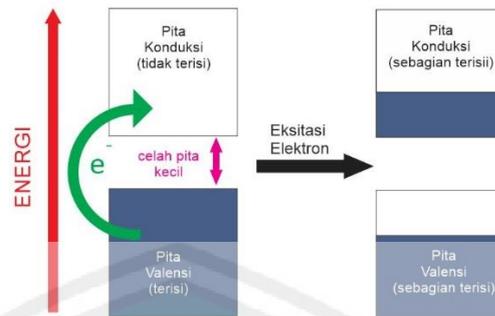
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

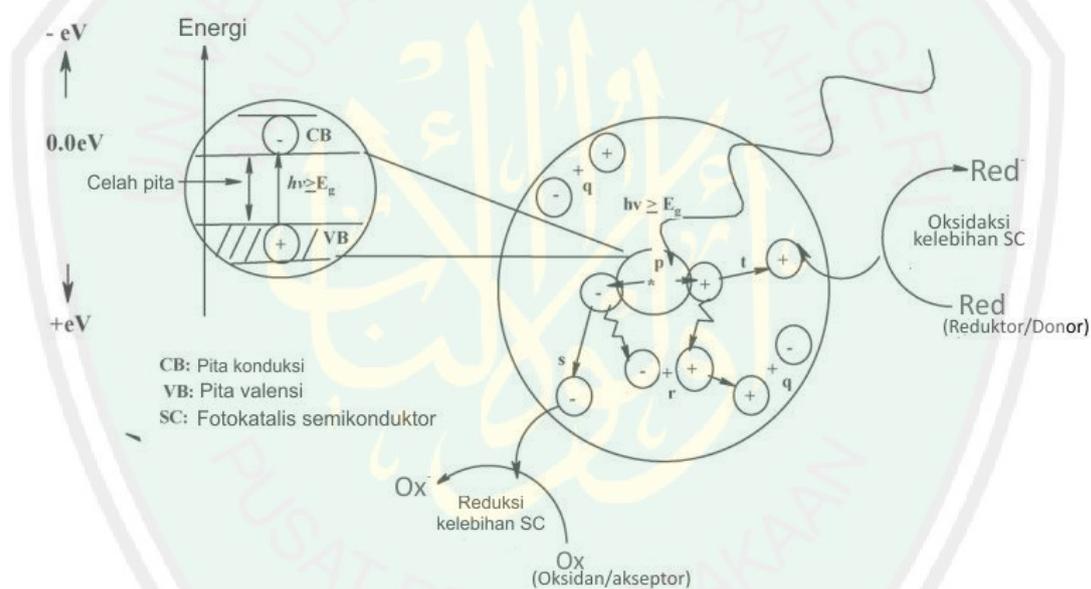
2.1 Degradasi polutan organik dengan TiO₂ sebagai material fotokatalis

Fotokatalisis berasal dari dua kata yaitu “foto” berarti cahaya dan “katalisis” sebagai substansi untuk mempercepat laju reaksi kimia. Fotokatalisis merupakan sebuah proses yang digunakan untuk mengubah laju reaksi kimia dengan mengurangi energi aktivasi di bawah paparan cahaya matahari maupun sinar UV untuk aktivasi katalisnya (Marlina, 2016). Fotokatalisis termasuk kedalam salah satu teknik penjernihan air limbah dengan menggunakan cahaya sebagai sumber energi dan katalis. Sebagai teknik penjernihan air, teknik fotokatalisis menggunakan material semikonduktor ini memiliki kelebihan diantaranya yaitu memiliki sifat oksidasi yang kuat, ikatan kimianya stabil terhadap cahaya, tidak membentuk senyawa baru termasuk yang beracun, tidak mudah larut dalam air, biayanya relatif murah, dan ramah lingkungan (Aliah, dkk., 2012).

Material semikonduktor memiliki struktur elektronik yang terdiri dari pita valensi dan pita konduksi. Pita valensi memiliki banyak elektron dan pita konduksi tidak memiliki elektron. Apabila energi foton ($h\nu$) lebih besar dari energi celah pita semikonduktor maka elektron pita valensi akan terdorong ke pita konduksi sehingga konduktivitas akan meningkat. Kenaikan elektron oleh cahaya diilustrasikan pada Gambar 2.1. Kenaikan elektron tersebut menghasilkan pasangan elektron dan hole yang akan bereaksi dengan polutan organik. Mekanisme proses penguraian polutan organik diilustrasikan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.1 Kenaikan elektron dari pita valensi ke pita konduksi oleh cahaya (Smart dan Moore, 2012)



Gambar 2.2 Skema proses fotokatalisis oleh foton pada semikonduktor (Gaya dan Abdullah, 2008)

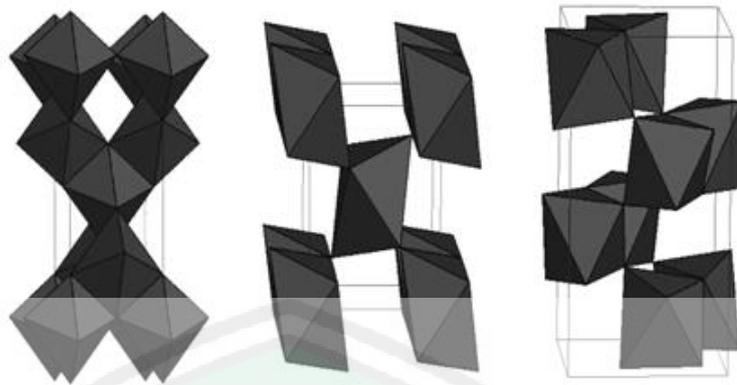
Gambar 2.2 melibatkan beberapa langkah utama dalam reaksi fotokatalisis (Zong dan Wang, 2014) antara lain:

1. Energi cahaya diserap oleh material fotokatalis, apabila energi cahaya yang diserap setara atau lebih besar dari energi celah pita maka elektron

akan menerimanya dan mengalami eksitasi dengan perpindahannya dari pita valensi yang menghasilkan lubang positif menuju pita konduksi.

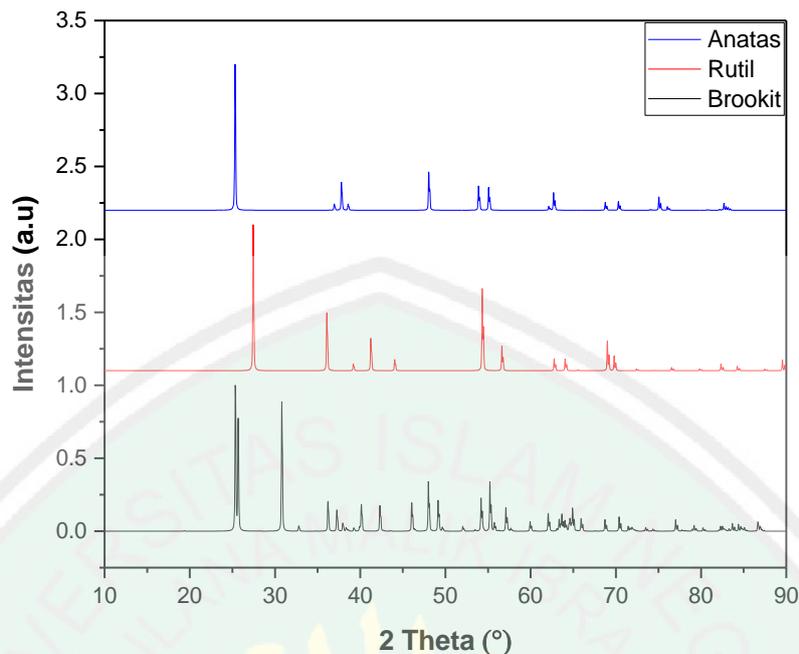
2. Elektron dan lubang dapat berekombinasi kembali pada permukaan material fotokatalis dalam waktu yang sangat singkat dengan melepaskan energi dalam bentuk panas. Elektron dan lubang juga bisa bermigrasi ke permukaan partikel semikonduktor sebagai elektron bebas.
3. Elektron bebas dapat mengalami reduksi dengan penerima elektron yang teradsorpsi oleh permukaan material. Sedangkan lubang dapat teroksidasi atau bereaksi dengan gugus hidroksil menghasilkan radikal hidroksil (oksidator kuat).

Titanium dioksida (TiO_2) merupakan salah satu semikonduktor yang banyak digunakan sebagai material fotokatalis. Titanium Dioksida (TiO_2) memiliki band gap (energi celah pita) yang lebar sebesar 3,2 eV. Selain itu, TiO_2 juga termasuk material yang memiliki karakteristik optik yang baik, inert, tidak berbahaya, dan harganya relatif murah. TiO_2 dapat mengabsorpsi spektrum cahaya yang lebar dalam penggunaan bahan *dye* (pewarna) karena memiliki band gap yang lebar. Semikonduktor yang mempunyai band gap lebar dapat meningkatkan jumlah elektron yang berpindah dari pita konduksi menuju pita valensi. Hal ini dapat mempengaruhi kelebaran pada spektrum karena reaksi fotokatalis dan proses absorpsi oleh pewarna semakin meningkat jumlahnya (Nafi dan Diah, 2013).



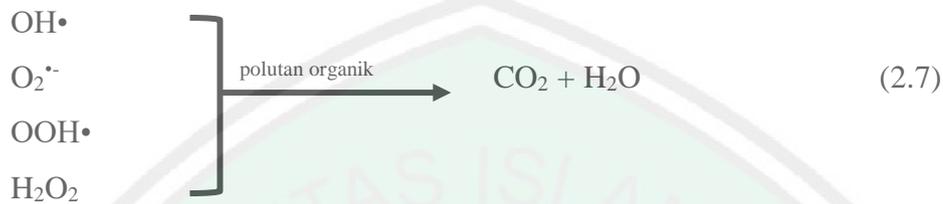
Gambar 2.3 Struktur kristal anatase, rutil, dan brookit (Pradhan, dkk., 2011)

Material semikonduktor TiO₂ termasuk ke dalam jenis polimorf yang memiliki tiga jenis bentuk yaitu anatase, rutil, dan brookit (Pradhan, dkk., 2011). Tiga jenis bentuk polimorf TiO₂ dapat diilustrasikan pada Gambar 2. 3. Jenis anatase dan rutil sama-sama memiliki struktur kristal TiO₂ dengan bentuk tetragonal sedangkan jenis brookit memiliki struktur kristal ortorombik. Anatase lebih cenderung dengan bentuk tetragonal (dipiramidal) dan untuk rutil yaitu tetragonal (prismatik) (Akpan dan Hameed, 2009). Fasa anatase dan brookit termasuk ke dalam fasa metastabil yang pada suhu pemanasan tinggi dapat berubah bentuk secara perlahan menjadi fasa rutil. Fasa rutil merupakan fasa yang paling stabil daripada anatase dan brookit. Namun, fasa anatase memiliki aktivitas fotokatalisis yang paling tinggi daripada fasa lainnya. Karakteristik struktur dari fasa anatase, rutil, dan brookit dapat diketahui dari data XRD untuk anatase, rutil, dan brookit diketahui dari ICSD 9852, 23697, dan 36409 yang diilustrasikan pada Gambar 2.4. Berdasarkan gambar tersebut anatase, rutil, dan brookit memiliki karakter puncak yang khas pada 2 Theta (θ) tertentu.



Gambar 2.4 Pola XRD dari data standart TiO_2 anatase, rutil, dan brookit (ICSD)

Mekanisme reaksi penguraian polutan organik oleh semikonduktor TiO_2 seperti dirincikan pada Persamaan 2.1 sampai 2.7 (Mishra, dkk., 2018). Ketika TiO_2 dikenai cahaya dan menyerap foton, elektron (e^-) pada pita valensi (VB) akan tereksitasi ke pita konduksi (CB) menghasilkan *hole* (h^+) pada pita valensi (VB). Elektron dalam pita konduksi (CB) TiO_2 berinteraksi dengan oksigen menghasilkan oksigen radikal ($\text{O}_2^{\cdot-}$). Selanjutnya oksigen radikal ($\text{O}_2^{\cdot-}$) bereaksi dengan proton menghasilkan $\text{OOH}^{\cdot-}$. Sedangkan *hole* (h^+) berinteraksi dengan air (H_2O) atau hidroksil (OH^-) membentuk radikal hidroksil (OH^{\cdot}). Senyawa radikal yang dihasilkan bersifat reaktif akan menyerang polutan organik dan mendegradasinya menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan yaitu karbon dioksida (CO_2) dan air (H_2O).



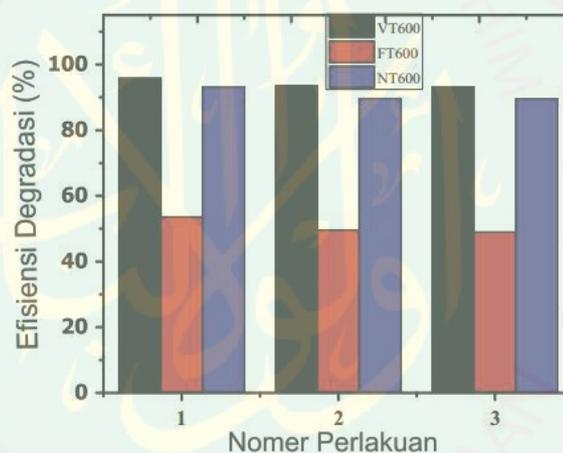
2.2 TiO₂ terdoping logam Vanadium

Salah satu kelemahan material semikonduktor TiO₂ yaitu memiliki energi celah pita yang tinggi sebesar 3,2 eV yang mengakibatkan respon pada cahaya tampak menjadi kurang baik. Oleh karena itu, untuk meningkatkan aktivitasnya di bawah cahaya tampak perlu dilakukan modifikasi terhadap material semikonduktor TiO₂ dengan cara pendopingan menggunakan ion logam.

Pendopingan merupakan penambahan dopan ke dalam material semikonduktor untuk meningkatkan aktivitas di bawah cahaya tampak (400-800 nm). Pendopingan menggunakan ion logam mampu menghasilkan energi celah pita yang lebih rendah dari asalnya dan juga dapat mengurangi efek rekombinasi elektron dan hole dengan membawanya ke permukaan partikel TiO₂ selama transportasi untuk meningkatkan efisiensi fotokatalis (Aini dan Rachmawati, 2018).

Peningkatan kinerja fotokatalis telah dilakukan oleh Shao dkk (2016) dengan membandingkan morfologi, struktur kristal, sifat optik dan kinerja fotokatalis dengan penambahan variasi dopan yaitu Fe, V dan Ni ke dalam TiO₂

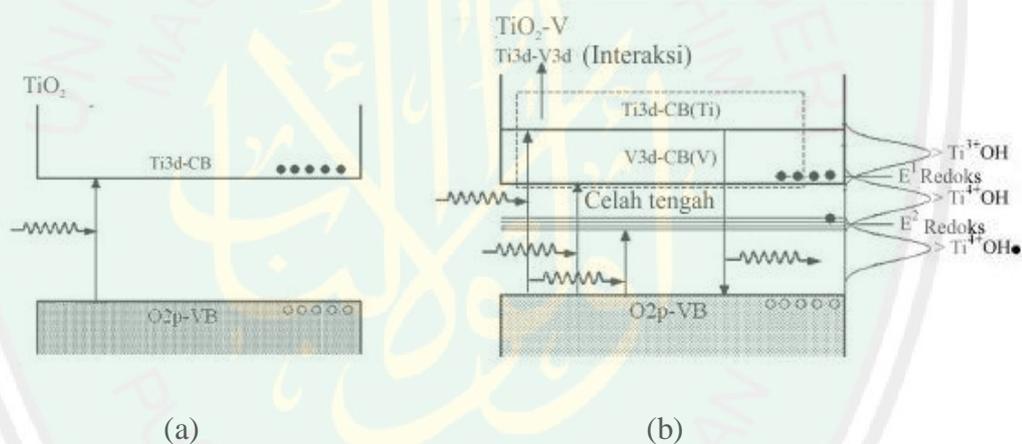
dengan suhu kalsinasi sebesar 600 °C. Energi band gap yang dihasilkan secara berurutan pada TT600, VT600, FT600, dan NT600 adalah 3,16 eV, 2,08 eV, 2,72 eV, dan 2,72 eV. Hal tersebut menunjukkan bahwa dengan doping vanadium mampu memberikan energi band gap yang rendah sehingga menghasilkan pergeseran ke arah panjang gelombang *visible* dan meningkatkan aktivitas fotokatalis untuk degradasi polutan organik. Gambar 2.5 menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) dari setiap nomer perlakuan dapat menghasilkan presentase degradasi yang paling tinggi daripada besi (Fe) dan nikel (Ni). Sehingga dapat diketahui bahwa vanadium (V) mampu meningkatkan kinerja fotokatalis dalam proses penguraian polutan organik.



Gambar 2.5 Investigasi penggunaan kembali dari VT600, FT600 dan NT600 fotokatalis sebagai sampel yang representatif (Shao, dkk., 2016)

Vanadium merupakan logam transisi dengan banyak valensi (multivalensi) yaitu V^{2+} , V^{3+} , V^{4+} , dan V^{5+} (Yang, dkk., 2018). Vanadium ditemukan di alam yang memiliki dua isotop stabil yaitu ^{50}V (0,24%) dan ^{51}V (99,76%). Ion V^{5+} dapat tereduksi menjadi V^{4+} dan V^{3+} oleh adanya agen reduktor seperti senyawa organik atau H_2S (Hidrogen Sulfida). Sedangkan pada V^{3+} tidak dapat larut dan

cenderung mengendap dalam air sebagai oksida padat atau hidroksida (Wu, dkk., 2015). Pada kisi kristal TiO_2 , dopan V^{3+} (logam dopan) dapat mensubstitusi Ti^{4+} (logam utama) dalam TiO_2 karena memiliki jari-jari ion yang hampir mirip dan perbandingannya tidak lebih dari 15% yaitu $0,74 \text{ \AA}$ (Ti^{4+}) dan $0,78 \text{ \AA}$ (V^{3+}) dengan bilangan koordinasi yang sama yaitu 6. Pada struktur TiO_2 , ion Ti^{4+} dikelilingi oleh 6 ion O^{2-} dan ion O^{2-} dikelilingi oleh 3 ion Ti^{4+} (Effendy, 2016). Sehingga dimungkinkan akan mengalami substitusi. Namun, jika jari-jari logam dopan lebih kecil dari logam utama dapat dimungkinkan tidak akan mengalami substitusi melainkan intersisi. Perubahan energi celah pita akibat dopan vanadium diilustrasikan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Struktur pita energi (a) TiO_2 tanpa doping dan (b) $\text{TiO}_2\text{-V}$ (Liu, dkk., 2009)

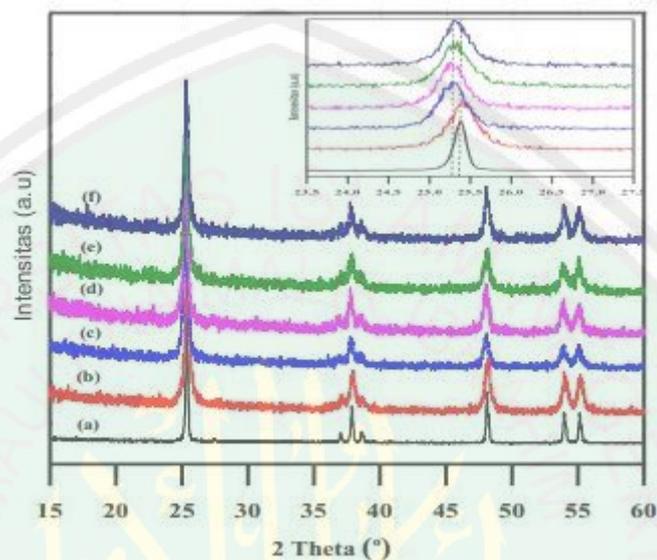
Pada Gambar 2.6 menunjukkan perpindahan elektron dari pita valensi menuju pita konduksi pada TiO_2 tanpa doping membutuhkan energi yang lebih besar dengan celah pita yang lebar sedangkan pada $\text{TiO}_2\text{-V}$ membutuhkan energi yang lebih kecil. Hal ini disebabkan karena adanya dopan yang dapat menurunkan energi celah pita dengan terbentuknya pita baru di bawah pita konduksi sehingga celah pita menjadi lebih sempit. Elektron pada pita konduksi secara bebas berjalan

dari satu situs ke situs lain, sehingga dapat berpindah ke permukaan untuk membentuk keadaan permukaan aktif dan menghasilkan efek fotokatalisis (Liu, dkk., 2009).

Pada penelitian Mustofa dkk (2015) telah dilakukan penambahan variasi presentase dopan vanadium ke dalam TiO_2 sebesar 0,3%, 0,5%, dan 0,7% dengan menggunakan metode solid state. Hasil menjelaskan bahwa aktifitas fotokatalis dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ lebih tinggi daripada TiO_2 tanpa doping, menunjukkan adanya perubahan ukuran kristal. Ukuran kristal yang dihasilkan pada masing-masing TiO_2 tanpa doping, V-TiO_2 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah 53,21 nm, 47,67 nm, 79,65 nm dan 68,99 nm. Hal ini menunjukkan bahwa dengan penambahan 0,3% vanadium kedalam TiO_2 dapat memberikan ukuran kristal yang paling kecil. Penambahan dopan vanadium 0,3% dapat menurunkan energi band gap TiO_2 dari 3,309 eV menjadi 3,29 eV. Sedangkan penambahan dopan vanadium 0,5% dan 0,7% dapat menurunkan energi band gap dari 3,270 eV menjadi 3,259 eV. Peningkatan aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ di bawah iradiasi cahaya tampak dalam degradasi berkaitan dengan pengurangan ukuran partikel dan lebih besarnya luas permukaan nanopartikel yang dimodifikasi (Karapati, dkk., 2015).

Sedangkan pada penelitian yang menggunakan metode sonikasi sebelumnya juga telah dilakukan oleh Aini dkk (2018) penambahan variasi presentase dopan vanadium (V^{3+}) ke dalam TiO_2 sebanyak 0,3%, 0,5%, 0,7%, dan 0,9 %. Ukuran kristal yang dihasilkan secara berurutan masing-masing pada TiO_2 tanpa doping, V-TiO_2 0,3%, 0,5%, 0,7%, dan 0,9% adalah 34,28 nm, 34,18 nm, 26,42 nm, 26,43 nm, dan 79,40 nm. Pada penambahan 0,3% dopan vanadium (V^{3+}) dapat menurunkan energi band gap menjadi 3,05 eV. Penambahan 0,5%,

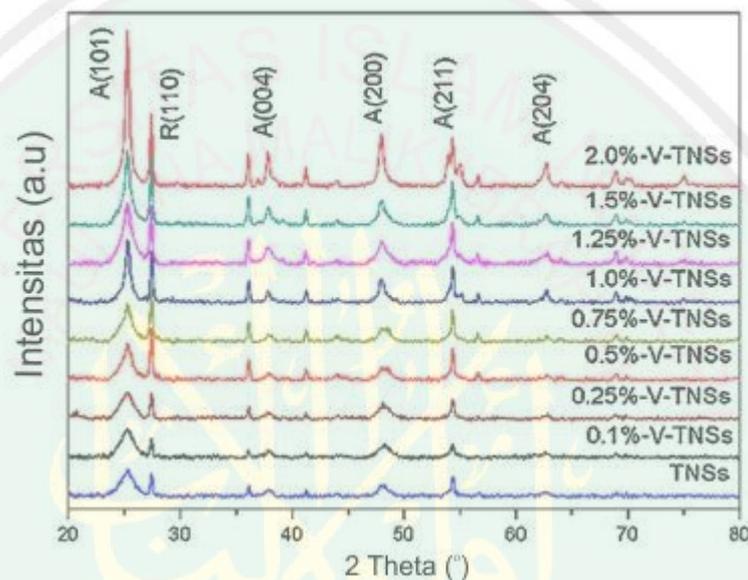
0,7%, dan 0,9% menghasilkan energi band gap sebesar 2,93 eV, 3,03 eV, dan 2,40 eV. Penggunaan metode sonikasi dapat memberikan ukuran kristal dan juga menurunkan energi band gap lebih kecil dari metode solid state pada penelitian yang telah dilakukan oleh Mustofa dkk (2015).



Gambar 2. 7 Hasil XRD dari (a) TiO_2 , (b) TiO_2 tanpa dopan, (c) 0,3% V, (d) 0,5% V, (e) 0,7% V, dan (f) 0,9% V menggunakan metode sonokimia (Aini, dkk., 2018)

Selain berpengaruh terhadap celah pita, dopan juga dapat berpengaruh terhadap karakteristik struktur. Difraktogram yang dihasilkan pada Gambar 2. 7 merupakan hasil penelitian dari Aini dkk (2018) menunjukkan bahwa dalam kisi TiO_2 menggunakan metode sonikasi tidak mempengaruhi fasa sehingga menghasilkan fase murni anatase, tidak menginduksi fase transformasi dari anatase menjadi rutil ataupun brookit. Pola XRD pada intensitas puncak tertinggi menunjukkan bahwa TiO_2 yang didoping V^{3+} mampu memberikan pergeseran nilai 2θ menjadi yang lebih rendah dari pada TiO_2 tanpa doping. Sintesis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi konsentrasi sebesar 0,3%, 0,5%, dan 1,0%

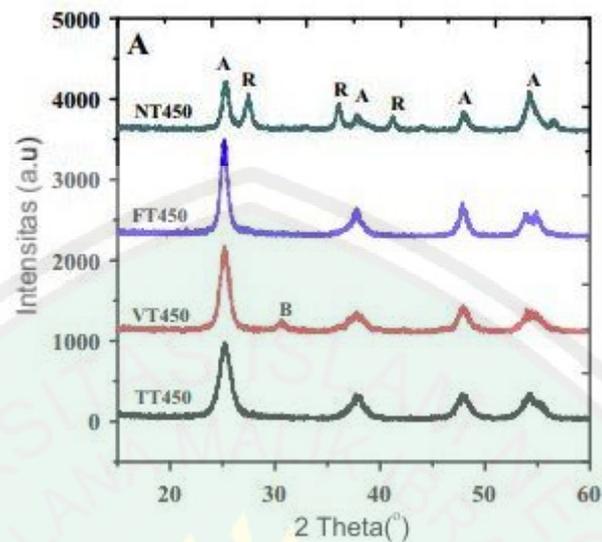
telah dilakukan oleh Liu dkk (2011) menunjukkan bahwa penambahan vanadium ke dalam TiO_2 sebanyak 0,3% mampu menghasilkan ukuran kristal sebesar 7,7 nm. Sedangkan untuk penambahan vanadium sebanyak 0,5% dan 1,0% memberikan ukuran kristal sebesar 8,3 nm dan 10,9 nm. Perubahan ukuran partikel yang semakin kecil adalah keuntungan tersendiri bagi fotokatalis untuk meningkatkan aktivitasnya.



Gambar 2.8 Hasil XRD dari TiO_2 tanpa doping, TiO_2 doping 0,1%; 0,25%; 0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%; 1,5%; dan 2,0% menggunakan metode hidrotermal (Lu, dkk., 2015)

Penelitian yang telah dilakukan oleh Lu dkk (2015) pada Gambar 2. 8 mengilustrasikan hasil pola XRD dari TiO_2 yang terdoping oleh variasi konsentrasi vanadium menggunakan metode hidrotermal menunjukkan dengan meningkatnya jumlah vanadium, intensitas puncak A (100), R(200), A (200), dan A (105) juga semakin tinggi. Maka dapat diketahui bahwa penambahan dopan vanadium menggunakan metode hidrotermal dapat menginduksi pertumbuhan

rutil. Keberadaan fasa rutil tersebut dapat ditandai pada semua sampel pada posisi 2θ yaitu 28° .



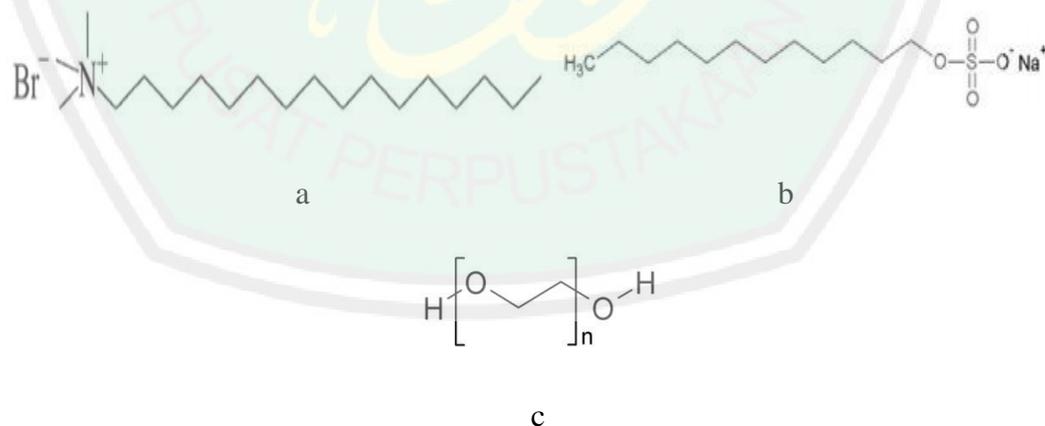
Gambar 2.9 Hasil XRD dari TT, VT, FT dan NT dikalsinasi pada suhu 450°C (Shao, dkk., 2016)

Penelitian Shao dkk (2016) pada kisi TiO_2 yang didoping dengan vanadium dengan suhu kalsinasi 450°C menggunakan metode sol-gel dapat menginduksi pertumbuhan fasa brookit. Pola XRD pada Gambar 2.9 menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium pada kisi TiO_2 dapat menginduk pertumbuhan fasa brookit. Keberadaan fasa brookit tersebut dapat ditandai pada sampel VT450 dengan puncak 31° dan ukuran kristal yang dihasilkan oleh sampel VT450 fasa brookit adalah sebesar 16,8 nm.

2.3 Pengaruh penambahan surfaktan pada proses sintesis TiO_2

TiO_2 sebagai material fotokatalis juga dinilai kurang efektif akibat luas permukaan yang kecil dan ukuran partikel yang tidak seragam. Oleh karena itu perlu adanya perlakuan modifikasi menggunakan agen pengontrol struktur pada

material tersebut. Salah satu cara yang dapat digunakan sebagai agen pengontrol struktur dalam sintesis TiO_2 yaitu dengan penambahan *template* pencetak pori. Surfaktan termasuk salah satu *template* yang biasanya digunakan dalam modifikasi permukaan. Surfaktan merupakan zat aktif permukaan yang bersifat menurunkan tegangan permukaan (*Surface active agent*) dan memiliki struktur bipolar. Struktur bipolar tersebut merupakan molekul yang mengandung gugus hidrofilik dan hidrofobik pada molekul yang sama sehingga cenderung berada pada antarmuka terhadap dua fase yang berbeda tingkat polaritasnya. Terdapat dua bagian dari surfaktan yaitu bagian kepala (polar) terdapat gugus hidrofilik (suka air) dan bagian ekor (non polar) terdapat gugus hidrofobik (suka minyak atau lemak). Pada bagian bersifat polar, kepala molekul surfaktan yang mengandung gugus hidroksil dapat bermuatan positif, negatif, atau netral. Secara umum bagian non polar, ekor surfaktan merupakan rantai alkil yang panjang (Kurniawan, dkk., 2013). Struktur bipolar dari berbagai jenis surfaktan berdasarkan muatannya diilustrasikan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Struktur bipolar surfaktan a) CTAB (Ma, dkk., 2017), b) SDS (Hak, dkk., 2018), dan c) PEG (Zhu, dkk., 2011)

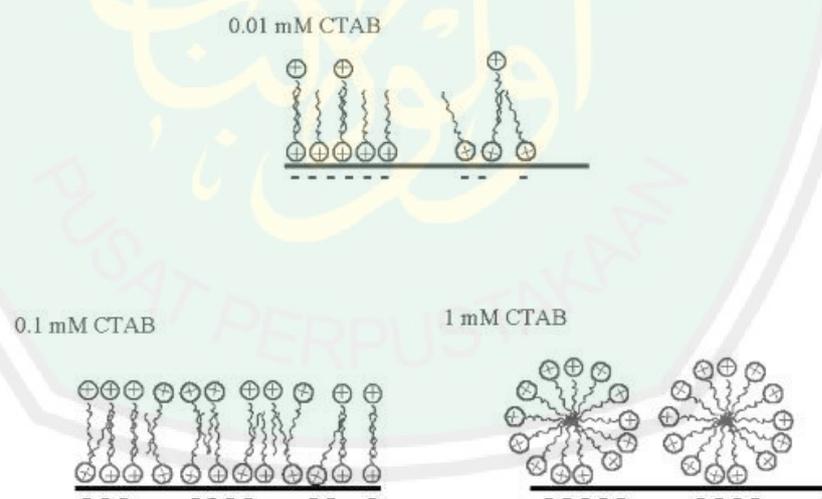
Terdapat tiga jenis surfaktan yang dibedakan berdasarkan muatannya yaitu surfaktan kationik, anionik, dan non-ionik. CTAB (*cetyl trimethylammonium*

bromide) merupakan salah satu jenis surfaktan kationik dengan gugus polar bermuatan positif. CTAB memiliki peran penting dalam proses kristalisasi dan morfologi nanokristal, dalam suatu larutan akan terionisasi menjadi CTA^+ dan Br^- . Surfaktan anionik pada umumnya yang digunakan adalah SDS (*sodium dodecyl sulfate*). Semikonduktor TiO_2 lebih efisien pada waktu degradasi, disebabkan karena adanya penggunaan surfaktan pada SDS (Khalfaui, dkk., 2013). Surfaktan PEG (*poli etilen glikol*) merupakan surfaktan netral berupa polimer non-ionik yang biasanya digunakan sebagai agen penstabil dan memperoleh keefektifan disperse dari faktor steriknya (Pandou dan Siffert, 1987).

Penggunaan surfaktan yang berbeda muatan dapat mempengaruhi nilai zeta potensial dari suspensi nanopartikel. Zeta potensial suspensi nanopartikel dapat menunjukkan potensi muatan elektrostatik yang dibawa oleh permukaan material dalam cairan untuk mengetahui ketahanan sampel terhadap agregasi (Liang, dkk., 2014). Semakin tinggi nilai zeta potensial maka akan semakin mencegah terjadinya flokuasi yaitu peristiwa penggabungan koloid dari yang ukuran kecil menjadi ukuran besar. Zeta potensial partikel logam yang rendah dari luas permukaan yang tinggi (mikro atau nano) dapat menyebabkan aglomerasi (pembentukan agregat) partikel akibat gaya Van der Waals (Pandey, dkk., 2019). Oleh karena itu, jenis surfaktan dapat memberikan pengaruh yang besar pada distribusi ukuran partikel.

Critical Micelle Concentration (CMC) merupakan konsentrasi dimana surfaktan dalam jumlah tertentu dan akan menghasilkan misel berupa hasil dari penggabungan molekul-molekul surfaktan yang terdispersi dalam koloid cair. Misel akan ditentukan dengan tensiometer melalui pengukuran tegangan

permukaan dari serangkaian konsentrasi (Jiao, dkk., 2007). Setiap surfaktan dapat memberikan nilai batas titik CMC yang berbeda dan ukuran misel yang berpengaruh terhadap disperse dan agregasi suatu partikel. Struktur misel dapat mulai terbentuk ketika konsentrasi surfaktan mencapai batas titik *Critical Micelle Concentration* (CMC). Semakin bertambahnya konsentrasi surfaktan di atas titik batas CMC maka pertumbuhan misel akan semakin meningkat sehingga membentuk agregat misel yang lebih besar. Jika konsentrasi surfaktan belum mencapai titik batas CMC, misel surfaktan tidak dapat terbentuk karena tidak bekerja secara optimum. Nilai CMC SDS adalah sebesar 8,4 mM, 0,92 mM untuk CTAB (Cui, dkk., 2008) dan 9,4 mM untuk PEG (Ito, dkk., 2007). Perubahan dalam bentuk struktur surfaktan dapat menyebabkan perubahan ukuran *Critical Micelle Concentration* (CMC) dan agregasi (Jiao, dkk., 2018). Pembentukan misel pada CTAB diilustrasikan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Struktur hemimicellar, admicellar, dan micellar yang terbentuk pada TiO_2 pada konsentrasi CTAB tertentu (Li dan Trip, 2004)

Penelitian yang telah dilakukan oleh Li dan Trip (2004) menunjukkan pembentukan berbagai struktur agregat di permukaan yang timbul karena adanya perbedaan konsentrasi CTAB sebesar 0,01 mM, 0,1 mM, dan 1 mM sehingga

berada pada daerah yang berbeda dari isotherm adsorpsi dan diilustrasikan pada Gambar 2.11. Tiga struktur yang terbentuk tersebut dalam urutan peningkatan konsentrasi CTAB menghasilkan struktur hemimicelle, admicelle, dan misel. Pada konsentrasi tertinggi 1 mM misel bulatan sudah mulai terbentuk di permukaan. Apabila konsentrasi diatas CMC lebih besar dimungkinkan misel akan menghasilkan bentuk seperti cakram atau lempengan tipis sehingga tidak terbentuk misel bulat.

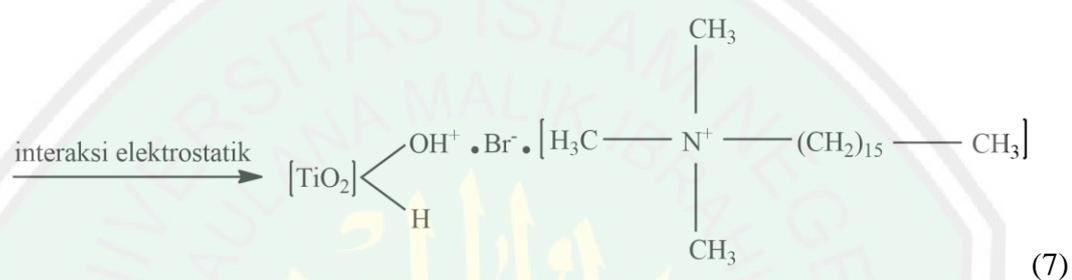
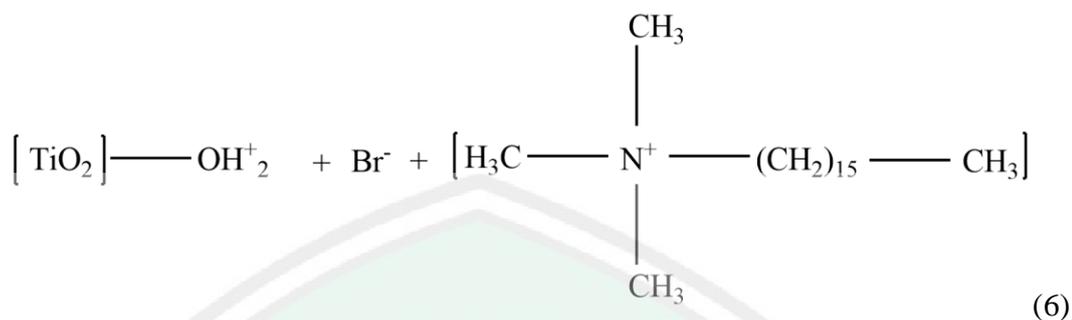
Penelitian sebelumnya telah dilakukan oleh Fahyuan dkk (2013) melakukan sintesis TiO_2 dengan penambahan CTAB pada variasi konsentrasi sebesar 0,5 mM, 1 mM, 1,5 mM, dan 2 mM menunjukkan adanya perbedaan ukuran kristal berdasarkan konsentrasi surfaktan. Penambahan konsentrasi surfaktan di bawah titik CMC sebesar 0,5 mM menghasilkan ukuran kristal yang paling tinggi yaitu 36,60 nm. Hal ini disebabkan karena misel tidak dapat terbentuk sebelum tercapainya konsentrasi surfaktan pada titik CMC. Sedangkan untuk penambahan surfaktan dengan konsentrasi yang dapat menghasilkan ukuran kristal paling kecil sebesar 29,15 nm adalah 1 mM karena mendekati nilai CMC. Morfologi permukaan TiO_2 diketahui bahwa tanpa penambahan CTAB membentuk agregat yang lebih besar dibandingkan agregat yang terbentuk pada penambahan CTAB. Namun, untuk penambahan surfaktan dengan konsentrasi di atas CMC yang lebih besar yaitu 1,5 dan 2 mM dapat menghasilkan ukuran kristal yang lebih besar yaitu 30,11 dan 31,65 nm. Pembentukan agregat pada morfologi permukaan TiO_2 pada penambahan 1 mM berbentuk cakram dan terlihat membentuk lempengan tipis pada 2 mM. hal ini disebabkan karena adanya

kelebihan misel yang dihasilkan membentuk agregat (menggumpal) sehingga menyebabkan pengurangan volume pori (Fernandez, dkk., 2019).

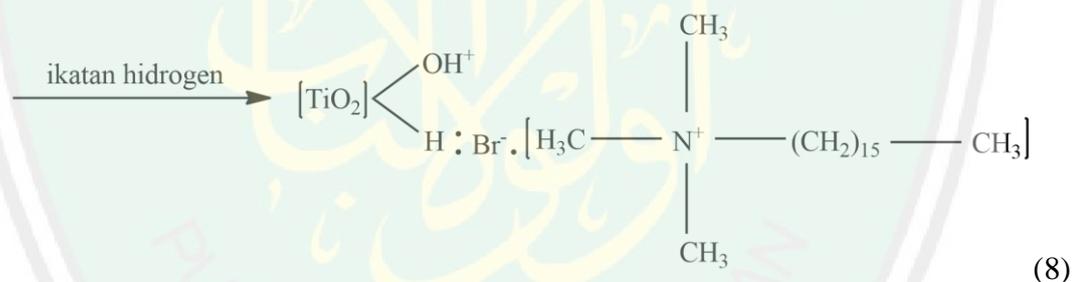
Fasa dan ukuran pada nanopartikel TiO_2 dikendalikan oleh pembentukan misel surfaktan dalam mikroemulsi. Bulatan nanopartikel terbentuk karena molekul surfaktan yang ditambahkan ke dalam partikel TiO_2 membentuk misel bulatan selama reaksi berlangsung. Variasi penambahan surfaktan dapat menghasilkan ukuran partikel menjadi nanopartikel pada kisaran 1-100 nm dan berseragam. Saat penambahan CTAB dan SDS kedalam TiO_2 diperoleh ukuran partikel keduanya kisaran 10-40 nm (Das, dkk., 2018), dan penambahan PEG diperoleh ukuran partikel kisaran 8,5 nm (Bu, dkk., 2005). Pada saat penambahan surfaktan, nanopartikel yang lebih kecil dan ukurannya seragam dapat dihasilkan dengan kontrol ruang atau jarak misel dan bentuknya.

Mekanisme pembentukan nanopartikel TiO_2 modifikasi dengan CTAB telah diilustrasikan pada Gambar 2.12. Proses interaksi CTAB dengan titanium menyebabkan imobilisasi molekul surfaktan untuk mencegah transfer antarmuka cair-cair atau udara-cair. Interaksi ini dapat menjelaskan interaksi kompleks titanium secara umum yang terbentuk selama sintesis dengan penambahan molekul surfaktan. Hal ini disebabkan karena selain proses kompleksasi, efek sterik dari suatu surfaktan akan diperoleh saat prekursor berinteraksi dengan molekul surfaktan (Fernandez, dkk., 2019). Penelitian yang telah dilakukan oleh Zhong dkk (2013) menunjukkan bahwa penambahan CTAB ke dalam nanopartikel TiO_2 dapat meningkatkan ukuran pori rata-rata dari 72,7 Å menjadi 88,1 Å. Peningkatan ukuran pori dapat mempengaruhi distribusi pori untuk

meningkatkan aktivitas fotokatalisis. Selain itu, ukuran kristal rata-rata yang diperoleh untuk TiO₂ dan CTAB-TiO₂ meningkat dari 11 nm menjadi 15 nm.



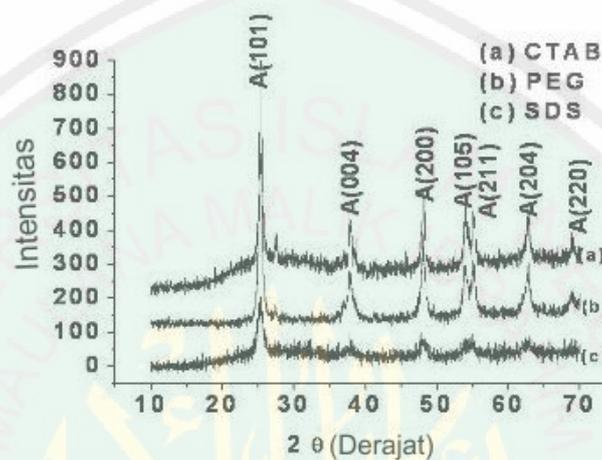
atau



Gambar 2.12 Mekanisme modifikasi TiO₂ oleh surfaktan CTAB dalam kondisi asam (PH < 4) (Qu, dkk., 2010).

Penelitian yang telah dilakukan oleh Vijayalakshmi dan Rajendran (2010) melaporkan bahwa sintesis nanopartikel TiO₂ dengan penambahan surfaktan dapat memberikan pengaruh terhadap ukuran partikel dan morfologi. Pada Gambar 2.13 menunjukkan bahwa terdapat berbagai puncak intens yang berbeda-beda. Adapun puncak indeks dari pola XRD tersebut terdiri dari (101), (004), (200), (105), (211), (204), dan (220). Intensitas puncak tertinggi diperoleh pada penambahan surfaktan

CTAB, sedangkan untuk penambahan surfaktan PEG dan SDS intensitas puncaknya lebih rendah karena ukuran partikelnya lebih besar seperti yang telah disajikan pada data dalam Tabel 2 . Namun selisih ukuran partikel dari ketiga jenis surfaktan tersebut tidak jauh berbeda dan masih masuk kedalam ukuran nanopartikel.



Gambar 2.13 Pola XRD sampel a. CTAB TiO₂ b. PEG TiO₂ c. SDS TiO₂ (Vijayalakshmi dan Rajendran, 2010)

Tabel 2.1 Ukuran partikel dan morfologi pada perbedaan surfaktan (Vijayalakshmi dan Rajendran, 2010)

Surfaktan	Ukuran Partikel (nm)	Morfologi
CTAB	8-10	Bulat
PEG	11	Bulat
SDS	12-18	Bulat

2.4 Sintesis TiO₂ dengan metode sonikasi

Reaksi kimia yang melibatkan interaksi antara energi dengan materi membutuhkan beberapa pembentukan energi seperti panas, cahaya, radiasi, dan

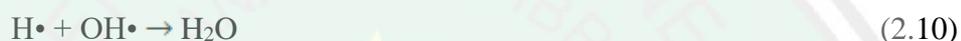
potensial elektrik untuk berproses. Keberhasilan reaksi kimia dalam sintesis material nanostruktur ditentukan oleh parameter variasi dalam suatu reaksi. Parameter tersebut ditentukan oleh sumber energi yang akan digunakan dalam reaksi. Berdasarkan pada sumber energi, penyinaran ultrasonik mampu memberikan kondisi reaksi yang lebih baik dengan waktu durasi yang pendek pada tekanan dan suhu tinggi dalam cairan, biasa disebut dengan metode sonikasi.

Metode sonikasi merupakan metode yang memanfaatkan iradiasi ultrasonik dengan kisaran frekuensi 20 kHz hingga 500 MHz dan diterapkan dalam pemecahan partikel untuk menghasilkan ukuran nanopartikel dalam waktu yang lebih singkat menggunakan gelombang ultrasonik. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan stabilitas nanofluida (Leena dan Srinivasan, 2015).

Kavitasi akustik merupakan pembentukan, pertumbuhan, dan ledakan gelembung pada cairan yang didorong oleh fenomena fisik ultrasound intensitas tinggi. Tidak ada interaksi tingkat molekul secara langsung antara USG dan spesies kimia. Pada saat cairan diiradiasi dengan ultrasound, kavitasi (pembentukan, pertumbuhan, dan kolapsnya gelembung) didorong oleh ultrasonik intensitas tinggi dari efek USG. Efek kimia dan fisik USG tidak timbul dari interaksi langsung antara spesies bahan kimia dan gelombang suara, melainkan dari fenomena fisik kavitasi akustik (Teh, dkk., 2017). Kolaps gelembung selama kavitasi menghasilkan pemanasan lokal yang intens sekitar 5000 K dan tekanan tinggi (1000 bar) dengan durasi yang sangat singkat (Bang dan Suslick, 2010).

Kavitasi terjadi pada rentang frekuensi yang sangat luas dari Hz hingga puluhan MHz. Viskositas cairan intrinsik mencegah terjadinya kavitasi di atas rentang frekuensi. Secara umum, pengaruh fisik dari USG (emulsifikasi dan

kerusakan permukaan) lebih cenderung pada frekuensi rendah, sedangkan pemanasan gelembung kavitasi terjadi pada rentang frekuensi penuh. Iradiasi ultrasonik air dan pelarut organik menghasilkan radikal yang dapat bertindak sebagai agen perduksi. Produk primer sonolisis dalam air adalah radikal bebas yang sangat tidak stabil $H\cdot$ dan $OH\cdot$. Radikal tersebut akan bergabung kembali pada bentuk aslinya atau menghasilkan H_2 dan H_2O_2 sesuai dengan persamaan 2.8 sampai 2.12 (Grabowska, dkk., 2018):



Tingkat produksi radikal tergantung pada jumlah uap yang terperangkap dalam gelembung pada saat ledakan pertama dan puncak suhu yang dicapai selama tabrakan. Radikal bebas yang dihasilkan, selanjutnya dapat bereaksi satu sama lain membentuk molekul dan radikal baru atau berdifusi ke dalam cairan yang berfungsi sebagai oksidan (Teh, dkk., 2017).

Intensitas vibrasi yang memiliki frekuensi ultrasonik pada dasarnya mempunyai dua peranan penting yang berbeda dalam karakteristik morfologi dan dimensi nanopartikel yaitu dispersi nanopartikel dan produksi nanopartikel tersebut dapat merusak ikatan kimia (Leena dan Srinivasan, 2015). Meningkatnya intensitas tersebut dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya kavitasi dalam larutan yang menghasilkan gelombang gas dan penurunan ukuran partikel dalam

meningkatkan stabilitas nanofluida (Roshan, dkk., 2011). Nanofluida merupakan cairan yang berisi partikel berukuran nanometer disebut dengan nanopartikel.

2.5 Pencemaran Lingkungan dan Penanganannya dalam Perspektif Islam

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah yang memiliki pengaruh besar dalam kehidupan di muka bumi ini. Dimana, bumi pada saat ini sedang dihadapi pada satu masalah serius yang menentukan kelangsungan hidup manusia dan alam semesta yaitu kerusakan lingkungan. Kerusakan lingkungan memiliki dampak yang kompleks bagi kehidupan dan menyebabkan siklus permasalahan yang cukup rumit. Adapun salah satu efek yang ditimbulkan akibat kerusakan lingkungan adalah pencemaran air. Pencemaran air disebabkan oleh zat-zat berbahaya yang berasal dari air limbah yang dibuang secara langsung ke lingkungan tanpa adanya pengolahan lebih lanjut. Oleh karena itu, perlu adanya kajian ayat-ayat al-Qur'an yang berkaitan dengan pencemaran lingkungan dan cara penanganannya. Allah SWT berfirman dalam al-Qur'an surat al-Baqarah ayat 205 yang berbunyi:

وَإِذَا تَوَلَّى سَعَى فِي الْأَرْضِ لِيُفْسِدَ فِيهَا وَيُهْلِكَ الْحَرْثَ وَالنَّسْلَ وَاللَّهُ لَا يُحِبُّ الْفُسَادَ ۚ ٢٠٥

Artinya:

“Dan apabila ia berpaling (dari kamu), ia berjalan di bumi untuk mengadakan kerusakan padanya, dan merusak tanam-tanaman dan binatang ternak, dan Allah tidak menyukai kebinasaan”

Menurut tafsir Misbah, apabila mereka memegang suatu kekuasaan, mereka tidak melakukan perbaikan. Bahkan menggunakannya untuk merusak dan menghancurkan tanaman dan binatang ternak. Sungguh Allah tidak menyukai orang-orang seperti ini, karena Allah tidak menyukai kerusakan.

Allah SWT berfirman dalam al-Qur'an surat an-Nazi'at ayat 30-31 yang berbunyi:

وَالْأَرْضَ بَعْدَ ذَلِكَ دَحَلَهَا ۚ ۳۰ أَخْرَجَ مِنْهَا مَاءَهَا وَمَرْعَاهَا ۚ ۳۱

Artinya:

“Dan bumi sesudah itu dihamparkan-Nya. Ia memancarkan daripadanya mata airnya, dan (menumbuhkan) tumbuh-tumbuhannya”

Ayat diatas menjelaskan bahwa air memiliki peran yang sangat penting untuk berlangsungnya kehidupan di muka bumi ini. Air memainkan peranan dalam berlangsungkan kehidupan manusi, hewan, dan tanaman. Oleh karna itu, untuk menghindari terjadinya pencemaran air perlu dilakukannya pengolahan limbah-limbah industri, zat-zat kimia beracun, dan berbahaya. Hal ini sangat diperlukan sebagai bentuk upaya dalam melestarian air. Metode pengolahan limbah yang sedang dikembangkan pada saat ini yaitu metode fotokatalisis menggunakan material semikonduktor TiO_2 yang memanfaatkan bantuan cahaya matahari sebagai sumber energi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April 2019 – Maret 2020 di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Pengambilan data XRD di Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Surabaya (ITS) dan di laboratorium Mineral dan Material Maju Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang (UM). Pengambilan data FTIR di Laboratorium Jurusan Kimia (Ruang Uv-Vis dan FTIR) Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim (UIN) Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu meliputi neraca analitik, tanur, beaker glass 250 mL, oven, aluminium foil, mortar agate, erlenmeyer 250 mL, statif, botol semprot, *magnetic stirrer*, batang pengaduk, spatula, gelas arloji, gelas ukur 50 mL, corong gelas, hot plate, pipet volume, pipet tetes, *ultrasonic cleaner* (Brason *Ultrasonics* model B3510 – MT), *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *spektrofotometer Infrared* (IR).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu titanium (IV) isopropoksida (TTIP, 97% Sigma Aldrich, 546-68-9), isopropanol *p.a* (E merck), akuades, asam asetat glasial *p.a* (CH_3COOH), vanadium (III) asetilasetonat $\text{V}(\text{acac})_3$ (Sigma Aldrich, 99%), *cetyl trimetylammonium bromide* (CTAB, Sigma Aldrich, 99%), *sodium dedocyl sulfat* (SDS), dan *poly ethylenr glycol* (PEG).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis TiO_2 terdoping Vanadium menggunakan metode sonikasi dengan prekursor titanium (IV) isopropoksida (TTIP), vanadium (III) asetilasetonat, dan asam asetat pada variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG suhu kalsinasi $500\text{ }^\circ\text{C}$. Hasil sintesis tersebut akan dikarakterisasi struktur dan ukuran kristalnya untuk menganalisis material hasil sintesis menggunakan XRD dan untuk mengetahui gugus fungsi dan surfaktan yang mungkin tersisa pada permukaan material menggunakan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping Vanadium (III) dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi.
2. Sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping Vanadium (III) tanpa surfaktan sebagai blanko dan penambahan variasi template surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan metode sonikasi pada suhu terbaik yang diperoleh pada tahap 1.

3. Karakterisasi untuk mengetahui perubahan struktur dan ukuran kristal pada setiap fasa struktur fotokatalis TiO_2 terdoping Vanadium (III) dengan variasi template surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction (XRD)*.
4. Karakterisasi untuk mengetahui frekuensi vibrasi material fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium (III) pada penambahan variasi template surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) menggunakan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*.
5. Analisis data.

3.5 Prosedur kerja

3.5.1 Sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping Vanadium (III) menggunakan metode sonikasi.

Sintesis TiO_2 terdoping vanadium (III) menggunakan metode sonikasi dilakukan dengan menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan $\text{V}(\text{acac})_3$ sebagai prekursor. Pertama tambahkan TTIP sebanyak 5 mL ke dalam 30 mL isopropanol secara bertahap (tetes per tetes) pada erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Kemudian ditambahkan vanadium (III) asetilasetonat sebanyak 0,0177 g ke dalam 10 ml isopropanol pada erlenmeyer 2 lalu disonikasi selama 8 menit. Larutan vanadium pada erlenmeyer 2 dimasukkan ke dalam erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Setelah itu ditambahkan asam asetat glasial secara bertahap (tetes per tetes) hingga pH 3 lalu disonikasi selama 8 menit. Larutan tersebut diaging selama 24 jam. Persiapkan larutan akuademin 20 mL pada erlenmeyer 3 tanpa surfaktan dan disonikasi selama 8 menit. Campurkan larutan

pada erlenmeyer 3 secara cepat ke dalam erlenmeyer 1 yang berisi larutan hasil aging sambil disonikasi selama 30 menit. Gel yang dihasilkan setelah sonikasi, dimasukkan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Penambahan jumlah prekursor dan dopan terlampir pada Tabel 3.1 dan rincian perhitungan pada Lampiran 1. Setelah sampel kering digerus menggunakan mortar agate dan dibentuk pellet. Tahap terakhir dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam dan digerus lagi menggunakan mortar agate sebelum dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, dan spektroskopi IR.

3.5.2 Sintesis fotokatalis TiO₂ terdoping Vanadium (III) dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi menggunakan metode sonikasi.

Sintesis TiO₂ terdoping vanadium (III) dengan template surfaktan CTAB menggunakan metode sonikasi pada variasi suhu kalsinasi dilakukan dengan menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan V(acac)₃ sebagai prekursor. Pertama tambahkan TTIP sebanyak 5 mL ke dalam 30 mL isopropanol secara bertahap (tetes per tetes) pada erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Kemudian ditambahkan vanadium (III) asetilasetonat sebanyak 0,0177 g ke dalam 10 mL isopropanol pada erlenmeyer 2 lalu disonikasi selama 8 menit. Larutan vanadium pada erlenmeyer 2 dimasukkan ke dalam erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Setelah itu ditambahkan asam asetat glasial secara bertahap (tetes per tetes) hingga pH 3 lalu disonikasi selama 8 menit. larutan tersebut diaging selama 24 jam. Persiapkan larutan akuademin 20 mL pada erlenmeyer 3 ditambahkan dengan CTAB dan disonikasi selama 8 menit. Campurkan larutan

pada erlenmeyer 3 secara cepat ke dalam erlenmeyer 1 yang berisi larutan hasil aging sambil disonikasi selama 30 menit. Gel yang dihasilkan setelah sonikasi, dimasukkan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Penambahan jumlah prekursor dan dopan terlampir pada Tabel 3.1 dan rincian perhitungan pada Lampiran 1. Setelah sampel kering digerus menggunakan mortar agate dan dibentuk pellet. Tahap terakhir dikalsinasi pada variasi suhu 500°C, 450°C, dan 400°C selama 3 jam lalu digerus lagi menggunakan mortar agate sebelum dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, dan spektroskopi IR.

3.5.3 Sintesis fotokatalis TiO₂ terdoping Vanadium (III) dengan variasi template surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) pada suhu kalsinasi 450°C menggunakan metode sonikasi.

Sintesis TiO₂-V menggunakan metode sonikasi dilakukan dengan penambahan variasi jenis surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan V(acac)₃ sebagai prekursor TiO₂-V. Sintesis TiO₂ terdoping vanadium (III) dengan variasi template surfaktan CTAB, SDS, dan PEG menggunakan metode sonikasi dilakukan dengan menggunakan titanium tetraisopropoksida (TTIP) dan V(acac)₃ sebagai prekursor. Pertama tambahkan TTIP sebanyak 5 mL ke dalam 30 mL isopropanol secara bertahap (tetes per tetes) pada erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Kemudian ditambahkan vanadium (III) asetilasetonat sebanyak 0,0177 g ke dalam 10 mL isopropanol pada erlenmeyer 2 lalu disonikasi selama 8 menit. Larutan vanadium pada erlenmeyer 2 dimasukkan ke dalam erlenmeyer 1 lalu disonikasi selama 8 menit. Setelah itu ditambahkan asam asetat glasial secara bertahap (tetes per tetes)

hingga pH 3 lalu disonikasi selama 8 menit. larutan tersebut diaging selama 24 jam. Persiapkan larutan akuademin 20 mL pada erlenmeyer 3 ditambahkan dengan variasi template surfaktan CTAB, SDS, dan PEG kemudian disonikasi selama 8 menit. Campurkan larutan pada erlenmeyer 3 secara cepat ke dalam erlenmeyer 1 yang berisi larutan hasil aging sambil disonikasi selama 30 menit. Gel yang dihasilkan setelah sonikasi, dimasukkan oven pada suhu 100°C selama 12 jam. Penambahan jumlah prekursor dan dopan terlampir pada Tabel 3.1 dan rincian perhitungan pada Lampiran 1. Setelah sampel kering digerus menggunakan mortar agate dan dibentuk pellet. Tahap terakhir dikalsinasi pada suhu 450°C selama 2 jam dan digerus lagi menggunakan mortar agate sebelum dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, dan spektroskopi IR.

Pada tahap ini juga dilakukan sintesis TiO₂-V tanpa adanya penambahan surfaktan pada suhu kalsinasi 450°C selama 2 jam menggunakan metode sonikasi. Material ini sebagai kontrol untuk fotokatalis TiO₂-V dengan penambahan variasi jenis surfaktan CTAB, SDS, dan PEG. Prosedur kerja pada tahap sintesis material kontrol ini sesuai dengan metode sintesis point 3.5.1.

Tabel 3.1 komposisi prekursor senyawa Ti_{0,997}V_{0,003}O₂ dan Ti_{0,997}V_{0,003}O₂ dengan penambahan surfaktan 0,92 mM CTAB, 8,4 mM SDS, dan 9,4 mM.

Target senyawa	Massa pereaksi (gram)				
	TTIP (mL)	V (aca) ₃ (g)	CTAB (g)	SDS (g)	PEG (mL)
Ti _{0,997} V _{0,003} O ₂	5	0,0177	-	-	-
Ti _{0,997} V _{0,003} O ₂ -CTAB	5	0,0177	0,0067	-	-
Ti _{0,997} V _{0,003} O ₂ -SDS	5	0,0177	-	0,0484	-
Ti _{0,997} V _{0,003} O ₂ -PEG	5	0,0177	-	-	2,9 mL

3.5.4 Karakterisasi dan analisis data menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD ini dilakukan untuk menganalisis material fotokatalis hasil sintesis TiO₂ dengan tujuan untuk mengetahui identifikasi fasa, kristalinitas, dan perubahan struktur karena adanya pengaruh dopan dan penambahan surfaktan. Karakterisasi ini dilakukan dengan menggunakan logam target Cu K α (30 kV, 30 mA) pada panjang gelombang 0,15418 nm. Preparasi sampel dilakukan dengan cara ditumbuk sampel terlebih dahulu hingga halus, kemudian diletakkan kedalam sampel holder dan dikenai dengan sinar X pada rentang 2 θ 20 sampai 90. Hasil yang dikeluarkan berupa difraktogram yang akan dibandingkan dengan data standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) No. 9852 untuk TiO₂ fasa anatase, No. 23697 fasa rutil, dan No. 36409 fasa brookite. Pengolahan data yang dihasilkan akan *direfinement* menggunakan program Rietica dan metode Le Bail untuk mengetahui derajat kecocokan difraktogram hasil sintesis dan hasil kalkulasi sehingga diperoleh data kristalografi. Ukuran kristal hasil sintesis TiO₂ diukur dengan persamaan Debye Scherer yang ditunjukkan pada persamaan 3.1.

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

dengan D adalah ukuran kristal (nm), K adalah konstanta (0,9), λ adalah panjang gelombang radiasi (nm), β adalah FWHM (*full width at half max*) x π /integrasi luas puncak refleksi (radian), dan θ merupakan sudut peristiwa sinar-X.

3.5.5 Karakterisasi dan analisis data menggunakan *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui lokal struktur pada material fotokatalis TiO₂ melalui spektrum vibrasi yang dihasilkan senyawa pada bilangan gelombang tertentu dan untuk mengkonfirmasi adanya surfaktan yang terdapat pada permukaan material. Preparasi sampel dilakukan dengan cara dihaluskan dan dibuat transparan dengan bantuan adanya KBr terlebih dahulu, kemudian dipelet dan diletakkan ke dalam sample holder. Setelah itu dilakukan pengukuran pada rentang daerah bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹. Hasil karakterisasi FTIR berupa data transmitan dan nilai bilangan gelombang. Data tersebut diolah menggunakan *software Origin* sehingga menghasilkan spektra IR dari hasil sintesis.

BAB IV

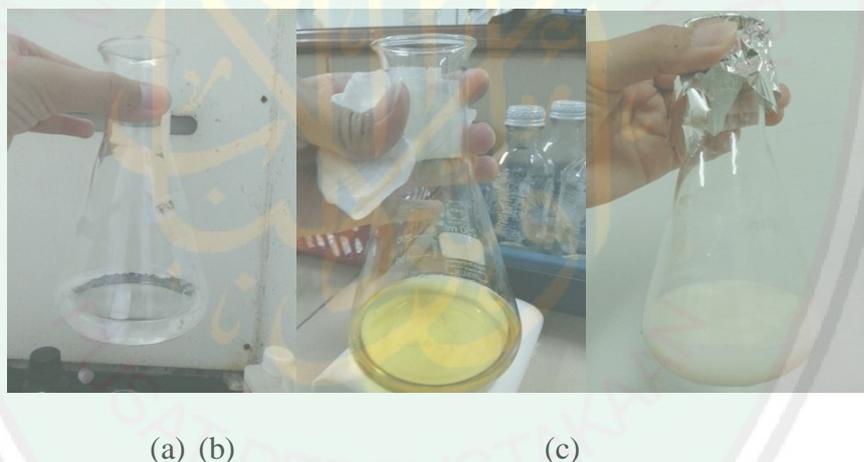
HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis TiO_2 terdoping vanadium ini telah dilakukan variasi penambahan jenis surfaktan menggunakan metode sonikasi. Variasi jenis surfaktan yang digunakan yaitu *Cethyl Trimethylammonium Bromide* (CTAB), *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS), dan *Poli Etilen Glikol* (PEG) untuk mengetahui pengaruh surfaktan terhadap karakteristik TiO_2 terdoping vanadium. Karakterisasi hasil sintesis ini menggunakan (a) XRD untuk mengetahui struktur kristal dan mengidentifikasi fasa produk yang terbentuk, dan (b) FTIR untuk mengidentifikasi modus vibrasi gugus fungsi.

4.1 Sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi surfaktan menggunakan metode sonikasi

Sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi surfaktan ini dilakukan dengan menggunakan metode sonikasi. Adapun prekursor yang digunakan meliputi titanium tetraisopropoksida (TTIP), isopropanol, $\text{V}(\text{acac})_3$, akuademin, asam asetat (CH_3COOH), dan surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG). Pertama yang dilakukan yaitu sintesis TiO_2 terdoping vanadium tanpa surfaktan sebagai kontrol dan sintesis TiO_2 terdoping vanadium dengan penambahan variasi surfaktan. Tahap sintesis ini dimulai dengan menambahkan prekursor TTIP ke dalam isopropanol menghasilkan larutan berwarna bening tanpa endapan pada Gambar 4.1.a. Larutan bening tersebut berubah warna menjadi kuning bening kecoklatan tanpa adanya endapan ketika ditambahkan dengan larutan vanadium

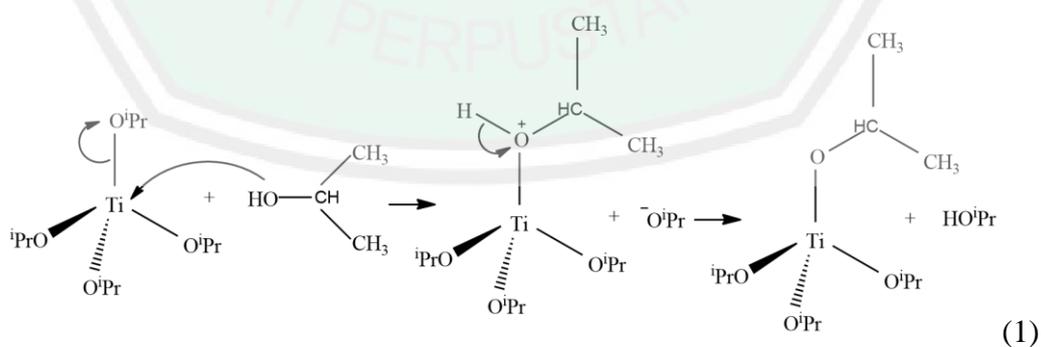
sebagai dopan yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.b. Proses untuk menghomogenkan kedua larutan tersebut dilakukan dengan menggunakan sonikator. Penambahan asam asetat sebagai katalis asam sebelum proses aging dilakukan untuk mengontrol laju reaksi hidrolisis. Setelah proses aging selama 24 jam terjadi perubahan warna kuning sedikit memudar tanpa endapan. Proses aging tersebut dilakukan pada suhu ruang dengan tujuan untuk memaksimalkan proses interaksi antar spesies dan mempercepat proses nukleasi (Ginting, dkk., 2019). Surfaktan yang telah dilarutkan dengan akuademin dimasukkan ke dalam larutan hasil aging secara cepat pada saat proses sonikasi berlangsung. Gel yang dihasilkan (Gambar 4.1.c) pada proses sintesis di oven dan dibentuk pellet untuk berlanjut ketahap kalsinasi suhu 450°C selama 2 jam.

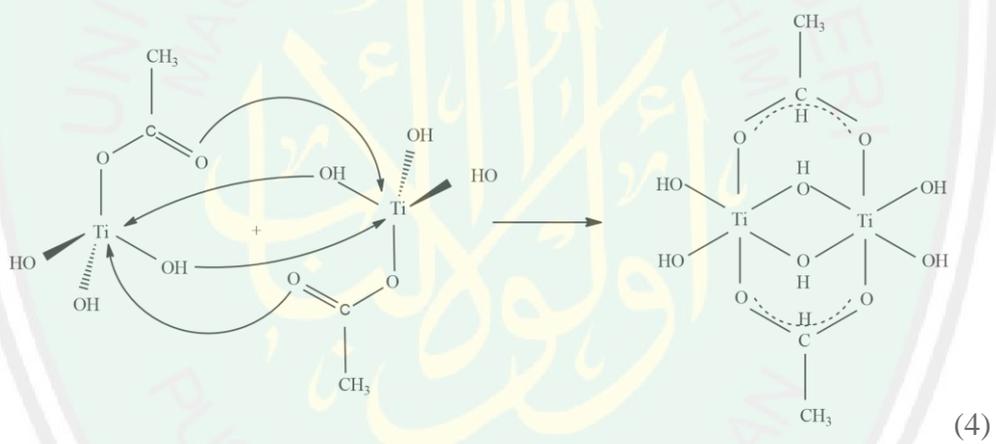
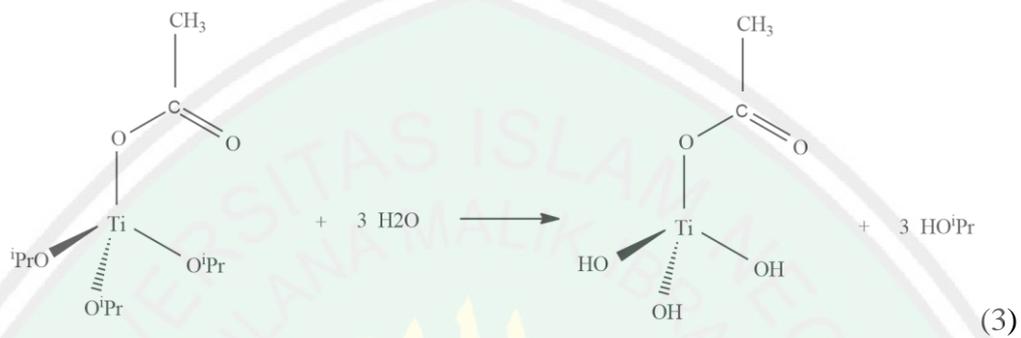
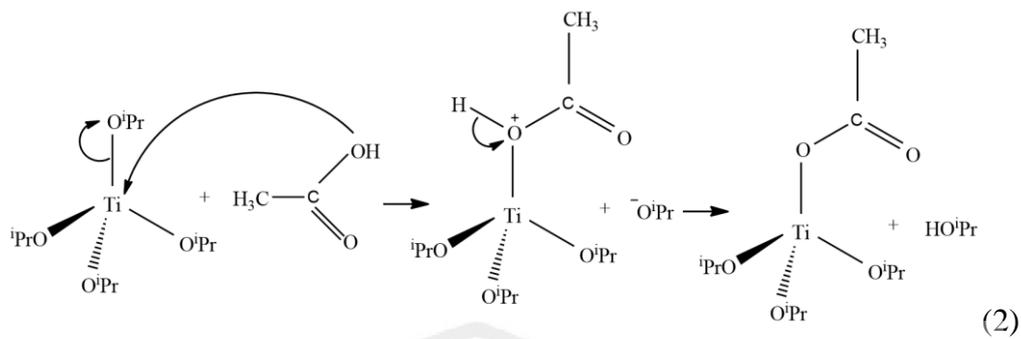


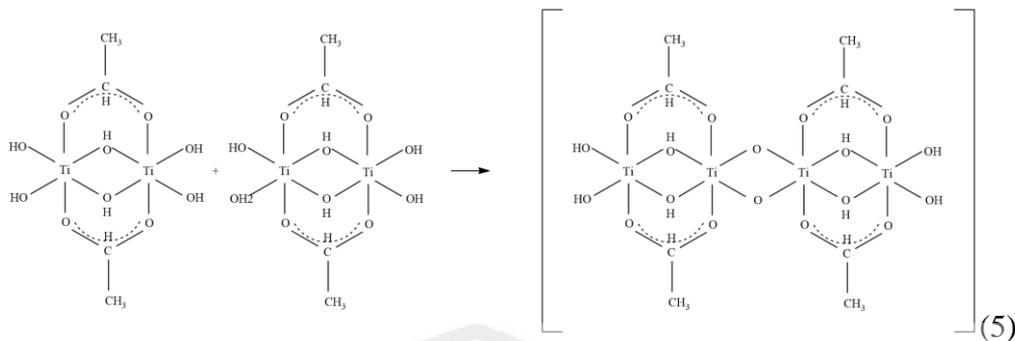
Gambar 4.1 Perubahan sampel yang terjadi saat proses sintesis (a) pencampuran TTIP dengan isopropanol, (b) setelah penambahan vanadium, dan (c) hasil gel setelah sonikasi 30 menit.

Reaksi dasar yang terjadi pada saat proses sintesis ini meliputi reaksi permutasi alkohol, hidrolisis, kondensasi, dan polimerisasi. Reaksi permutasi alkohol ini terjadi ketika TTIP bereaksi dengan isopropanol sebagai pelarutnya dan tidak menghasilkan produk baru (Gambar 4.2.1). Selanjutnya reaksi hidrolisis yang terjadi antara TTIP dengan asam asetat sebagai nukleofil yang menggantikan

gugus isopropoksi pada prekursor TTIP sehingga membentuk $Ti(iOPr)_3(OAc)$ (Gambar 4.2.2). Hal ini disebabkan karena kurangnya keelektronegatifan ligan isopropoksi lebih cepat dapat dihilangkan selama proses hidrolisis oleh ligan asetat yang memiliki keelektronegatifan lebih tinggi (Sanchez, dkk., 1988). Asam asetat merupakan ligan yang lebih kuat dibandingkan isopropoksi sehingga dapat berperan sebagai spesies bidentat dan menimbulkan jembatan asetat (Livage, dkk., 1998). Pada pH 3, reaksi hidrolisis dikatalisis oleh kehadiran proton dari asam melalui proses protonasi pada gugus alkoksi. Pada waktu yang bersamaan dengan protonasi gugus OH dari Ti menghambat serangan nukleofilik terhadap kelompok Ti lainnya sehingga menghambat proses kondensasi (Simonsen, dkk., 2010). Reaksi hidrolisis selanjutnya terjadi antara $Ti(iOPr)_3(OAc)$ dengan air yang mengakibatkan gugus isopropoksi lepas sedangkan gugus asetat tetap berikatan dengan Ti (Gambar 4.2.3). Reaksi kondensasi berlangsung pada penggabungan monomer monomer $Ti(OH)_3(OAc)$ membentuk dimer jembatan asetat $Ti(OH)_6(OAc)_2$ pada Gambar 4.2.4. Selanjutnya terjadi penggabungan dimer jembatan asetat $Ti(OH)_6(OAc)_2$ membentuk rantai polimer yang panjang (Gambar 4.2.5).







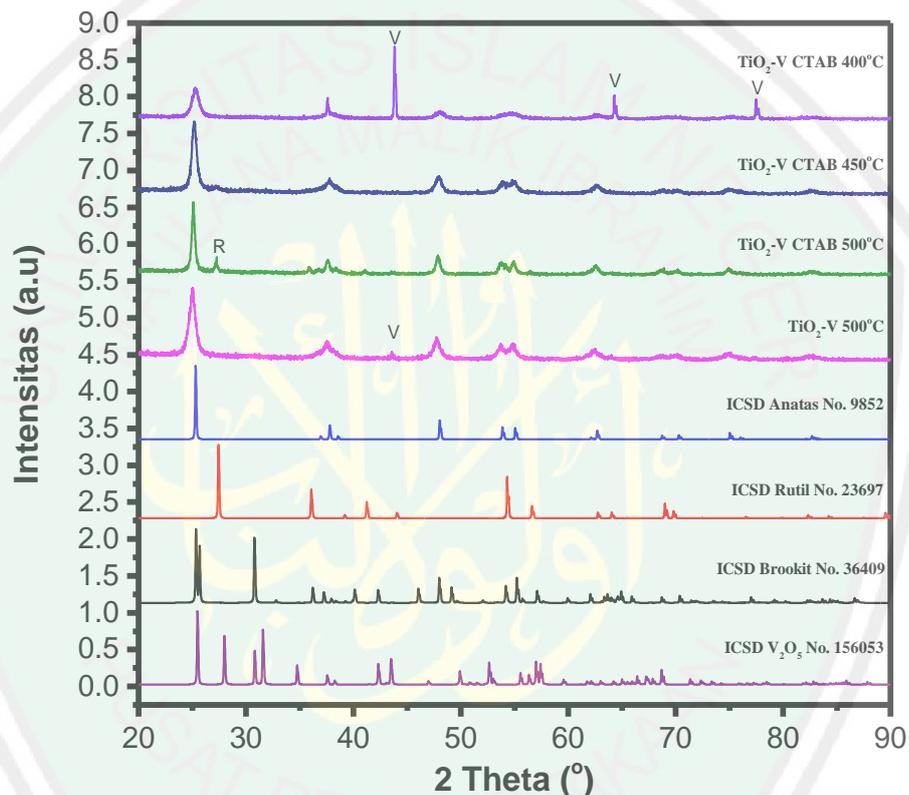
Gambar 4.2 Dugaan mekanisme reaksi yang terjadi pada (1) Reaksi permutasi alkohol antara TTIP dengan isopropanol, (2) reaksi hidrolisis antara TTIP dengan asam asetat, (3) reaksi hidrolisis antara TTIP dengan H₂O, (4) reaksi kondensasi pembentukan dimer Ti₂(OH)₆(OAc)₂, (5) reaksi polimerisasi dari penggabungan dimer jembatan asetat Ti(OH)₆(OAc)₂ (Bashiri, dkk., 2017; Livage, dkk., 1998; Sanchez, dkk., 1988; Simonsen, dkk., 2010).

Sintesis fotokatalis TiO₂ pada penelitian ini dimodifikasi dengan adanya variasi penambahan surfaktan *cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB), *sodium dedocyl sulfate* (SDS), dan *poli etilen glikol* (PEG). Surfaktan berperan sebagai *template* pengarah struktur yang berfungsi untuk mengontrol morfologi material TiO₂ (Sun, dkk., 2002). Salah satu dugaan mekanisme reaksi antara TiO₂ dengan surfaktan (CTAB) ditampilkan pada Gambar 2.13. Material TiO₂ pada kondisi asam bermuatan positif sehingga mudah berikatan dengan Br⁻ melalui interaksi elektrostatik atau ikatan hidrogen (Qu, dkk., 2010). Setelah TiO₂ berinteraksi dengan surfaktan dilakukan pemanasan untuk memperoleh struktur berpori.

4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium Dengan Variasi Surfaktan CTAB, SDS, dan PEG Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui fasa struktur yang terbentuk dari hasil sintesis TiO₂-V

termodifikasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG. Pola difraksi sinar-X sampel ditunjukkan pada Gambar 4.4 dan Gambar 4.5 yang kemudian dibandingkan dengan data standar TiO_2 dalam *International Crystallography Standard Data* (ICSD) no. 9852 fasa anatase, no. 23697 fasa rutil, dan no. 36409 untuk fasa brookit. Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa dengan adanya perbedaan suhu kalsinasi dapat mempengaruhi perubahan pola difraksi secara signifikan.

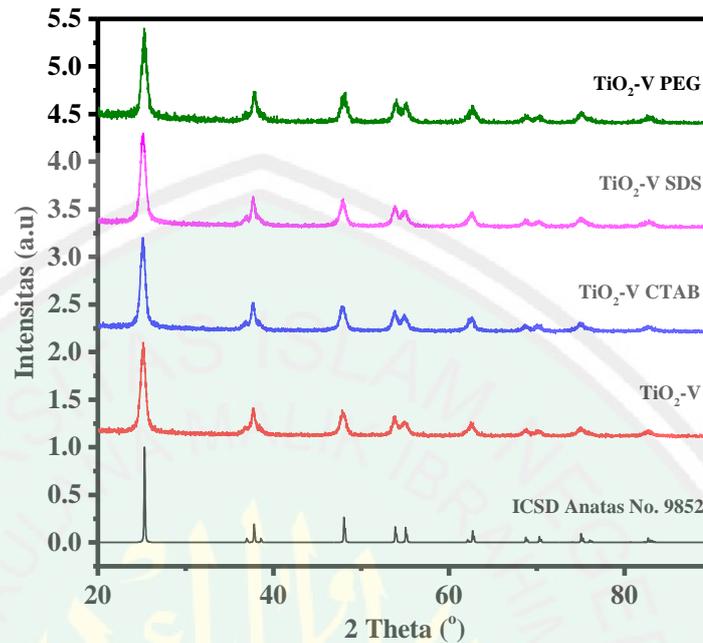


Gambar 4.3 Pola difraksi sinar-X senyawa TiO_2 -V 500°C, TiO_2 -V CTAB 500°C, TiO_2 -V CTAB 450°C, dan TiO_2 -V CTAB 400°C dengan R=rutil dan V= V_2O_5

Pola difraksi sinar-X sampel TiO_2 -V tanpa surfaktan dan TiO_2 -V dengan penambahan surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi 500°C, 450°C, dan 400°C ditampilkan pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa pada masing-masing sampel memiliki perbedaan puncak ketika dibandingkan dengan data standar TiO_2

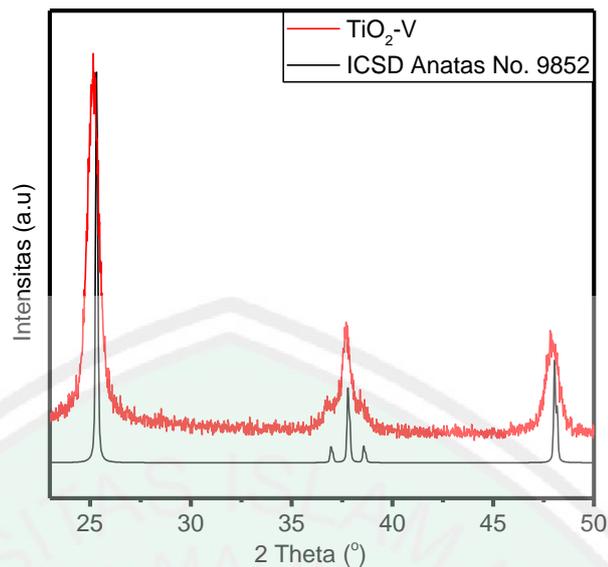
dalam *International Crystallography Standard Data* (ICSD). Pada sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ tanpa surfaktan dengan suhu kalsinasi 500°C menunjukkan bahwa pola difraksi yang dihasilkan terdapat adanya pengotor yaitu V_2O_5 yang ditandai dengan munculnya puncak pada posisi 2θ $43,55^\circ$. Pada sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang dimodifikasi dengan CTAB dengan suhu kalsinasi 500°C tidak terdeteksi adanya puncak dari pengotor V_2O_5 . Namun, diperoleh adanya puncak baru yang muncul pada posisi 2θ $27,23^\circ$ menunjukkan keberadaan fasa rutil. Hal ini membuktikan bahwa dengan adanya CTAB pada suhu 500°C dapat menginduksi pertumbuhan fasa rutil. Pada sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ CTAB dengan suhu kalsinasi 450°C tidak terdeteksi adanya puncak baru yang muncul dan juga tidak terdapat adanya puncak yang hilang. Sedangkan untuk sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ CTAB dengan suhu kalsinasi 400°C diperoleh adanya beberapa pengotor V_2O_5 pada posisi 2θ $43,83^\circ$; $43,96^\circ$; $64,48^\circ$; $77,49^\circ$; dan $77,72^\circ$. Sehingga pada sampel tersebut menunjukkan bahwa dengan modifikasi CTAB terhadap sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada suhu 450°C menggunakan metode sonikasi dapat menghasilkan pola difraksi sinar-X yang sesuai dengan data standar TiO_2 anatas dalam *International Crystallography Standard Data* (ICSD) no. 9852. Terbentuknya fasa anatas dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis, menurunkan laju rekombinasi, dan mempercepat transfer antarmuka dibandingkan dengan fasa lain seperti rutil dan brookit. Menurut Puma (2008), menjelaskan bahwa fasa anatas memiliki pita konduksi dengan daya reduksi yang lebih kuat dibandingkan dengan fasa rutil. Oleh karena ini, suhu sintesis selanjutnya dilakukan pada suhu 450°C untuk menghindari pembentukan fasa rutil. kontrol $\text{TiO}_2\text{-V}$ tanpa surfaktan juga disintesis ulang pada suhu 450°C

agar diperoleh kondisi yang sama sebagai kontrol pengaruh variasi surfaktan pada hasil karakterisasi XRD dan IR.



Gambar 4.4 Pola difraksi sinar-X senyawa TiO₂-V surfaktan (surfaktan: CTAB, SDS, dan PEG) pada suhu sintesis 450°C

Berdasarkan Gambar 4.4 menunjukkan adanya puncak khas dari TiO₂ yang memiliki intensitas tertinggi yaitu pada $2\theta = 25,0994^\circ$ (TiO₂-V); $25,1833^\circ$ (TiO₂-V CTAB); $25,0220^\circ$ (TiO₂-V SDS); dan $25,2773^\circ$ (TiO₂-V PEG). Perbandingan hasil dari pola difraksi sinar-X menunjukkan kesesuaian puncak antara hasil sintesis dengan data standar ICSD no. 9852 dalam fasa anatase. Selain itu, pola difraksi sinar-X juga diketahui bahwa dengan adanya variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG tidak menyebabkan adanya perubahan pola difraksi dari anatase menjadi rutil maupun brookit pada suhu 450°C. Pada perbandingan tersebut juga tidak terdapat adanya puncak lain dari pengotor V₂O₅ sebagai akibat dari penambahan vanadium. Hal ini menunjukkan bahwa pendopingan logam vanadium ke dalam TiO₂ telah berhasil dilakukan.

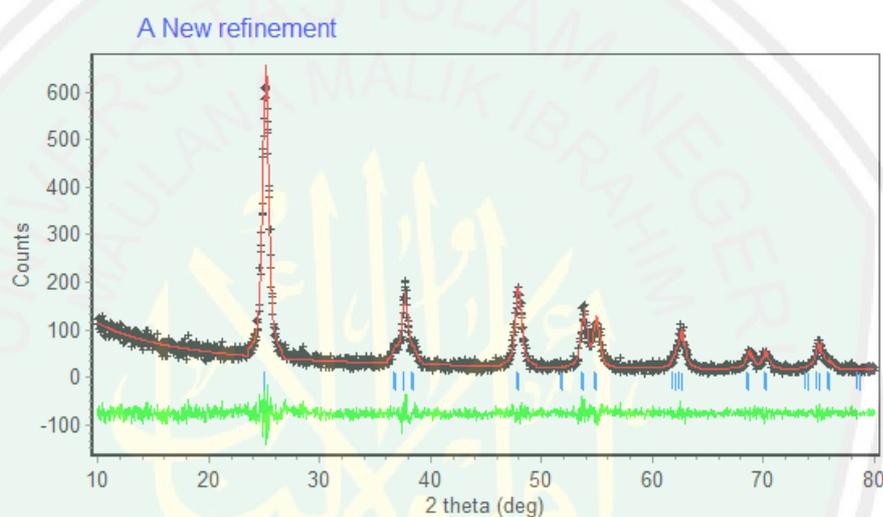


Gambar 4.5 Hasil perbesaran difraktogram standar TiO_2 anatas dan $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada posisi 2θ ($^\circ$) 23 sampai 50

Hasil perbesaran difraktogram pada Gambar 4.5 menunjukkan adanya pergeseran puncak difraksi sinar-X pada difraktogram dari posisi utama $25,3275^\circ$ bergeser ke arah sudut 2θ yang lebih rendah yaitu $25,0994^\circ$. Namun, pergeseran puncak yang dihasilkan antara TiO_2 terdoping vanadium dengan data standar TiO_2 anatas dalam *International Crystallography Standard Data* (ICSD) no. 9852 tidak signifikan akibat dari konsentrasi dopan yang ditambahkan relatif rendah. Hal ini disebabkan karena penambahan dopan dapat memberikan efek distorsi akibat dari substitusi Ti^{4+} oleh V^{3+} dan menimbulkan pergeseran pada pola difraksi sinar-X. Proses substitusi ion Ti^{4+} ($0,745 \text{ \AA}$) oleh V^{3+} ($0,78 \text{ \AA}$) dapat terjadi karena dopan memiliki jari-jari ionik yang lebih besar.

Melalui data karakterisasi XRD dapat dianalisis lebih lanjut untuk memperoleh data kristalografi menggunakan proses *refinement* dengan metode Le Bail. Proses *refinement* menggunakan data standar TiO_2 fasa anatas ICSD No.

9852 yang memiliki struktur tetragonal dengan *space group* yaitu $I4_1/amd$, panjang kisi kristal a dan $b = 3,7842 \text{ \AA}$; $c = 9,5146 \text{ \AA}$; dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ dengan volume sel satuan $136,25 \text{ \AA}^3$. Plot hasil *refinement* untuk $\text{TiO}_2\text{-V}$ tanpa surfaktan ditampilkan pada Gambar 4.6 dan data kristalografi $\text{TiO}_2\text{-V}$ dengan variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG ditampilkan pada Tabel 4.1. Sedangkan plot hasil *refinement* untuk $\text{TiO}_2\text{-V}$ CTAB, $\text{TiO}_2\text{-V}$ SDS, dan $\text{TiO}_2\text{-V}$ PEG ditampilkan pada Lampiran 5.



Gambar 4.6 Plot hasil *refinement* senyawa $\text{TiO}_2\text{-V}$ tanpa surfaktan

Berdasarkan hasil *refinement* pada Tabel 4.1 diketahui bahwa data difraksi sinar-x memiliki kesesuaian yang baik dengan data standar TiO_2 fasa anatas ICSD no. 9852. Kesesuaian ini dapat dilihat dari *R-profile* (R_p) $< 15\%$, nilai *R-weight profile* (R_{wp}) $< 20\%$ (Raharjo, 2011), dan *Good of fitness* (GoF) < 5 (Andrieux, 2018). Pada data standar TiO_2 fasa anatas ICSD no. 9852 yang memiliki panjang a dan $b = 3,7842 \text{ \AA}$; panjang $c = 9,5146 \text{ \AA}$; dan volume sel satuan = $136,25 \text{ \AA}^3$. Sedangkan pada sampel TiO_2 terdoping vanadium tanpa surfaktan memiliki panjang a dan $b = 3,9115 \text{ \AA}$; panjang $c = 9,8301 \text{ \AA}$; dan volume sel satuan =

150,398895 Å³. Hal ini menunjukkan bahwa adanya penurunan nilai pada parameter kisi dan volume sel satuan TiO₂-V akibat dari penambahan dopan vanadium dapat menyebabkan terjadinya distorsi oleh ion V³⁺ (0,78 Å) yang mensubstitusi ion Ti⁴⁺ (0,745 Å). Namun, sesuai dengan Gambar 4.6 adanya dopan vanadium tidak berpengaruh terhadap perubahan struktur kristal maupun *space group*. Data kristalografi menunjukkan adanya perubahan panjang kisi Kristal *a*, *b*, *c*, dan volume sel satuan akibat adanya variasi surfaktan CTAB, SDS, dan PEG. Dimana perubahan tersebut tidak signifikan dan nilai yang dihasilkan relatif sama dibandingkan dengan data standar TiO₂ fasa anatas ICSD. Hal ini menunjukkan bahwa hasil sintesis TiO₂ yang terbentuk cenderung memiliki struktur kristal, nilai parameter kisi, dan volume sel satuan yang sesuai dengan data standar TiO₂ fasa anatas ICSD no. 9852.

Tabel 4.1 Data Kristalografi TiO₂-V tanpa surfaktan, TiO₂-V variasi surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG) dari proses *refinement* menggunakan metode *Le Bail*

Parameter	Sampel			
	TiO ₂ -V	TiO ₂ -V CTAB	TiO ₂ -V SDS	TiO ₂ -V PEG
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Grup Ruang	I4 ₁ / <i>amd</i>			
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4
Panjang <i>a</i> dan <i>b</i> (Å)	3,9115	3,7856	3,7775	3,7919
Panjang <i>c</i> (Å)	9,8301	9,5084	9,4890	9,2590
Volume Sel Satuan (Å ³)	150,398895	136,266663	135,410583	137,017761
Rp (%)	12,42	11,78	11,53	17,89
Rwp (%)	10,35	9,60	10,04	15,27
GoF (χ ²)	0,1219	0,1005	0,1169	0,3930

Ukuran kristal TiO₂ hasil sintesis yang terbentuk diukur menggunakan persamaan Debye Scherer yang ditampilkan pada lampiran dan hasil perhitungan

ditunjukkan pada Tabel 4.2. Berdasarkan perhitungan yang dihasilkan menunjukkan bahwa penambahan variasi template surfaktan dapat memberikan perbedaan ukuran kristal yang terbentuk. Perbedaan ukuran kristal yang diperoleh pada sampel TiO₂-V CTAB sebesar 81,076 nm, TiO₂-V SDS sebesar 48,640 nm, dan TiO₂-V PEG sebesar 12,927 nm. Surfaktan *cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB) memiliki ukuran misel dengan diameter 2-3 nm (Patel, dkk., 2014), sebesar 14,1 nm untuk ukuran misel *sodium dodecyl sulfate* (SDS), dan sebesar 29,4 nm untuk ukuran misel *poli etilen glikol* (PEG) (Guo, dkk., 2005). Jumlah rantai yang lebih pendek pada PEG dapat menyebabkan distribusi ukuran misel menjadi lebih luas (Jiao, dkk., 2018).

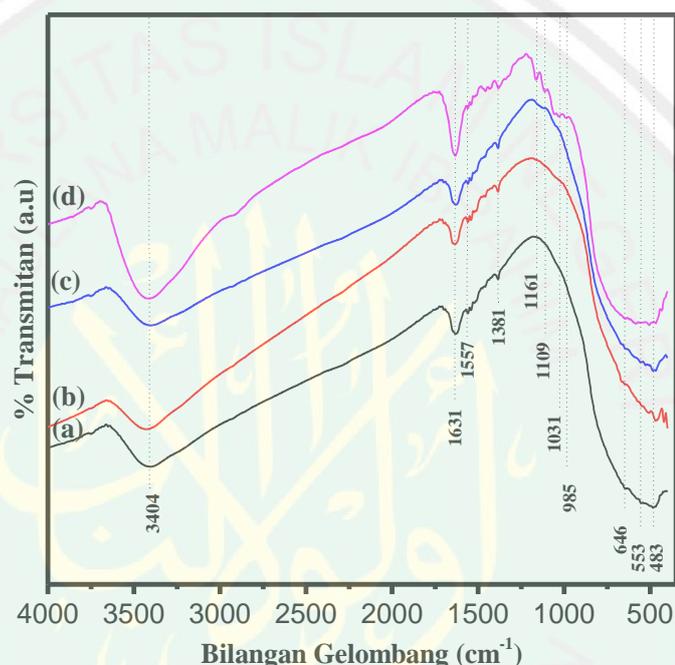
Tabel 4.2 Ukuran Kristal TiO₂-V tanpa surfaktan dan TiO₂-V variasi surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG)

No	Sampel	Ukuran Kristal (nm)
1	TiO ₂ -V	24,324
2	TiO ₂ -V CTAB	81,076
3	TiO ₂ -V SDS	48,640
4	TiO ₂ -V PEG	12,927

4.3 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium Dengan Variasi Surfaktan CTAB, SDS, dan PEG Menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR)

Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR untuk mengetahui vibrasi IR dari material fotokatalis TiO₂ terdoping vanadium (III) pada variasi penambahan surfaktan (CTAB, SDS, dan PEG). Hasil spektra IR ditampilkan pada Gambar 4.8 dan pengukuran dilakukan pada skala 4000-400 cm⁻¹. Identifikasi modus vibrasi IR yang muncul dirangkum pada Tabel 4.3. Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan adanya modus vibrasi ulur gugus fungsi

O-H pada bilangan gelombang 3404 cm^{-1} dan modus vibrasi tekuk O-H pada bilangan gelombang 1631 cm^{-1} . Gugus fungsi O-H yang teramati ini mengindikasikan adanya air atau pelarut yang terikat pada permukaan TiO_2 (Wei, dkk., 2018). Pada bilangan gelombang 1557 cm^{-1} dan 1381 cm^{-1} merupakan vibrasi O-H dari molekul air dan C-H *scissoring*. Modus vibrasi Ti-O ditemukan pada bilangan gelombang kisaran yaitu 638 cm^{-1} , 553 cm^{-1} , dan 483 cm^{-1} .



Gambar 4.7 Spektra IR material (a) TiO_2 -V tanpa surfaktan, (b) TiO_2 -V CTAB, (c) TiO_2 -V SDS, dan (d) TiO_2 -V PEG

Pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa keberadaan variasi surfaktan dapat memberikan pengaruh pada intensitas dan pergeseran bilangan gelombang. Namun, perubahan intensitas dan pergeseran bilangan gelombang tidak cukup signifikan pada variasi surfaktan. Perbedaan intensitas dan posisi bilangan gelombang vibrasi Ti-O menunjukkan tingkat kristalinitas dan komposisi fase yang berbeda (Melanovi dan Nikolic, 2014). Berdasarkan Tabel 4.3 sampel TiO_2 -V CTAB mengalami pergeseran bilangan gelombang yang lebih besar. Pergeseran

spektra pada sampel TiO₂-V SDS cenderung bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih kecil. Ketidakhadiran gugus fungsi SO₄²⁻ pada bilangan gelombang 1200 cm⁻¹ dan 1000 cm⁻¹ menunjukkan bahwa SDS telah hilang dari sampel pada tahap kalsinasi (Sun, dkk., 2014).

Tabel 4.3 Identifikasi modus vibrasi IR pada material TiO₂-V tanpa surfaktan, TiO₂-V CTAB, TiO₂-V SDS, dan TiO₂-V PEG

Sampel	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Modus vibrasi
TiO ₂ -V	3404	Vibrasi ulur O-H ^a
	1631	Vibrasi tekuk O-H ^f
	1557	Vibrasi tekuk O-H ^f
	1383	Vibrasi tekuk C-H <i>Scissoring</i> ^d
	646	Vibrasi Ti-O-Ti atau Ti-O-V ^h
	483	Vibrasi Ti-O ^b
TiO ₂ -V CTAB	3428	Vibrasi ulur O-H ^a
	1634	Vibrasi tekuk O-H ^f
	1558	Vibrasi tekuk O-H ^g
	1386	Vibrasi tekuk C-H <i>Scissoring</i> ^d
	649	Vibrasi Ti-O-Ti atau Ti-O-V ^h
	483	Vibrasi Ti-O ^c
TiO ₂ -V SDS	419	Vibrasi Ti-O ^c
	3402	Vibrasi ulur O-H ^c
	1631	Vibrasi tekuk O-H ^e
	1557	Vibrasi tekuk O-H ^g
	1383	Vibrasi tekuk C-H <i>Scissoring</i> ^d
	644	Vibrasi Ti-O-Ti atau Ti-O-V ^h
TiO ₂ -V PEG	553	Vibrasi Ti-O ^c
	467	Vibrasi Ti-O ^c
	3415	Vibrasi ulur O-H ^b
	1633	Vibrasi tekuk O-H ^f
	1559	Vibrasi tekuk O-H ^g
	1381	Vibrasi tekuk C-H <i>Scissoring</i> ^d
	1161	Vibrasi ulur C-O ^a
	1113	Vibrasi ulur C-O ^a
	1109	Vibrasi ulur C-O ^a
	1031	Vibrasi ulur C-O ^a
985	Vibrasi tekuk CH ₂ ^a	
643	Vibrasi Ti-O-Ti atau Ti-O-V ^h	
467	Vibrasi Ti-O ^c	
432	Vibrasi Ti-O ^c	

^a Milanovic dan Nikolic, 2014, ^b Varadharajan dan Baskaran, 2017, ^c Sun, dkk., 2014, ^d Chen, dkk., 2010, ^e Mitra, dkk., 2008, ^f Padmini, dkk., 2013, ^g Inavova, dkk., 2002, ^h Muhamed, dkk., 2006

Pada sampel TiO₂-V PEG telah ditemukan modus vibrasi tekuk C-O pada bilangan gelombang 1161 cm⁻¹, 1113 cm⁻¹, 1109 cm⁻¹, dan 1031 cm⁻¹. Selain ditemukan vibrasi tekuk C-O juga terdapat modus vibrasi tekuk CH₂ pada bilangan gelombang 985 cm⁻¹. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan surfaktan PEG kedalam material TiO₂ dengan suhu 450°C selama 2 jam belum terkasinasi dengan sempurna sehingga masih terdapat gugus fungsi C-O dan CH₂. Dimana, gugus fungsi tersebut berasal dari ikatan C-O-C pada PEG (Rahim, dkk., 2012). Menurut Milanovic dan Nikolic (2014), pada suhu kalsinasi 450°C selama 5 jam dapat mengindikasikan bahwa surfaktan PEG telah berhasil dihilangkan secara keseluruhan. Munculnya modus vibrasi pada bilangan gelombang 646 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi dari Ti-O-Ti atau Ti-O-V (Muhamed, dkk., 2006). Interaksi tersebut merupakan akibat dari proses substitusi dopan vanadium pada kisi TiO₂.

4.4 Hasil Sintesis Material Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium dengan Variasi Surfaktan CTAB, SDS, dan PEG dalam Perspektif Islam

Mempelajari segala sesuatu ciptaan Allah SWT yang terdapat di alam ini merupakan salah satu bentuk wujud kita untuk mensyukuri nikmat atas ciptaan-Nya dengan cara menuntut ilmu dan mengaplikasikannya. Sintesis material fotokatalis TiO₂ terdoping vanadium dengan variasi surfaktan merupakan salah satu bentuk upaya positif dalam memperbaiki masalah lingkungan, terutama pencemaran air. Allah berfirman dalam al-Qur'an surat al-Qasas ayat 77:

وَأَتَّبِعْ فِي مَآءِ أُمَّتِكَ اللَّهُدَارَ الْآخِرَةَ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا وَأَحْسِنَ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا

تَتَّبِعِ الْفَسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ ٧٧

Artinya:

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

Menurut tafsir Jalalain (2008), upayakanlah (pada apa yang telah dianugerahkan Allah kepada kalian) berupa harta benda (kebahagiaan negeri akhirat) seumpamanya kamu menafkahnannya di jalan ketaatan kepada Allah (dan janganlah kamu melupakan) jangan kamu lupa (bagianmu dari kenikmatan duniawi) yakni hendak kamu beramal dengannya untuk mencapai pahala di akhirat (dan berbuat baiklah) kepada orang-orang dengan bersedekah kepada mereka (sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu, dan janganlah kau berbuat) mengadakan (kerusakan di muka bumi) dengan mengerjakan perbuatan-perbuatan maksiat. (Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan) maksudnya Allah pasti akan menghukum mereka.

Berdasarkan ayat di atas, sebagai makhluk yang telah diberikan nikmat oleh Allah, kita seharusnya bersyukur atas nikmat tersebut dengan cara memperbaiki apa yang telah diberikan oleh Allah dan tidak merusaknya. Oleh karena itu penelitian sintesis material fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi surfaktan ini dapat memberikan solusi dalam mengatasi masalah kerusakan lingkungan seperti pencemaran air. Material fotokatalis TiO_2 yang dihasilkan pada penelitian ini dapat digunakan untuk mendegradasi limbah organik menjadi senyawa CO_2 dan H_2O yang lebih aman bagi lingkungan. Proses fotokatalisis memanfaatkan bantuan cahaya matahari sebagai sumber foton untuk eksitasi elektron. Allah berfirman dalam al-Qur'an surat Yunus ayat 5:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسَ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ ٥

Artinya:

“Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya dan ditetapkan-Nya manzilah-manzilah (tempat-tempat) bagi perjalanan bulan itu, supaya kamu mengetahui bilangan tahun dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan yang demikian itu melainkan dengan hak. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui”.

Menurut tafsir Al-Mishbah (2001) menjelaskan bahwa Asy-Syarqawi menyatakan bahwa ayat ini menamai cahaya matahari dengan sebutan *dhiya*’ karena cahayanya menghasilkan panas atau kehangatan, sedangkan kata *nur* memiliki cahaya yang tidak terlalu besar dan juga tidak menghasilkan kehangatan. Berdasarkan penjelasan tersebut dapat dijelaskan bahwa sinar matahari berasal dari dirinya sendiri dan cahaya bulan merupakan pantulan (Shihab, 2006).

Ayat tersebut menunjukkan bahwa cahaya matahari yang sangat melimpah memiliki banyak manfaat yang sangat besar bagi kehidupan. Dalam sains matahari disebut sebagai bintang karena dapat memancarkan cahayanya sendiri. Sehingga matahari berperan sebagai sumber cahaya dengan energinya yang besar dan melimpah. Sedangkan dalam al-Qur’an matahari ini dideskripsikan sebagai *siraj* dan *dhiya*’ yang memiliki sama-sama menjelaskan bahwa sumber energi matahari berasal dari dirinya sendiri dan sinar yang terpancar berfungsi sebagai penerang (Afida, dkk., 2019).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil dari penelitian yang telah diperoleh ini, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ dengan template surfaktan CTAB pada variasi suhu kalsinasi (400°C , 450°C , dan 500°C) yang dihasilkan ini memiliki fasa yang berbeda-beda. Pada suhu kalsinasi 450°C teridentifikasi memiliki fasa anatas dengan *space group* $I4_1/amd$.
2. Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ dengan penambahan variasi template surfaktan CTAB, SDS, dan PEG pada suhu kalsinasi 450°C teridentifikasi memiliki fasa anatas murni dengan *space group* $I4_1/amd$.
3. Berdasarkan data XRD menunjukkan bahwa fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ dengan penambahan variasi template surfaktan pada suhu kalsinasi 450°C menghasilkan ukuran kristal yang berbeda. Ukuran kristal yang dihasilkan pada $\text{TiO}_2\text{-V}$ tanpa surfaktan, $\text{TiO}_2\text{-V}$ CTAB, $\text{TiO}_2\text{-V}$ SDS, dan $\text{TiO}_2\text{-V}$ PEG secara berturut-turut yaitu sebesar 24,324 nm; 81,076 nm; 48,640 nm; dan 12,927 nm.
4. Adanya penambahan surfaktan menyebabkan perubahan intensitas dan pergeseran spektra yang tidak begitu signifikan. Namun, pada $\text{TiO}_2\text{-V}$ PEG masih terdapat gugus C-O dan CH_2 yang menunjukkan bahwa surfaktan PEG tidak terkalsinasi sempurna pada suhu 450°C selama 2 jam.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan analisis menggunakan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan kelimpahan komposisi unsur.
2. Perlu dilakukan analisis adsorpsi-desorpsi N_2 untuk mengetahui ukuran pori dan luas permukaan spesifik pada material.



DAFTAR PUSTAKA

- Aini, N., dan Ningsih, R., 2018. Synthesis of Vanadium (III) Doped Anatase TiO₂ by Solid State Reaction Method. *ALCHEMY* 5, 26.
- Aini, N., Ningsih, R., Maulina, D., Lami', F.F., dan Chasanah, S.N., 2018. Visible Light Driven Photocatalyst of Vanadium (V³⁺) Doped TiO₂ Synthesized Using Sonochemical Method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 333, 012020.
- Akpan, U.G., dan Hameed, B.H., 2009. Parameters Affecting The Photocatalytic Degradation of Dyes Using TiO₂ Based Photocatalysts: A review. *Journal of Hazardous Materials* 170, 520–529.
- Aliah, H., Nurashah, A.E., Karlina, Y., Arutanti, O., Sustini, E., dan Budiman, M., 2012. Optimasi Durasi Pelapisan Katalis TiO₂ pada Permukaan Polimer Polipropilena serta Aplikasinya dalam Fotodegradasi Larutan Metilen Biru 4.
- Al-Mahally, I.J. 1990. *Tafsir Jalalain berikut Asbab An-nujumnya, Jilid I*. Bandung: Sinar Baru.
- Byranvand, M Malekshahi, A Nemati Kharat, L Fatholahi, dan Z Malekshahi Beiranvand. 2013. "A Review on Synthesis of Nano-TiO₂ Via Different Methods," 9.
- Bu, S., Jin, Z., Liu, X., Yang, L., dan Cheng, Z., 2004. Fabrication of TiO₂ Porous Thin Films Using PEG Templates and Chemistry of The Process. *Materials Chemistry and Physics* 88, 273–279.
- Bu, S.J., Jin, Z.G., Liu, X.X., Yang, L.R., dan Cheng, Z.J., 2005. Synthesis of TiO₂ Porous Thin Films by Polyethylene Glycol Templating and Chemistry of The Process. *Journal of the European Ceramic Society* 25, 673–679.
- Chen, Ke, Jingyi Li, Jie Li, Yumin Zhang, dan Wenxi Wang, 2010. Synthesis and characterization of TiO₂–montmorillonites doped with vanadium and/or carbon and their application for the photodegradation of sulphorhodamine B under UV–vis irradiation. *Journal Colloid and Surface A: Physicochem. Eng. Aspects* 360, 47–56.
- Cui, X., Mao, S., Liu, M., Yuan, H., dan Du, Y., 2008. Mechanism of Surfactant Micelle Formation. *Langmuir* 24, 10771–10775.
- Das, P.K., Mallik, A.K., Ganguly, R., dan Santra, A.K., 2018. Stability and Thermophysical Measurements of TiO₂ (Anatase) Nanofluids With Different Surfactants. *Journal of Molecular Liquids* 254, 98–107.

- Das, P.K., Mallik, A.K., Ganguly, R., dan Santra, A.K., 2016. Synthesis And Characterization Of TiO₂-water Nanofluids With Different Surfactants. *International Communications in Heat and Mass Transfer* 75, 341–348.
- Eddy, D.R., Dwiyantri, D., Rahayu, I., Hastiawan, I., dan Bahti, H.H., 2017. Synthesis of Gadolinium Doped Titanium(IV) Oxide and Their Photocatalytic Activity to Decrease Chemical Oxygen Demand (COD) Value of Water Pollutants. Presented at the mathematics, science, and computer science education (msceis 2016): Proceedings of the 3rd International Seminar on Mathematics, Science, and Computer Science Education, Bandung, Indonesia, p. 030003.
- Fahyuan, H.D., dan Dahlan, D., -, A., 2013. Pengaruh Konsentrasi CTAB dalam Sintesis Nanopartikel TiO₂ untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol Gel. *Jurnal Ilmu Fisika | Universitas Andalas* 5, 16–23.
- Fernández, I.E., dan Rodríguez- Páez, J.E., 2019. Wet-Chemical Preparation of TiO₂-Nanostructures Using Different Solvents: Effect of CTAB Concentration and Tentative Mechanism of Particle Formation. *Journal of Alloys and Compounds* 780, 756–771.
- Gaya, U.I., dan Abdullah, A.H., 2008. Heterogeneous Photocatalytic Degradation of Organic Contaminants Over Titanium Dioxide: A review of fundamentals, progress and problems. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 9, 1–12.
- Ginting, S.Br., Arya Perdana, G., Darmansyah, D., Agustina Iryani, D., Wardono, H., 2019. Pengaruh Waktu Aging pada Sintesis Zeolit Linde Type-A (LTA) dari Zeolit Alam Lampung (ZAL) dengan Metode Step Change Temperature of Hydrothermal. *J. Rekayasa Kimia Lingkungan* 14, 1–11.
- Guo, W., Sun, Y.W., Luo, G.S., Wang, Y.J., 2005. Interaction of PEG with ionic surfactant SDS to form template for mesoporous material. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 252, 71–77.
- Hak, C.R.C., Fatanah, D.N.E., Abdullah, Y., dan Sulaiman, M.Y.M., 2018. The Effect of Surfactants on The Stability of TiO₂ Aqueous Suspension. *International Journal of Current Research in Science, Engineering & Technology* 1, 172.
- Hu, Xiaohong, Qi Zhu, Zhibin Gu, Nan Zhang, Na Liu, Mishma S. Stanislaus, Dawei Li, dan Yingnan Yang. 2017. “Wastewater Treatment by Sonophotocatalysis Using PEG Modified TiO₂ Film in a Circular Photocatalytic-Ultrasonic System.” *Ultrasonics Sonochemistry* 36 (May): 301–8.

- Ito, Y., Hasuda, H., Sakuragi, M., dan Tsuzuki, S., 2007. Surface Modification of Plastic, Glass and Titanium by Photoimmobilization of Polyethylene Glycol for Antibiofouling. *Acta Biomaterialia* 3, 1024–1032.
- Ivanova, T., Harizanova, A., Surtchev, M., 2002. Formation and investigation of sol-gel TiO₂-V₂O₅ system. *Materials Letters* 55, 327–333.
- Jiao, J., Xu, Q., dan Li, L., 2007. Porous TiO₂/SiO₂ Composite Prepared using PEG as Template Direction Reagent With Assistance of Supercritical CO₂. *Journal of Colloid and Interface Science* 316, 596–603.
- Kurniawan, S., dan Rilda, Y., n.d. 2013. Efek Penambahan Surfaktan CTAB pada Sintesis Senyawa ZnO/Kitosan dan Karakterisasinya 6.
- Leena, M., dan Srinivasan, S., 2015. Synthesis and Ultrasonic Investigations of Titanium Oxide Nanofluids. *Journal of Molecular Liquids* 206, 103–109.
- Li, H., dan Tripp, C.P., 2004. Use of Infrared Bands of the Surfactant Headgroup to Identify Mixed Surfactant Structures Adsorbed on Titania. *The Journal of Physical Chemistry B* 108, 18318–18326.
- Liu, B., Wang, X., Cai, G., Wen, L., Song, Y., dan Zhao, X., 2009. Low Temperature Fabrication of V-Doped TiO₂ Nanoparticles, Structure and Photocatalytic Studies. *Journal of Hazardous Materials* 169, 1112–1118.
- Livage, J., Sanchez, C., 1992. Sol-gel chemistry. *Journal of Non-Crystalline Solids* 145, 11–19.
- Lu, D., Zhao, B., Fang, P., Zhai, S., Li, D., Chen, Z., Wu, W., Chai, W., Wu, Y., dan Qi, N., 2015. Facile One-Pot Fabrication and High Photocatalytic Performance of Vanadium Doped TiO₂ -Based Nanosheets for Visible-Light-Driven Degradation of RhB or Cr(VI). *Applied Surface Science* 359, 435–448.
- Ma, Y., Zhang, C., Hou, C., Zhang, Hao, Zhang, Hepeng, Zhang, Q., dan Guo, Z., 2017. Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Micellar Templates Directed Synthesis of Water-Dispersible Polyaniline Rhombic Plates With Excellent Processability and Flow-Induced Color Variation. *Polymer* 117, 30–36.
- Maleki, A., Zhu, K., Pamies, R., Schmidt, R.R., Kjøniksen, A.-L., Karlsson, G., Hernández Cifre, J.G., García de la Torre, J., dan Nyström, B., 2011. Effect of Polyethylene Glycol (PEG) Length on The Association Properties of Temperature-Sensitive Amphiphilic Triblock Copolymers (PNIPAAm-b-PEGn-b-PNIPAAm) in Aqueous Solution. *Soft Matter* 7, 8111.
- Marlina, Emy. 2016. Improved Titanium Dioxide Promoted Photocatalyst for Degradation of Pollutant in Water. *Philosophy*. University Malaya Kuala Lumpur. Malaysia.

- Mishra, A., Mehta, A., dan Basu, S., 2018. Clay Supported TiO₂ Nanoparticles for Photocatalytic Degradation of Environmental Pollutants: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 6, 6088–6107.
- Milanovic, M., Nikolic, L., 2014. Modification of TiO₂ nanoparticles through lanthanum doping and peg templating. *PAC* 8, 195–202.
- Mitra, A., Bhaumik, A., Paul, B.K., 2008. Synthesis and characterization of mesoporous titanium dioxide using self-assembly of sodium dodecyl sulfate and benzyl alcohol systems as templates. *Microporous and Mesoporous Materials* 109, 66–72.
- Mohamed, M.M., Al-Esaimi, M.M., 2006. Characterization, adsorption and photocatalytic activity of vanadium-doped TiO₂ and sulfated TiO₂ (rutile) catalysts: Degradation of methylene blue dye. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* 255, 53–61.
- M’Pandou, A., dan Siffert, B., n.d. Polyethyleneglycol Adsorption at The TiO₂-H₂O Interface: Distortion of Ionic Structure and Shear Plane Position 14.
- Mustofa, K., Aini, N., dan Khalifah, S.N., 2015. Synthesis and Characterization Titanium Dioxide (TiO₂) Doped Vanadium(V) Using Solid State Method. *ALCHEMY* 4.
- Nafi, Maula, dan Susanti, D. 2013. Aplikasi Semikonduktor TiO₂ dengan Variasi Temperatur dan Waktu Tahan Kalsinasi sebagai *Dye Sensitized Solar Cell* (DSSC) dengan Dye dari Ekstrak Buah Terung Belanda (*Solanum Betaceum*). Fakultas Teknologi Industri. ITS. Vol. 2, No.1.
- Padmini, E., Miranda, L.R., 2013. Nanocatalyst from sol–sol doping of TiO₂ with Vanadium and Cerium and its application for 3,4 Dichloroaniline degradation using visible light. *Chemical Engineering Journal* 232, 249–258.
- Pandey, A., Pathak, V.V., Kothari, R., Black, P.N., dan Tyagi, V.V., 2019. Experimental Studies on Zeta Potential of Flocculants for Harvesting of Algae. *Journal of Environmental Management* 231, 562–569.
- Patel, V., Dharaiya, N., Ray, D., Aswal, V.K., Bahadur, P., 2014. pH controlled size/shape in CTAB micelles with solubilized polar additives: A viscometry, scattering and spectral evaluation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 455, 67–75.
- Puma, G. L., Bono, A., Krishnaiah, D., dan Collin, J. G. 2008. Preparation of Titanium Dioxide Photocatalyst Loaded onto Activated Carbon Support Using Chemical Vapor Deposition: Review Paper. *Journal of Hazardous Materials*. 157: 209 – 219.

- Qu, Y., Wang, W., Jing, L., Song, S., Shi, X., Xue, L., Fu, H., 2010. Surface modification of nanocrystalline anatase with CTAB in the acidic condition and its effects on photocatalytic activity and preferential growth of TiO₂. *Applied Surface Science* 257, 151–156.
- Rahim, S., Sasani Ghamsari, M., Radiman, S., 2012. Surface modification of titanium oxide nanocrystals with PEG. *Scientia Iranica* 19, 948–953.
- Reddy, C.V., Babu, B., Vattikuti, S.V.P., Ravikumar, R.V.S.S.N., dan Shim, J., 2016. Structural and Optical Properties of Vanadium Doped SnO₂ Nanoparticles With High Photocatalytic Activities. *Journal of Luminescence* 179, 26–34.
- Sanchez, C., Livage, J., Henry, M., Babonneau, F., 1988. Chemical modification of alkoxide precursors. *Journal of Non-Crystalline Solids* 100, 65–76.
- Shao, G.N., Jeon, S.-J., Haider, M.S., Abbass, N., dan Kim, H.T., 2016. Investigation of The Influence of Vanadium, Iron and Nickel Dopants on The Morphology, and Crystal Structure and Photocatalytic Properties of Titanium Dioxide Based Nanopowders. *Journal of Colloid and Interface Science* 474, 179–189.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sucahya, T.N., Permatasari, N., dan Nandiyanto, A.B.D., 2016. Review: Fotokatalis untuk Pengolahan Limbah Cair 6, 15.
- Sun, B., Zhou, G., Shao, C., Jiang, B., Pang, J., Zhang, Y., 2014. Spherical mesoporous TiO₂ fabricated by sodium dodecyl sulfate-assisted hydrothermal treatment and its photocatalytic decomposition of papermaking wastewater. *Powder Technology* 256, 118–125.
- Teh, C.Y., Wu, T.Y., dan Juan, J.C., 2017. An Application of Ultrasound Technology in Synthesis of Titania-Based Photocatalyst for Degrading Pollutant. *Chemical Engineering Journal* 317, 586–612.
- Varadharajan, R., 2017. Diverse Nano Dimension of SDS, PEG and CTAB Roofed MgO Nano Powder Synthesized by Co-precipitation Method. *JNS* 7.
- Wang, Tong, Dongya Shen, Tao Xu, dan Ruiling Jiang. 2017. “Photocatalytic Degradation Properties of V-Doped TiO₂ to Automobile Exhaust.” *Science of The Total Environment* 586 (May): 347–54.
- Wei, C., Xu, Z., Han, F., Xu, W., Gu, J., Ou, M., Xu, X., 2018. Preparation and characterization of poly(acrylic acid-co-acrylamide)/montmorillonite

composite and its application for methylene blue adsorption. *Colloid Polym Sci* 296, 653–667

Zhang, H., Yuan, S., Sun, J., Liu, J., Li, H., Du, N., dan Hou, W., 2017. Molecular Dynamics Simulation of Sodium Dodecylsulfate (SDS) Bilayers. *Journal of Colloid and Interface Science* 506, 227–235.

Zong, X., dan Wang, L., 2014. Ion-Exchangeable Semiconductor Materials for Visible Light-Induced Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 18, 32–49.



Lampiran 1

Perhitungan

1. Perhitungan berat prekursor yang digunakan

(TTIP dan $V(\text{acac})_3$)

Diketahui :

Mr TTIP	: 284,22 g/mol
ρ TTIP	: 0,967 g/cm ³
Target Sintesis	: 2,717 g
Mr $V(\text{acac})_3$: 348,2388 g/mol
Mr CTAB	: 364,5 g/mol
Mr SDS	: 288,38 g/mol
Mr PEG	: 62 g/mol

2. Menghitung berat prekursor TTIP dan $V(\text{acac})_3$ untuk sintesis $\text{Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2$

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

$$\begin{aligned} \text{Massa TTIP} &= \text{Volume TTIP} \times \rho \\ &= 5 \text{ mL} \times 0,967 \text{ g/cm}^3 \\ &= 4,835 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa target} &= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr TTIP}} \times \frac{\text{Mr Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2}{0,997 \times \text{Ar Ti}} \times \text{massa TTIP} \\ &= \frac{47,9}{284,22} \times \frac{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)}{0,997 \times 47,9} \times 4,835 \text{ g} \\ &= 1,3587 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{massa } V(\text{acac})_3 &= \frac{0,003 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr } V(\text{acac})_3}{\text{Ar V}} \times 2,717 \text{ g} \\ &= \frac{0,003 \times 50,94}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{348,2388}{50,94} \times 1,3587 \text{ g} \\ &= 0,0177 \text{ g} \end{aligned}$$

3. Pembuatan larutan surfaktan pada konsentrasi CMC 0,92 mM CTAB; 8,4 mM SDS; dan 9,4 mM SDS

Pembuatan larutan CTAB 0,92 mM ($0,92 \times 10^{-3}$ M) dalam 50 mL

$$\text{Mol CTAB} = M \times V$$

$$\text{Mol CTAB} = 0,92 \times 10^{-3} \text{ M} \times 0,02 \text{ L}$$

$$\text{Mol CTAB} = 0,0184 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Massa CTAB} = 0,0184 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 364,5 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa CTAB} = 0,0067 \text{ g}$$

Pembuatan larutan SDS 8,4 mM ($8,4 \times 10^{-3}$ M) dalam 50 mL

$$\text{Mol SDS} = M \times V$$

$$\text{Mol SDS} = 8,4 \times 10^{-3} \text{ M} \times 0,02 \text{ L}$$
$$\text{Mol SDS} = 0,168 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

$$\text{Massa SDS} = 0,168 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 288,38 \text{ g/mol}$$
$$\text{Massa SDS} = 0,0484 \text{ g}$$

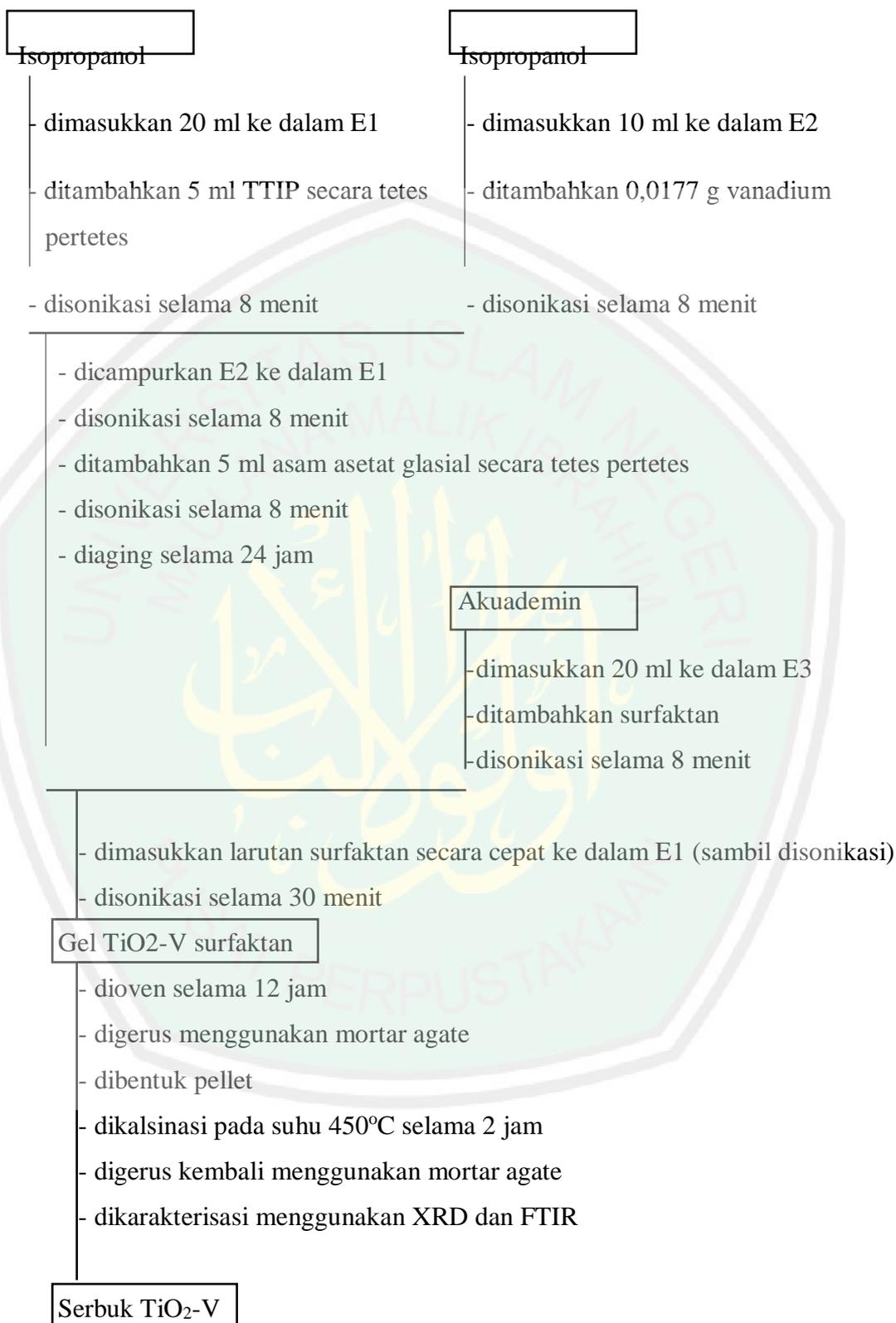
Pembuatan larutan PEG400 9,4 mM ($9,4 \times 10^{-3}$ M) dalam 50 mL

$$\text{Mol PEG} = \text{M} \times \text{V}$$
$$\text{Mol PEG} = 9,4 \times 10^{-3} \text{ M} \times 0,02 \text{ L}$$
$$\text{Mol PEG} = 0,188 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

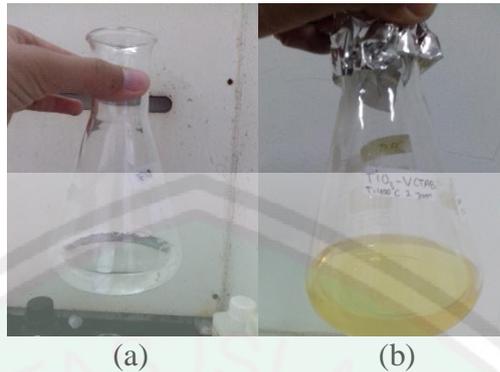
$$\text{Massa PEG} = 0,188 \times 10^{-3} \text{ mol} \times 17618 \text{ g/mol}$$
$$\text{Massa PEG} = 3,312 \text{ g}$$



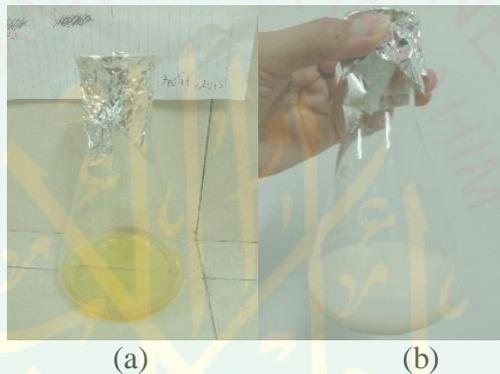
Lampiran 2. Diagram Alir



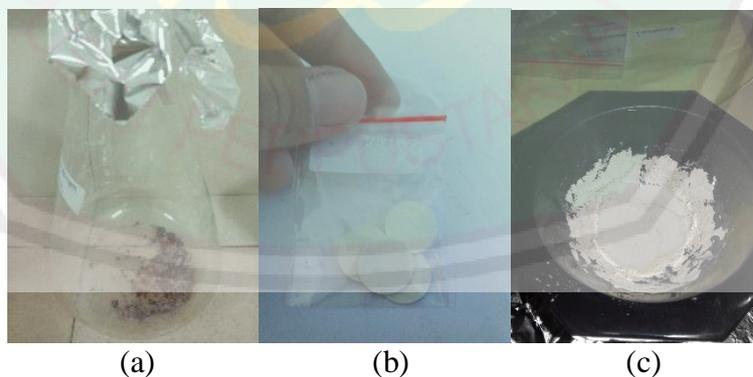
Lampiran 3. Dokumentasi



Gambar L.3.1 Proses pencampuran (a) isopropanol dan TTIP, (b) isopropanol, TTIP, vanadium, dan asam asetat glasial (sebelum diaging)



Gambar L.3.2 Proses sintesis (a) setelah aging 24 jam sebelum ditambahkan dengan larutan surfaktan, (b) hasil gel setelah aging dengan penambahan surfaktan dan sonikasi selama 30 menit.



Gambar L.3.3 Proses sintesis (a) setelah oven suhu 100°C, (b) hasil pellet padatan, (c) hasil gerusan padatan setelah kalsinasi.

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institusi Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya dan di laboratorium Mineral dan Material Maju Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang (UM). Spesifikasi instrument XRD yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L.4.1 (ITS) dan Tabel L.4.2 (UM)

Tabel L.4.1 Spesifikasi instrument XRD di jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institusi Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya

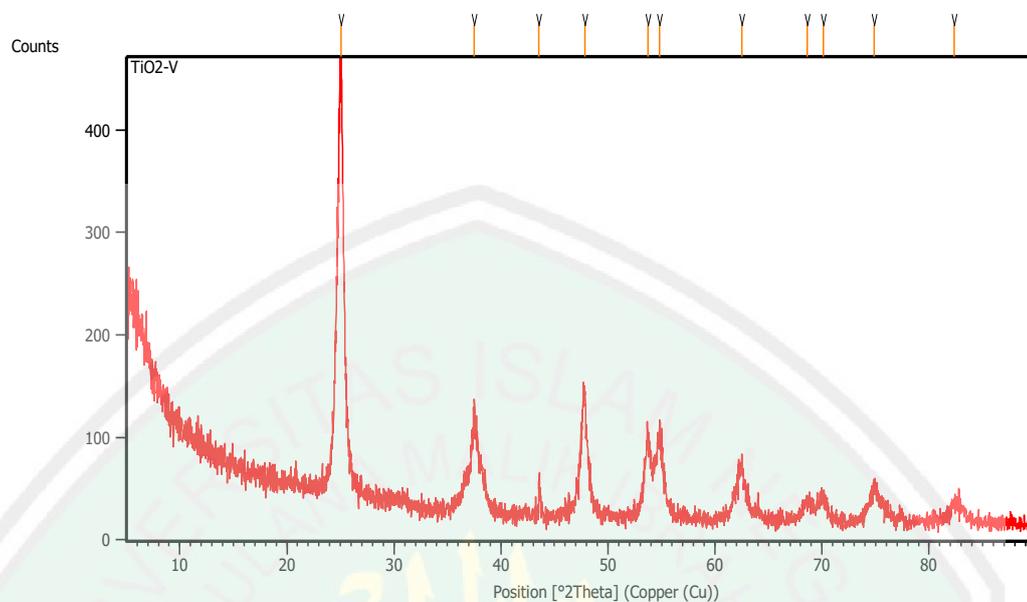
Spesifikasi	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	XPert MPD
Diffractionmeter Number	1
Start Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	5.0084
End Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	89.9744
Sampel	TiO ₂ -V tanpa surfaktan suhu 500°C, TiO ₂ -V CTAB suhu (500°C, 450°C, dan 400°C), TiO ₂ -V tanpa surfaktan (450°C), TiO ₂ -V CTAB (450°C), dan TiO ₂ -V SDS (450°C)

Tabel L.4.2 Spesifikasi instrument XRD di laboratorium Mineral dan Material Maju Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang (UM)

Spesifikasi	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [\AA]	1.54060
K-Alpha2 [\AA]	1.54443
K-Beta [\AA]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	35 mA, 40 kV
Diffractionmeter Type	0000000011063758
Diffractionmeter Number	0
Start Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	10.0100
End Position [$^{\circ}2\text{Th.}$]	89.9900
Sampel	TiO ₂ -V PEG (450°C)

L.4.1 Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

1. TiO₂-V tanpa surfaktan suhu 500°C

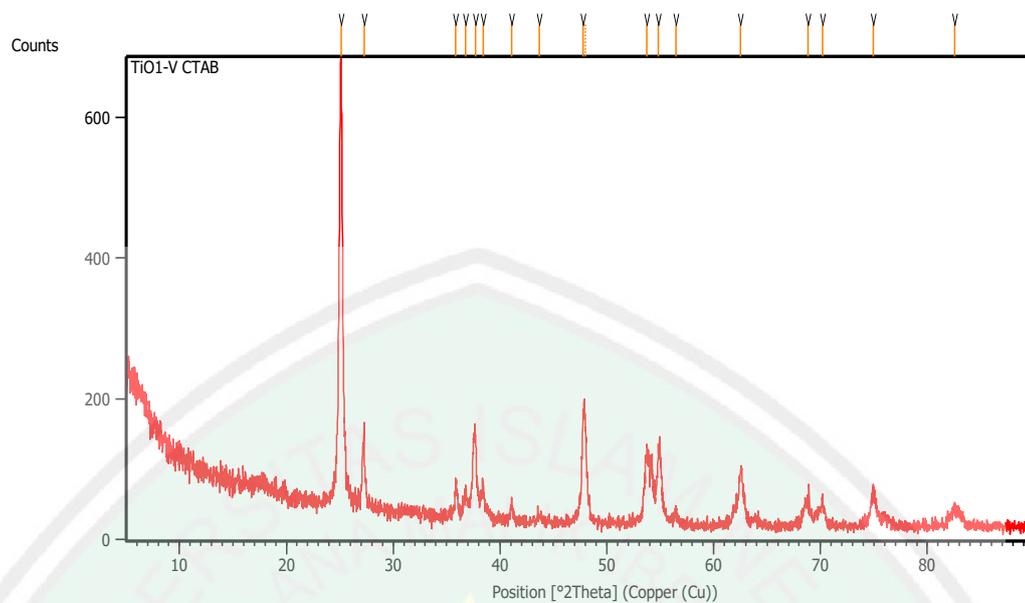


Gambar L.4.1 Difraktogram TiO₂-V tanpa surfaktan suhu 500°C

Tabel L.4.3 Data XRD TiO₂-V tanpa surfaktan suhu 500°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0381	392.64	0.2676	3.55658	100.00
37.5040	81.40	0.4684	2.39814	20.73
43.5519	32.72	0.0836	2.07812	8.33
47.8472	115.11	0.2342	1.90112	29.32
53.7079	79.67	0.6022	1.70668	20.29
54.7868	80.33	0.3346	1.67559	20.46
62.4786	48.13	0.2676	1.48653	12.26
68.5821	18.02	0.6691	1.36837	4.59
70.1369	22.05	0.6691	1.34180	5.62
74.8787	29.14	0.5353	1.26815	7.42
82.3483	17.31	0.8029	1.17101	4.41

2. TiO₂-V CTAB suhu 500°C

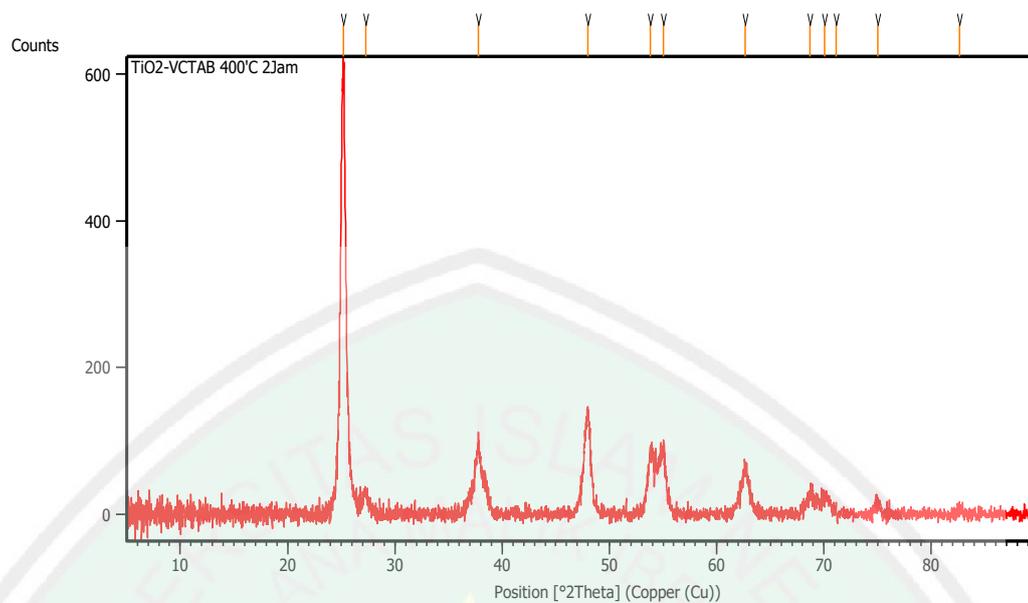


Gambar L.4.2 Difraktogram TiO₂-V CTAB suhu 500°C

Tabel L.4.4 Data XRD TiO₂-V CTAB suhu 500°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0994	636.10	0.0836	3.54802	100.00
27.2672	122.10	0.0502	3.27068	19.19
35.8711	48.66	0.2007	2.50347	7.65
36.7442	36.62	0.3346	2.44597	5.76
37.6863	114.83	0.3011	2.38696	18.05
38.3977	47.36	0.2007	2.34436	7.45
41.0890	23.64	0.2007	2.19681	3.72
43.6745	7.86	0.8029	2.07257	1.24
47.8048	155.40	0.2856	1.90113	24.43
48.0119	129.99	0.1632	1.89812	20.43
53.7067	97.91	0.4080	1.70530	15.39
54.8470	103.74	0.3672	1.67251	16.31
56.4697	19.51	0.3264	1.62824	3.07
62.5386	74.46	0.3264	1.48402	11.71
68.8375	33.49	0.5712	1.36279	5.27
70.2236	29.84	0.4896	1.33925	4.69
74.9117	46.25	0.4896	1.26663	7.27
82.5762	22.72	1.1424	1.16739	3.57

3. TiO₂-V CTAB suhu 450°C

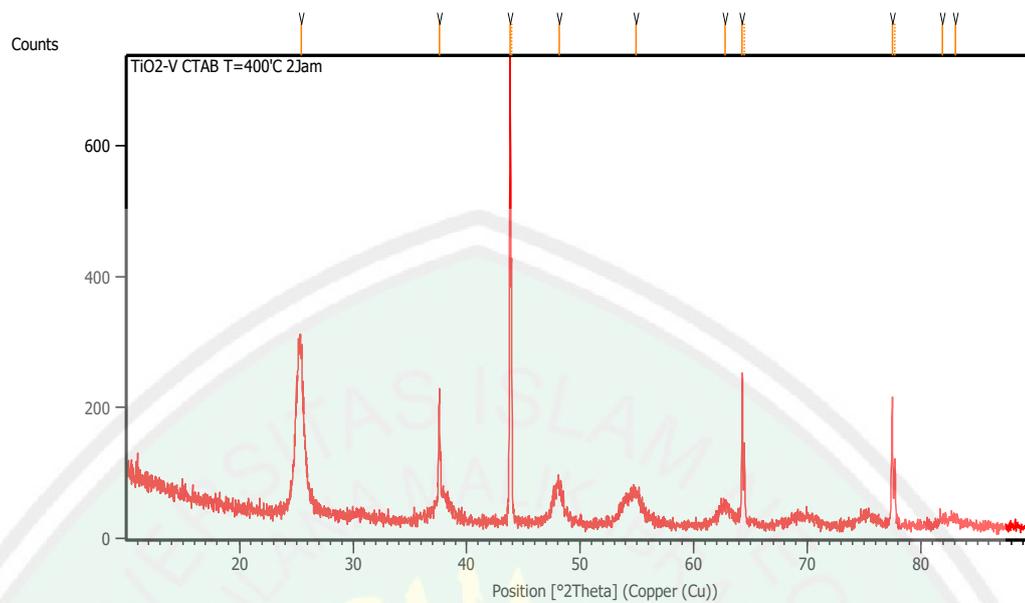


Gambar L.4.3 Difraktogram TiO₂-V CTAB suhu 450°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2409	598.03	0.4015	3.52845	100.00
27.2881	28.74	0.3346	3.26821	4.81
37.8021	92.72	0.4684	2.37992	15.51
48.0099	144.00	0.2342	1.89505	24.08
53.8197	83.67	0.4015	1.70340	13.99
55.0272	92.24	0.4684	1.66884	15.42
62.6653	60.66	0.4015	1.48255	10.14
68.6813	24.44	0.4015	1.36664	4.09
70.0703	22.86	0.5353	1.34291	3.82
71.1304	10.95	0.1004	1.32548	1.83
74.9878	30.33	0.8029	1.26658	5.07
82.6405	17.85	0.8029	1.16761	2.98

Tabel L.4.5 Data XRD TiO₂-V CTAB suhu 450°C

4. TiO₂-V CTAB suhu 400°C

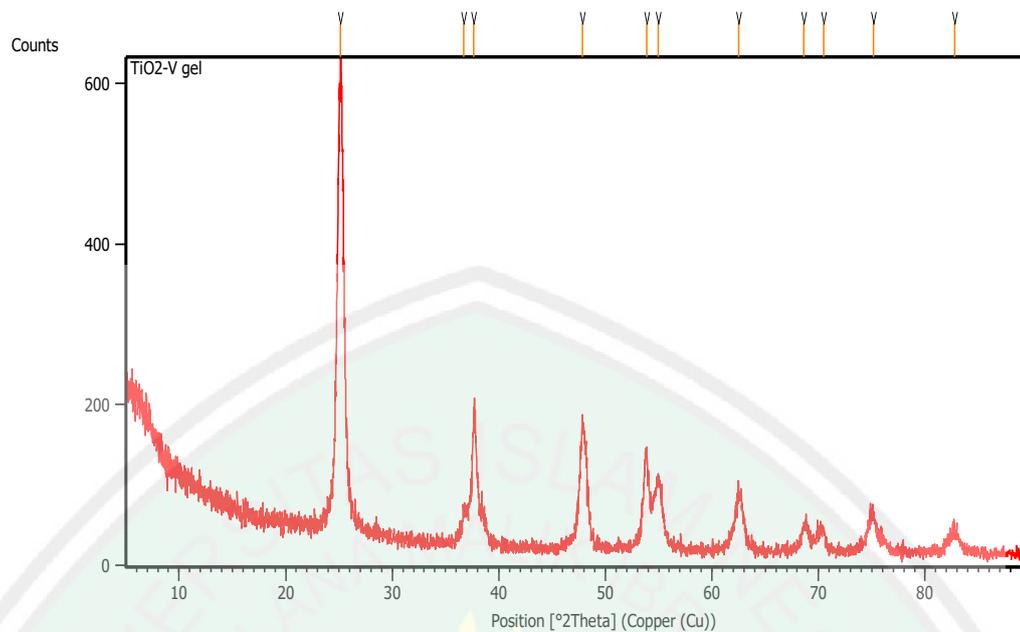


Gambar L.4.4 Difraktogram TiO₂-V CTAB suhu 400°C

Tabel L.4.6 Data XRD TiO₂-V CTAB suhu 400°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4178	242.46	0.2007	3.50430	33.68
37.5775	169.90	0.0836	2.39362	23.60
43.8308	719.93	0.0816	2.06383	100.00
43.9590	353.06	0.0612	2.06323	49.04
48.1687	53.58	0.9792	1.88761	7.44
54.9549	34.90	1.1424	1.66948	4.85
62.7735	28.64	1.1424	1.47903	3.98
64.2811	231.35	0.1020	1.44794	32.13
64.4762	125.45	0.0816	1.44761	17.43
77.4906	195.94	0.1224	1.23079	27.22
77.7216	98.64	0.1224	1.23075	13.70
81.8893	11.29	0.9792	1.17544	1.57
83.0693	11.00	0.8160	1.16171	1.53

5. TiO₂-V suhu 450°C

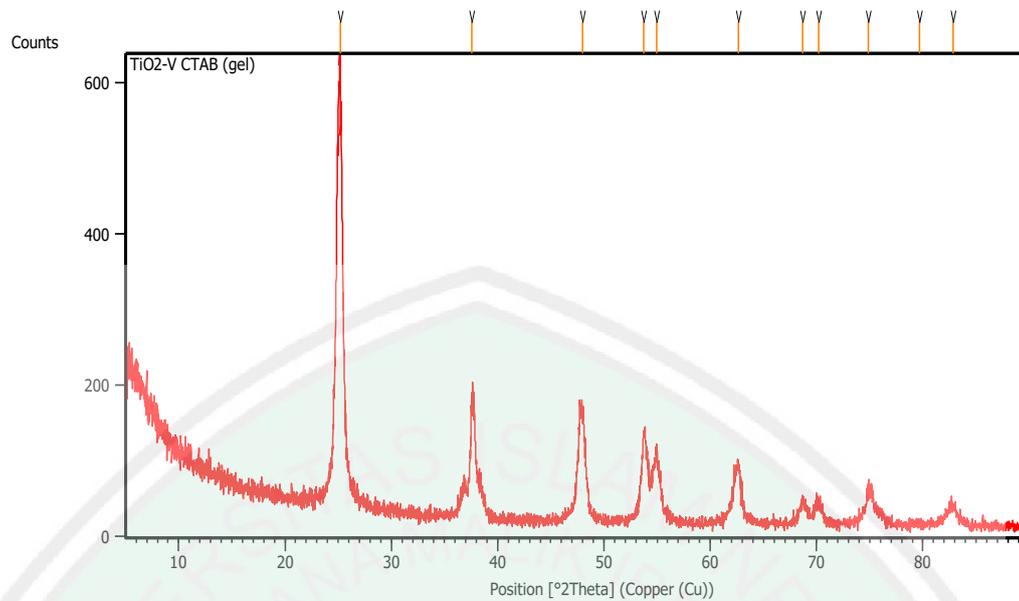


Gambar L.4.5 Difraktogram TiO₂-V suhu 450°C

Tabel L.4.7 Data XRD TiO₂-V suhu 450°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0994	537.79	0.3346	3.54803	100.00
36.7304	35.75	0.2007	2.44686	6.65
37.6546	155.28	0.2342	2.38890	28.87
47.8680	148.89	0.6022	1.90034	27.69
53.8556	118.62	0.2676	1.70235	22.06
54.9686	80.91	0.3346	1.67048	15.04
62.4730	79.12	0.1004	1.48666	14.71
68.5835	29.48	0.5353	1.36835	5.48
70.4707	27.06	0.4015	1.33626	5.03
75.1786	38.69	0.6022	1.26384	7.19
82.8019	24.58	0.8029	1.16575	4.57

6. TiO₂-V CTAB suhu 450°C

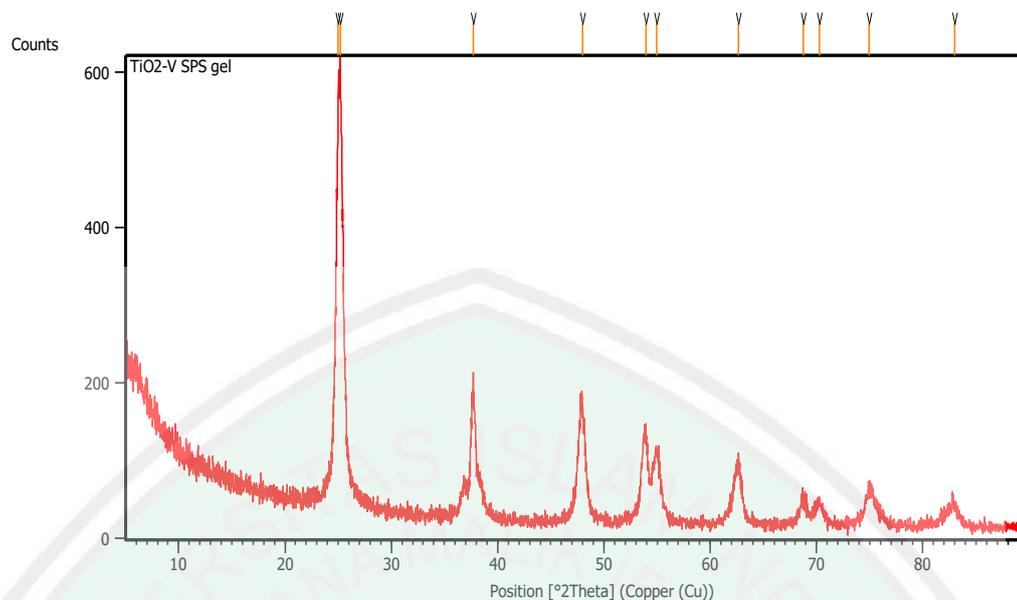


Gambar L.4.6 Difraktogram TiO₂-V CTAB suhu 450°C

Tabel L.4.8 Data XRD TiO₂-V CTAB suhu 450°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.1833	570.35	0.1004	3.53639	100.00
37.5822	145.69	0.2342	2.39333	25.54
47.9796	141.72	0.6691	1.89618	24.85
53.7321	111.79	0.2342	1.70597	19.60
54.9382	91.33	0.4015	1.67133	16.01
62.6611	71.78	0.7360	1.48264	12.59
68.6614	27.45	0.4015	1.36699	4.81
70.2013	25.91	0.6691	1.34073	4.54
74.8422	40.62	0.3346	1.26868	7.12
79.6543	2.05	0.8029	1.20370	0.36
82.8102	23.46	0.8029	1.16565	4.11

7. TiO₂-V SDS suhu 450°C

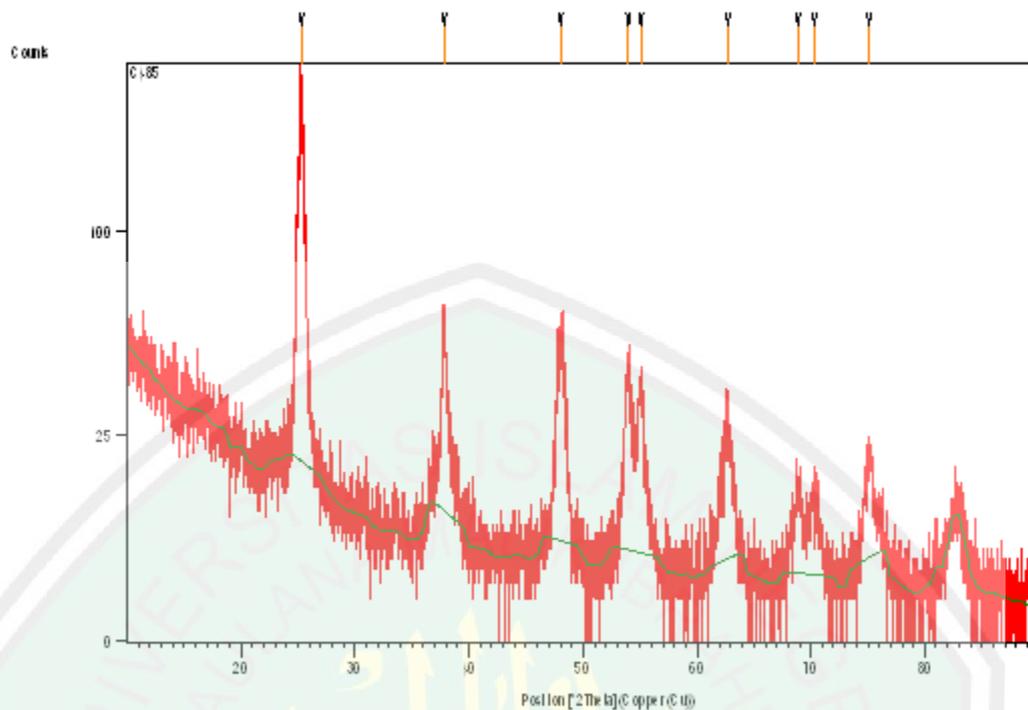


Gambar L.4.7 Difraktogram TiO₂-V SDS suhu 450°C

Tabel L.4.9 Data XRD TiO₂-V SDS suhu 450°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0220	519.15	0.1673	3.55882	96.40
25.2090	538.56	0.2342	3.53285	100.00
37.7272	160.90	0.2676	2.38447	29.88
47.9608	145.18	0.2676	1.89688	26.96
53.9310	111.09	0.6022	1.70014	20.63
54.9342	88.69	0.6022	1.67145	16.47
62.6220	69.81	0.7360	1.48348	12.96
68.7816	30.94	0.6691	1.36489	5.75
70.2337	27.95	0.8029	1.34019	5.19
74.9420	40.29	0.4684	1.26724	7.48

8. TiO₂-V PEG suhu 450°C



Gambar L.4.8 Difraktogram TiO₂-V PEG suhu 450°C

Tabel L.4.10 Data XRD TiO₂-V PEG suhu 450°C

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2773	151.62	0.6298	3.52345	100.00
37.8419	49.93	0.3936	2.37750	32.93
48.0521	49.60	0.6298	1.89349	32.72
53.9653	38.48	0.4723	1.69915	25.38
55.0594	30.76	0.5510	1.66794	20.28
62.6799	24.40	0.4723	1.48224	16.09
68.8835	9.50	0.7872	1.36312	6.26
70.2609	8.78	0.7872	1.33973	5.79
75.0961	17.24	0.7680	1.26397	11.37

L.4.2 Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Debye-Scherrer

1. TiO₂-V

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,3346 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,0994}{2}\right)}$$

$$D = 24,32379 \text{ nm}$$

2. TiO₂-V CTAB

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,1004 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,1833}{2}\right)}$$

$$D = 81,07639 \text{ nm}$$

3. TiO₂-V SDS

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

$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{0,1673 \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,0220}{2}\right)}$$

$$D = 48,64028 \text{ nm}$$

4. TiO₂-V PEG

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

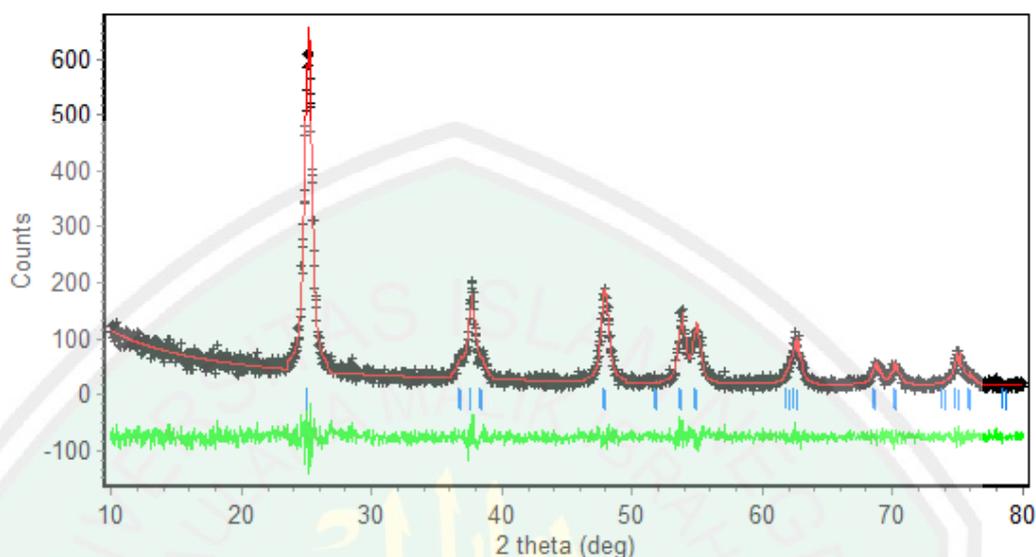
$$D = \frac{0,9 \times 1,54060}{\left(\frac{A \times 3,14}{180}\right) \cos\left(\frac{25,2773}{2}\right)}$$

$$D = 12,927 \text{ nm}$$

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

L.5.1 TiO₂-V tanpa surfaktan

A New refinement



Gambar L.5.1 Plot hasil *refinement* TiO₂-V tanpa surfaktan

```

CELL PARAMETERS = 3.911500 0.000000 0.000000
                 3.911500 0.000000 0.000000
                 9.830100 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.256 0.256 0.102 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME     = 150.398895 0.000000
SCALE * VOLUME  = 1.503989 0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -22.2204 0.000000
0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.661856 0.481364E-04
0.936905E-01
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.813999E-02 -0.225032E-05
0.360137E-02
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.432637E-04 0.213315E-07
0.337539E-04
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1311.65 -0.352429E-02
10.1737
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R          = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS  = 0.11829 0.00000 0.00299
0.00000 0.00000 0.00000

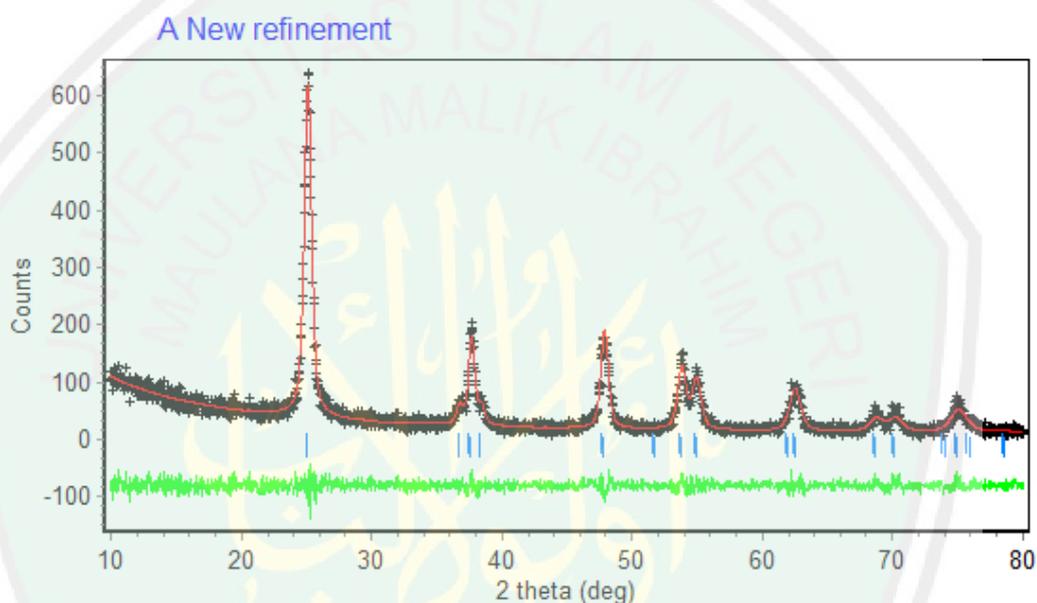
```

```

HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000
0.000000
      V = 0.009000 0.000000 0.000000
      W = 0.046000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.992841 0.000001 0.006160
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
| 12.42 | 10.35 | 0.1219E+00 |

```

L.5.2 TiO₂-V CTAB



Gambar L.5.2 Plot hasil *refinement* TiO₂-V CTAB

```

CELL PARAMETERS = 3.785600 0.000000 0.000000
3.785600 0.000000 0.000000
9.508679 0.000007 0.001597
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 136.266663 0.022883
SCALE * VOLUME = 1.362667 0.000229
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -8.94989 0.000000
0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.148560E-01 0.000000
0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.211507E-02 0.208837E-07
0.146114E-03

```

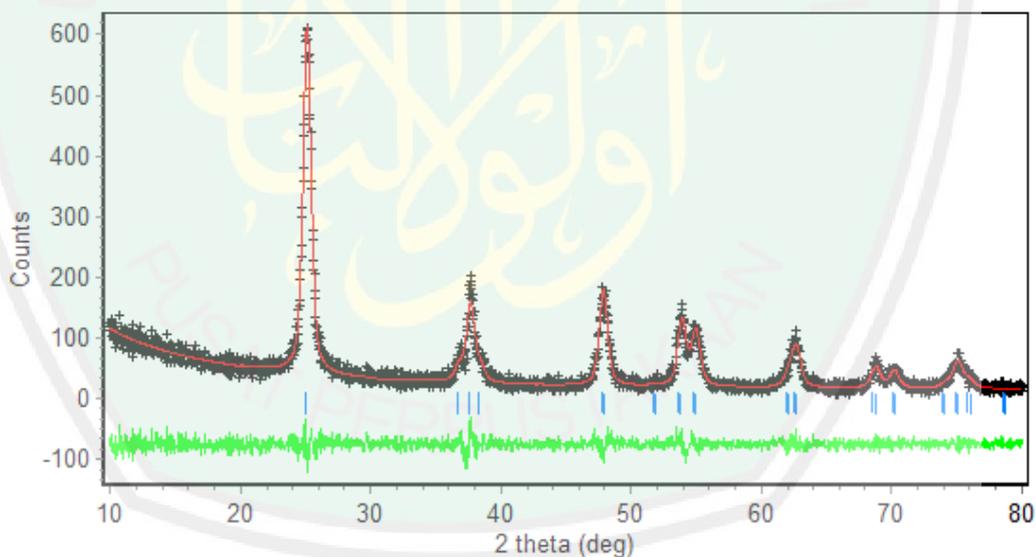
BACKGROUND PARAMETER B 3 = -0.992020E-05 0.000000
 0.000000
 BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1199.23 -0.588421E-04
 3.30367
 PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02180 0.00000 0.00000
 0.00000 0.00000 0.00000
 HALFWIDTH PARAMETERS U = 8.591268 0.000040
 0.082717
 V = -5.800000 0.000000 0.000000
 W = 1.300000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.673031 -0.000005 0.010706
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

| Rp | Rwp | GOF |

-----+
 | 11.78 | 9.60 | 0.1005E+00 |

L.5.3 TiO₂-V SDS

A New refinement



Gambar L.5.3 Plot hasil *refinement* TiO₂-V SDS

CELL PARAMETERS = 3.777414 -0.000001 0.000297
 3.777414 -0.000001 0.000297
 9.489942 0.000031 0.002281
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000

```

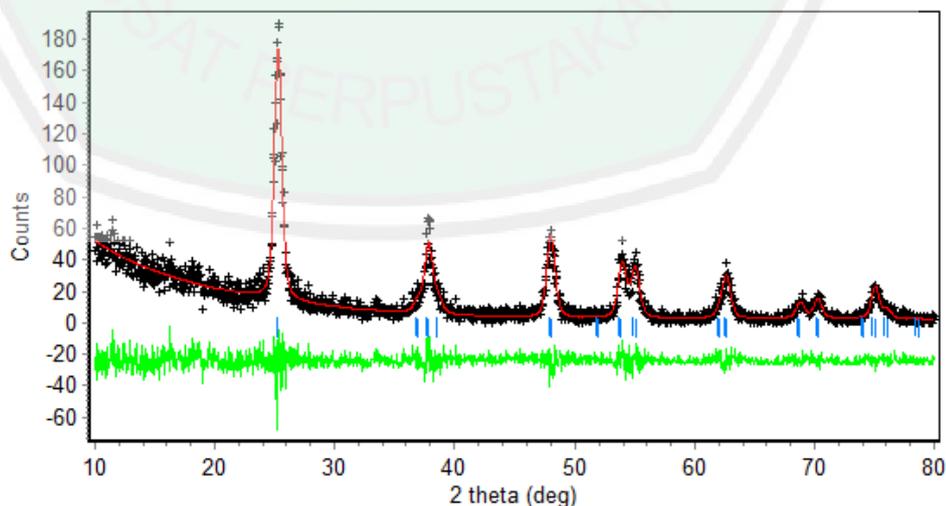
90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.265 0.265 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME = 135.410583 0.035854
SCALE * VOLUME = 1.354106 0.000359
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -0.706997 -0.271051E-02
12.3027
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.559420 0.188879E-03
0.653189
BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.142464E-01 -0.495287E-05
0.133694E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = -0.887677E-04 0.365806E-07
0.907493E-04
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1198.10 0.129957E-01
75.3877
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.385892 0.000234
0.147217
V = -0.005000 0.000000 0.000000
W = 0.498639 -0.000011 0.009738
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.640800 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

| Rp | Rwp | GOF |
+-----+
|11.53 | 10.04 | 0.1169E+00 |

```

L.5.4 TiO₂-V

A New refinement



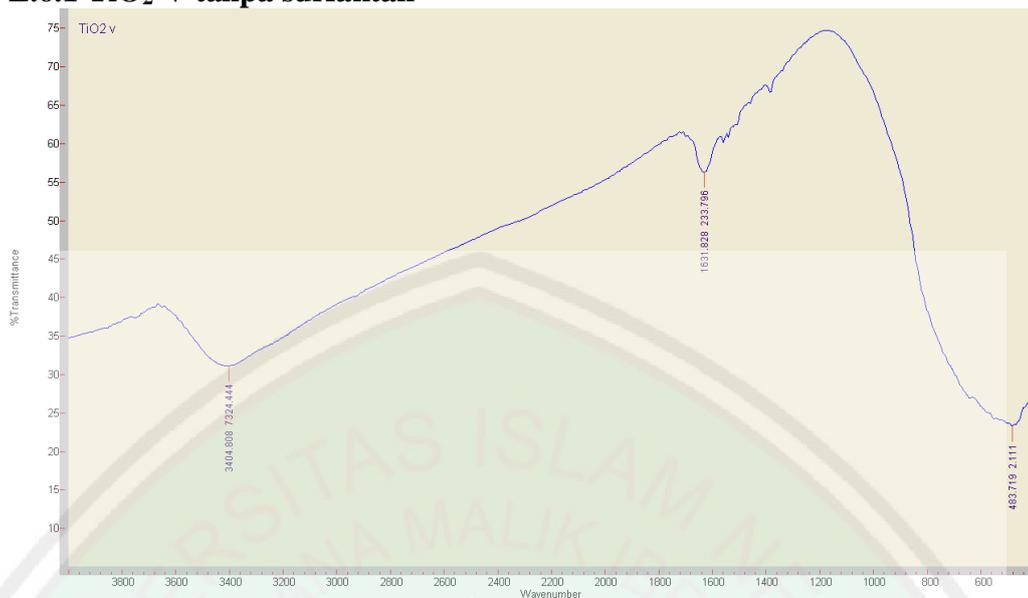
PEG

Gambar L.5.4 Plot hasil *refinement* TiO₂-V PEG

CELL PARAMETERS = 3.791900 0.000000 0.000000
 3.791900 0.000000 0.000000
 9.529346 0.000008 0.004729
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 137.017761 0.067993
 SCALE * VOLUME = 1.370178 0.000680
 BACKGROUND PARAMETER B 0 = 22.9017 0.000000
 0.000000
 BACKGROUND PARAMETER B 1 = -1.66190 0.000000
 0.000000
 BACKGROUND PARAMETER B 2 = 0.302740E-01 0.172259E-06
 0.102218E-03
 BACKGROUND PARAMETER B 3 = -0.169697E-03 0.000000
 0.000000
 BACKGROUND PARAMETER B 5 = 431.699 -0.668340E-03
 2.27106
 PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
 ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
 ASYMMETRY PARAMETERS = 0.10230 0.00000 0.00000
 0.00000 0.00000 0.00000
 HALFWIDTH PARAMETERS U = -2.231061 -0.002602
 0.265619
 V = 2.200000 0.000000 0.000000
 W = 0.129775 0.000131 0.019055
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.524600 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

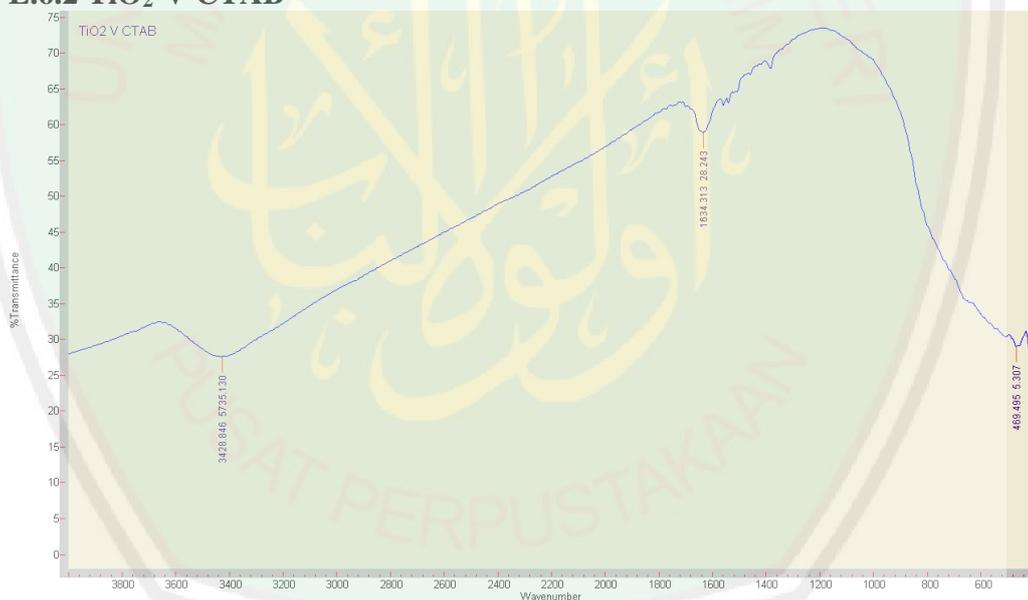
 | Rp | Rwp | GOF |
 +-----+
 |17.89 | 15.27 | 0.3930E-01|

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR
L.6.1 TiO₂-V tanpa surfaktan



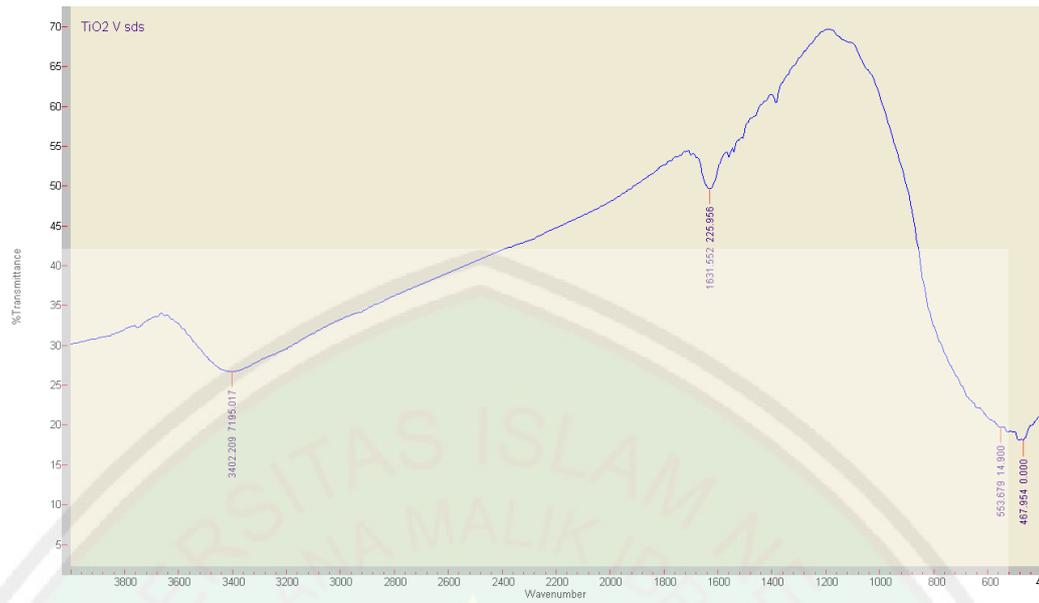
Gambar L.6.1 Spektrum IR TiO₂-V tanpa surfaktan

L.6.2 TiO₂-V CTAB



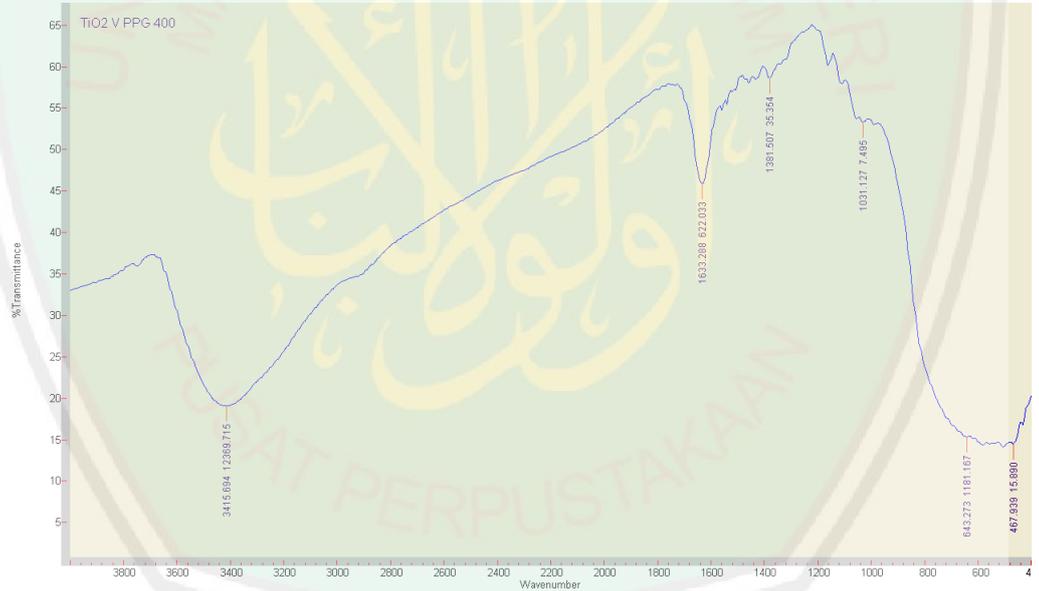
Gambar L.6.2 Spektrum IR TiO₂-V CTAB

L.6.3 TiO₂-V SDS



Gambar L.6.3 Spektrum IR TiO₂-V SDS

L.6.4 TiO₂-V PEG



Gambar L.6.4 Spektrum IR TiO₂-V PEG