

**PENGARUH LAMA PENYINARAN TERHADAP AKTIVITAS
DEGRADASI *METHYL VIOLET* MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂
TERDOPING BESI (III)**

SKRIPSI

**Oleh:
DHEA VIRTA TESSA LONICHA
NIM. 17630079**



**PROGRAM STUDI KIMA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**PENGARUH LAMA PENYINARAN TERHADAP AKTIVITAS
DEGRADASI *METHYL VIOLET* MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2
TERDOPING BESI (III)**

SKRIPSI

**Oleh:
DHEA VIRTA TESSA LONICHA
NIM. 17630079**

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**PENGARUH LAMA PENYINARAN TERHADAP AKTIVITAS
DEGRADASI *METHYL VIOLET* MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO_2
TEDOPING BESI (III)**

SKRIPSI

**Oleh:
DHEA VIRTA TESSA LONICHA
NIM. 17630079**

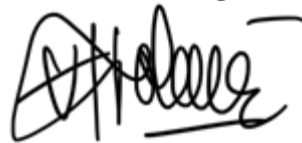
**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 22 Desember 2021**

Pembimbing I



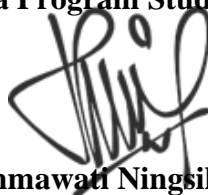
**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900905 20180201 2 239**

Pembimbing II



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

**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

**PENGARUH LAMA PENYINARAN TERHADAP AKTIVITAS
DEGRADASI *METHYL VIOLET* MENGGUNAKAN FOTOKATALIS TiO₂
TERDOPING BESI (III)**

SKRIPSI

**Oleh:
DHEA VIRTA TESSA LONICHA
NIM. 17630079**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Desember 2021**

**Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si
NIP. 19760611 200501 2 006**

**Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012**

**Sekretaris
Penguji : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc
NIDT. 19900906 20180201 2 239**

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


(.....)


(.....)


(.....)


(.....)

**Mengesahkan,
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010**

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini

Nama : Dhea Virta Tessa Lonicha

NIM : 17630079

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Degradasi
Methyl Violet Menggunakan Fotokatalis TiO_2 Terdoping
Besi (III)”

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

Malang, 30 November 2021

Yang Membuat Pernyataan,



Dhea Virta Tessa Lonicha
NIM. 17630079

MOTTO

“Jika kamu tidak sanggup menahan
lelahnya belajar, maka kamu harus
sanggup menahan perihnya
kebodohan”

-Imam Syafi'i RA

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. saya panjatkan atas segala limpahan rahmat dan kenikmatan-Nya yang hingga saat ini alhamdulillah masih bisa saya rasakan. Naskah skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua tercinta, bapak Mujianto dan Ibu Sundarsih. Terimakasih atas doa yang selalu dipanjatkan demi keselamatan diri dan kelancaran urusanku. Nasehat dan semangat yang tak pernah henti disuarakan untuk membuat saya selalu yakin, percaya diri, dan berusaha yang terbaik dalam segala urusan. Terimakasih atas cucuran kasih sayang dan keringat yang selalu dicurahkan demi saya hingga saat ini, semoga Allah memberikan keberkahan di dalamnya. Teruntuk adik saya, Muhammad Kairo Al-Farizy dan seluruh keluarga besar, terimakasih atas doa, nasehat dan dukungannya.

Tak lupa, saya sampaikan terimakasih kepada sahabat dan teman-teman saya yang senantiasa menemani saya dalam keadaan apapun. Terimakasih untuk doa, nasehat, semangat, canda tawa dan kebersamaan beserta kenangan indah yang terus dirajut selama masa perkuliahan. Semoga hubungan persahabatan dan tali silaturahmi kita terus terhubung tidak terbatas jarak dan waktu.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahrabbi'l'amin, puji syukur ke hadirat Allah Swt., yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Degradasi *Methyl Violet* Menggunakan Fotokatalis TiO₂ Terdoping Besi (III)”**. Tak lupa, selawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita baginda Nabi Muhammad Saw. yang telah membawa petunjuk kebenaran bagi seluruh umat manusia yaitu Ad-Dinul Islam yang diharapkan. Penyusunan dan penyelesaian skripsi ini tidak luput dari dukungan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih sedalam-dalamnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan naskah skripsi ini.

5. Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang selalu memberikan nasehat dan arahan dalam proses penelitian, serta dalam penyusunan skripsi terutama bagian integrasi sains dan islam sehingga dapat terselesaikan.
6. Ibu Eny Yulianti, M. Si dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M. Si selaku penguji utama dan ketua penguji dalam sidang skripsi penulis yang selalu memberikan saran terhadap isi naskah skripsi, sehingga penyusunan naskah skripsi ini dapat terselesaikan dengan baik.
7. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
8. Laboran jurusan kimia, mbak Is, mbak Susi, mbak Rika, mbak Mei, mas Abi, pak Royyan, dan pak Taufik yang telah banyak pembantu penulis selama proses penelitian.
9. Orang tua penulis, serta segenap anggota keluarga penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
10. Sahabatku Silvia Usmania dan Fitrotun Azizah, grup “Gogrokan Rengginang”, kimia B 2017, serta rekan sepembimbing kimia dan agama, yang mau direpotkan dalam segala hal, selalu memberikan semangat dan menemani penulis dalam suka maupun duka selama proses penelitian serta penyusunan naskah skripsi ini hingga selesai.
11. Rekan-rekan seperjuangan tim anorganik yang selalu memberikan semangat, doa, dan motivasi selama penyusunan naskah skripsi ini.

12. Teman-teman kimia angkatan 2017 yang telah saling memotivasi dan membantu terselesaikannya naskah skripsi ini.
13. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penulis.
14. *And also my self, now you know that you worth it.*

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian naskah skripsi ini di ridhoi oleh Allah Swt. dan dicatat sebagai amal sholeh Bapak/Ibu/Saudara sekalian. Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam naskah skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua, khususnya bagi penulis dan bagi pembaca pada umumnya. Amin ya Rabbal Alamin

Malang, 27 November 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR PERSAMAAN.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
ABSTRAK	xvii
ABSTRACT	xviii
المخلص.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	8
1.3 Tujuan	8
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Limbah Zat Warna <i>Methyl Violet</i>	10
2.2 Material Fotokatalis Semikonduktor TiO ₂	14
2.3 Pengaruh Dopan Logam Besi (III) pada Material Fotokatalis TiO ₂ ..	20
2.4 Sintesis Material TiO ₂ -Fe dengan Metode Sonikasi dan Metode Sonikasi-Hidrotermal	24
2.4.1 Metode Sonikasi	24
2.4.2 Metode Hidrotermal	27
2.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis	29
2.5.1 Karakterisasi dengan <i>Fourier Transform-Infra Red</i> <i>Spectroscopy (FTIR)</i>	29
2.5.2 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	30
2.5.3 Karakterisasi dengan <i>UV-Vis/Diffuse Reflectance</i> <i>Spectroscopy</i>	33
2.6 Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Efektivitas Fotokatalis	36
2.7 Perspektif Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan dan Usaha Penanggulangannya	38
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	43
3.2 Alat dan Bahan.....	43
3.2.1 Alat	43

3.2.2 Bahan	43
3.1 Tahapan Penelitian	44
3.2 Pelaksanaan Penelitian	44
3.4.1 Sintesis Material TiO ₂ -Fe dengan Metode Sonikasi	44
3.4.2 Sintesis Material TiO ₂ -Fe dengan Metode Sonikasi-Hidrotermal.....	45
3.4.3 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan <i>Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy</i> (FTIR)	46
3.4.4 Analisis Struktur Fotokatalis TiO ₂ -Fe Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	46
3.4.5 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita dengan Spektroskopi UV-Vis/ <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>	47
3.4.6 Pengukuran Konsentrasi Fotodegradasi <i>Methyl Violet</i> Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	47
3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Methyl Violet</i>	47
3.4.5.2 Pembuatan Kurva Standar <i>Methyl Violet</i>	48
3.4.5.3 Pembuatan Larutan Sampel <i>Methyl Violet</i>	48
3.4.5.4 Penentuan Waktu Kestabilan <i>Methyl Violet</i>	48
3.4.5.5 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO ₂ -Fe terhadap Degradasi Larutan <i>Methyl Violet</i> di bawah Iradiasi Sinar Tampak.....	49
3.4.6 Analisis Data	49
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Sintesis Material TiO ₂ -Fe Menggunakan Metode Sonikasi dan Metode Sonikasi-Hidrotermal	52
4.1.1 Hasil Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR.....	56
4.1.2 Hasil Analisis Struktur Fotokatalis TiO ₂ -Fe Menggunakan XRD.....	58
4.1.3 Hasil Analisis Struktur Fotokatalis TiO ₂ -Fe Menggunakan UV-Vis/DRS.....	62
4.2 Pengukuran Konsentrasi Fotodegradasi <i>Methyl Violet</i> Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis	67
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Methyl Violet</i>	67
4.2.2 Pembuatan Kurva Standar <i>Methyl Violet</i>	68
4.2.3 Penentuan Waktu Kestabilan <i>Methyl Violet</i>	69
4.2.4 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO ₂ -Fe terhadap Degradasi Larutan <i>Methyl Violet</i> di bawah Iradiasi Sinar Tampak	71
4.3 Fotokatalis sebagai Metode Pengolahan Limbah Zat Warna <i>Methyl Violet</i> dalam Pandangan Islam.....	80
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	84
5.2 Saran	85
 DAFTAR PUSTAKA	 86
LAMPIRAN.....	100

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Identifikasi spektra FTIR	56
Tabel 4.2	Ukuran kristal TiO ₂ hasil sintesis	62
Tabel 4.3	Energi celah pita TiO ₂ dan TiO ₂ terdoping besi (III).....	65
Tabel 4.4	Hasil uji tanpa katalis tanpa lampu	72
Tabel 4.5	Hasil uji tanpa katalis dengan lampu	72
Tabel 4.6	Hasil uji TiO ₂ anatas SA terhadap degradasi <i>methyl violet</i>	73
Tabel 4.7	Hasil uji TiO ₂ -Fe sonikasi terhadap degradasi <i>methyl violet</i>	73
Tabel 4.8	Hasil uji TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal terhadap degradasi <i>methyl violet</i>	73
Tabel L.5.1	Data XRD TiO ₂ anatas.....	108
Tabel L.5.2	Data XRD TiO ₂ -Fe sonikasi	109
Tabel L.5.3	Data XRD TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	110

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur <i>methyl violet</i>	11
Gambar 2.2	Mekanisme pembentukan intermediet <i>N</i> -metilanilin	13
Gambar 2.3	Mekanisme pembentukan intermediet asam <i>P</i> -aminobenzoat .	14
Gambar 2.4	Besarnya energi celah pita pada semikonduktor	15
Gambar 2.5	Bentuk kisi rystal TiO ₂ (a) rutil (tetragonal) (b) anatas (tetragonal) (c) brookit (ortorombik).....	17
Gambar 2.6	Mekanisme fotokatalisis TiO ₂ : $h\nu_1$: TiO ₂ murni; $h\nu_2$: TiO ₂ dopan logam dan $h\nu_3$: TiO ₂ dopan nonlogam.....	20
Gambar 2.7	Pembentukan, pertumbuhan dan pecahnya gelembung.....	26
Gambar 2.8	Spektra FTIR nanopartikel TiO ₂ terdoping $x\%$ Fe.....	30
Gambar 2.9	Trasisi elektron dalam atom, yang menghasilkan sinar-X K- α , K- β , dan L- α	32
Gambar 2.10	Pola XRD TiO ₂ -Ce, TiO-Fe, dan TiO ₂	33
Gambar 2.11	Prinsip UV-Vis/DRS	34
Gambar 2.12	Transisi dasar semikonduktor.....	35
Gambar 2.13	Energi celah pita dari nanopartikel TiO ₂ -Fe $x\%$	36
Gambar 2.14	Variasi waktu penyinaran terhadap degradasi <i>crystal violet</i> menggunakan katalis yang berbeda.....	38
Gambar 4.1	Proses sintesis TiO ₂ -Fe (a) Proses sonikasi dengan <i>ultrasonic vibracell</i> (b) sebelum pendiaman 2 hari (c) setelah pendiaman 2 hari	53
Gambar 4.2	Dugaan mekanisme reaksi hidrolisis TiO ₂ oleh NaOH.....	54
Gambar 4.3	Proses sintesis TiO ₂ -Fe (a) pembentuk pelet sebelum kalsinasi (b) padatan yang telah dikalsinasi dan digerus.....	55
Gambar 4.4	(a) TiO ₂ anatas SA dan material hasil sintesis (b) TiO ₂ -Fe sonikasi dan (c) TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal.....	56
Gambar 4.5	Spektra FTIR (a) TiO ₂ anatas SA, (b) TiO ₂ -Fe sonikasi (c) TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	56
Gambar 4.6	Pola difraksi sinar-X TiO ₂ -Fe sonikasi dan sonikasi-hidrotermal	59
Gambar 4.7	Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X pada $2\theta = 25^\circ$ (a) TiO ₂ anatas SA, (b) TiO ₂ -Fe sonikasi, dan (c) TiO ₂ sonikasi-hidrotermal	60
Gambar 4.8	Grafik hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm.....	63
Gambar 4.9	Grafik hubungan faktor kubelka-munk (F(R)) dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm.....	64
Gambar 4.10	Penentuan energi celah pita	64
Gambar 4.11	Skema diagram energi TiO ₂ terdoping besi (III).....	66
Gambar 4.12	Grafik panjang gelombang maksimum <i>methyl violet</i>	67
Gambar 4.13	Grafik penentuan kurva standar larutan <i>methyl violet</i>	69
Gambar 4.14	Grafik hasil penentuan waktu kestabilan <i>methyl violet</i> 10 mg/L	70

Gambar 4.15	Hasil uji efektivitas fotokatalis TiO ₂ -Fe sonikasi dan TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal terhadap <i>methyl violet</i> di bawah iradiasi sinar tampak	72
Gambar 4.16	Dugaan mekanisme reaksi pada regenerasi radikal OH•	76
Gambar L.3.1	Proses sintesis TiO ₂ -Fe sonikasi (a) stirer TiO ₂ , larutan Fe(NO ₃) ₃ , isoproponol, dan NaOH 10 M, (b) proses sonikasi, (c) sebelum pendiaman, (d) setelah pendiaman, (e) sebelum sentrifugasi, (f) setelah sentrifugasi, (g) proses pencucian dengan akuades dan etanol, (h) setelah pengeringan dalam oven, (i) pembuatan pelet sebelum kalsinasi, (j) hasil penggerusan padatan setelah kalsinasi	103
Gambar L.3.2	Proses sintesis TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal (a) Proses pemanasan hidrotermal, (b) hasil hidrotermal diencerkan dengan akuades, (c) proses penyaringan dengan corong buchner, (d) hasil setelah pengeringan	104
Gambar L.3.3	(a) TiO ₂ anatas SA dan hasil sintesis (b) TiO ₂ -Fe sonikasi, (c) TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	106
Gambar L.3.4	Proses uji efektivitas TiO ₂ -Fe sonikasi (a) pembuatan larutan standar, hasil degradasi <i>methyl violet</i> pada (b) 60 menit, (c) 90 menit, (d) 120 menit, (e) 150 menit, (d)180 menit, dan (g) 210 menit.....	105
Gambar L.3.5	Proses uji efektivitas TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal (a) 60 menit, (b) 90 menit, (c) 120 menit, (d) 150 menit, (e)180 menit, dan (f) 210 menit	106
Gambar L.4.1	Gambar spektrum IR TiO ₂ anatas SA	106
Gambar L.4.2	Gambar spektrum IR TiO ₂ -Fe sonikasi	107
Gambar L.4.3	Gambar spektrum IR TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	107
Gambar L.5.1	Difraktogram TiO ₂ anatas SA	108
Gambar L.5.2	Difraktogram TiO ₂ -Fe sonikasi	109
Gambar L.5.3	Difraktogram TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	110
Gambar L.5.4	Nilai energi celah pita TiO ₂ anatas SA.....	112
Gambar L.5.5	Nilai energi celah pita TiO ₂ -Fe sonikasi	113
Gambar L.5.6	Nilai energi celah pita TiO ₂ -Fe sonikasi-hidrotermal	113

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Persamaan hukum Bragg.....	32
Persamaan 2.2	Persamaan Debye-Scherrer	32
Persamaan 2.3	Persamaan Kubelka-Munk	35
Persamaan 3.1	Penentuan nilai panjang gelombang.....	50
Persamaan 3.2	Penentuan nilai persen degradasi	50

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Diagram Alir.....	100
Lampiran 2.	Perhitungan Massa Hasil Sintesis dan Material TiO ₂ -Fe pada Konsentrasi Besi (III) 1,2 %	103
Lampiran 3.	Dokumentasi Proses Sintesis dan Uji Efektivitas Material	103
Lampiran 4.	Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR	106
Lampiran 5.	Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	108
Lampiran 6.	Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis/DRS	112

ABSTRAK

Lonicha, D. V. Tessa. 2021. Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Aktivitas Degradasi *Methyl Violet* Menggunakan Fotokatalis TiO₂ Terdoping Besi (III).

Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Pembimbing II: Nur Aini, M.Si.

Kata kunci: TiO₂-Fe, sonikasi, sonikasi-hidrotermal, *methyl violet*, lama penyinaran

Methyl violet sebagai salah satu limbah zat warna yang mencemari lingkungan perairan dapat menyebabkan kerusakan lingkungan dan matinya organisme perairan. Metode fotodegradasi limbah merupakan metode penanganan limbah dengan menggunakan fotokatalis semikonduktor yang didasarkan oleh degradasi limbah dengan bantuan cahaya. Material TiO₂ banyak diaplikasikan sebagai fotokatalis karena memiliki stabilitas kimiawi yang baik, aktivitas fotokatalisis yang tinggi, harga relatif terjangkau dan tingkat toksisitas yang rendah. Akan tetapi, TiO₂ hanya aktif bekerja di bawah iradiasi sinar ultraviolet sehingga membatasi aktivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi zat warna. Dalam upaya meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya pada rentang panjang gelombang yang lebih panjang, yaitu di bawah iradiasi sinar tampak adalah dengan menambahkan dopan logam besi (III).

TiO₂ terdoping besi (III) 1,2% berhasil disintesis menggunakan metode sonikasi dan metode sonikasi-hidrotermal menggunakan sonikator *ultrasonic vibracell*. Prekursor yang digunakan yaitu TiO₂ anatas sigma aldrich (SA) dan besi (III) nitrat (Fe(NO₃)₃). Selanjutnya material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis/DRS). Kemudian dilakukan uji aktivitas fotokatalis untuk mendegradasi zat warna *methyl violet* dengan pengaruh variasi lama penyinaran di bawah iradiasi cahaya tampak.

TiO₂-Fe hasil sintesis dengan metode sonikasi dan metode sonikasi-hidrotermal yang dikarakterisasi menggunakan FTIR, hasil karakterisasi menunjukkan bahwa terdapat perbedaan modus gugus fungsi yang muncul antara TiO₂ anatas SA, TiO₂-Fe sonikasi, dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan seluruh material TiO₂-Fe yang disintesis memiliki struktur anatas. Serta, hasil karakterisasi UV-Vis/DRS menunjukkan adanya doping besi (III) dapat menurunkan energi celah pita TiO₂ yang disintesis dengan metode sonikasi dan sonikasi-hidrotermal berturut-turut 2,95 eV dan 2,96 eV, dengan serapan sinar tampak paling tinggi dihasilkan oleh TiO₂-Fe sonikasi. Pengaruh lama penyinaran terhadap degradasi 25 mL *methyl violet* 10 mg/L pada pH 6,5 dengan massa fotokatalis 50 mg menyebutkan bahwa, TiO₂-Fe sonikasi mampu menghasilkan persen degradasi sebesar 87,22% dengan waktu optimum penyinaran 180 menit. Sedangkan, TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal berhasil mendegradasi 74,66% *methyl violet* dengan waktu optimum penyinaran 150 menit.

ABSTRACT

Lonicha, D. V. Tessa. 2021. Effect of Irradiation Time on Methyl Violet Degradation Activity Using Photocatalyst TiO₂ Doped Iron (III). Essay. Department of Chemistry Science and Technology Faculty Maulana Malik Ibrahim Islamic State University. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Supervisor II: Nur Aini, M.Si.

Keywords: TiO₂-Fe, sonication, sonication-hydrothermal assisted, methyl violet, irradiation time

Methyl violet as one of the dye waste that pollutes the aquatic environment can cause environmental damage and the death of aquatic organisms. The waste photodegradation method is a waste treatment method using a semiconductor photocatalyst based on the degradation of waste with the help of light. TiO₂ is widely applied as a photocatalyst because it has good chemical stability, high photocatalytic activity, relatively affordable price and low level of toxicity. However, TiO₂ is only active under ultraviolet light irradiation, thus limiting its photocatalytic activity in degrading dyestuffs. In an effort to increase its photocatalytic activity at a longer wavelength range, that is under visible light irradiation, iron (III) metal dopants are added.

1.2% iron (III) doped TiO₂ was successfully synthesized using sonication method and sonication-hydrothermal assisted method using a vibracell ultrasonic. The precursors used were TiO₂ anatase sigma aldrich (SA) and iron (III) nitrate (Fe(NO₃)₃). Furthermore, the synthesized material was characterized using Fourier Transform Infrared (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), and UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis/DRS). Then tested the effectiveness of the photocatalyst to degrade methyl violet dye with the effect of variations in irradiation time under visible light irradiation.

TiO₂-Fe synthesized by the sonication method and sonication-hydrothermal assisted method were characterized using FTIR, the characterization results showed that there were differences in the mode of functional groups that appeared between TiO₂ anatase SA, TiO₂-Fe sonicated, and TiO₂-Fe sonicated-hydrothermally. The results of XRD characterization showed that all the synthesized TiO₂-Fe materials had an anatase structure. Also, the results of UV-Vis/DRS characterization showed that the presence of iron (III) doping can reduce the band gap energy of TiO₂ synthesized by sonication and sonication-hydrothermal assisted methods, respectively 2,95 eV and 2,96 eV, with the highest visible light absorption produced by TiO₂-Fe sonication. The effect of irradiation time on the degradation of 25 mL methyl violet 10 mg/L at pH 6,5 with a photocatalyst mass of 50 mg, showed that TiO₂-Fe sonicated was able to produce a degradation percentage of 87,22% with an optimum irradiation time of 180 minutes. Meanwhile, TiO₂-Fe sonicated-hydrothermal succeeded in degrading 74,66% methyl violet with an optimum irradiation time of 150 minutes.

ملخص البحث

لونيثشا، د. ف. تيشا. 2021. أثر قديم التنوير نحو عمل ديكراداسي ميتيل فيؤوليت يستعمل فوتوكاليس TiO_2 تيردوفينج الحديد (III). البحث العلمي. القسم الكيمياء كَلِيَّة العلوم والتكنولوجيا الجامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: لؤلؤتل حمدة، M.Sc؛ المشرفة الثانية: نور عين، M.Si.

الكلمات الرئيسية: TiO_2 ، سونيكاسي، سونيكاسي-هيدروتيرمال، ميتيل فيؤوليت، قديم التنوير.

كان ميتيل فيؤوليت هو احدى نفايات مادة اللون التي توسخ بيئة المياه أن تسبب فسادة البيئة و موت كائنات المياه. و طريقة فوتو ديكراداسي الكائن هي طريقة معاملة الكائن باستعمال فوتوكاليس سيميكوندوكنور الذي يؤسس بديكراداسي الكائن بمساعدة النور. و مادة TiO_2 تُستمر كفوتوكاليس لأن لها الاستقرار الكيميائي الحسن، عمل فوتوكاليس الرافع، ثمن التكليف و درجة السُموم السفلى. و لكن، TiO_2 إلا فعال العمل تحت ايراديثاسي نور اولترافيووليت إلى حدّ عمل فوتوكاليس في ديكراداسي مادة اللون. و في محاولة نموّ عمل فوتوكاليس في صفّ طويل الموج الذي أطول و هو تحت ايراديثاسي النور الظاهر و هو بزيادة دوفان معدن الحديد (III).

و TiO_2 تيردوفينج الحديد (III) 1،2% ينجح أن يُصنع باستعمال طريقة سونيكاسي و طريقة سونيكاسي-هيدروتيرمال يستعمل سونيكاتور *ultrasonic vibracell*. و فريكورسور المستخدم هو TiO_2 اناتاس سيكما الدريج و الحديد (III) نيترات $(Fe(NO_3)_3)$. و بعد ذلك، مادة حاصل الصنّاعو توصّف باستعمال *Fourier Transform Infrared (FTIR)*، *X-Ray Diffraction (XRD)* و *UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis/DRS)*. ثمّ تُعمل تجربة عمل فوتوكاليس لديكراداسي مادة اللون *methyl violet* بأثر تنوع قديم التنوير تحت ايراديثاسي النور الظاهر. و TiO_2-Fe الحاصل الصنّاعيّ بطريقة سونيكاسي و طريقة سونيكاسي-هيدروتيرمال الذي يُوصّف باستعمال FTIR، و حاصل الصفة يدلّ أنّ وجود تفريق مزاج فرقة الأهمّ الذي يظهر بين TiO_2 اناتاس SA، TiO_2-Fe سونيكاسي، و TiO_2-Fe

سونيكاسي-هيدروتيرمال. و حاصل صفة XRD يدلّ أنّ جميع مواد TiO_2-Fe الذي يُصنع له هيكل اناتاس. و حاصل صفة UV-Vis/DRS يدلّ أنّ وجود دوفينج الحديد (III) يستطيع أن ينزل ديناميكية تشيلاه فيتا TiO_2 الذي يُصنع بطريقة سونيكاسي و سونيكاسي-هيدروتيرمال متواليا $2,95\text{ eV}$ و $2,96\text{ eV}$ ، بنفس النور الظاهر الّرافع يُحصل به TiO_2-Fe سونيكاسي. و أثر قديم التنوير نحو ديكراداسي 25 mL ميتيل فيؤوليت 10 mg/L في pH $6,5$ بجمع فوتوكاليس 50 mg يذكر أنّ TiO_2-Fe سونيكاسي يقدر أن يحصل مئة ديكراداسي قدر $87,22\%$ بوقت كثير التّنوير 180 دقيقة. و TiO_2-Fe سونيكاسي-هيدروتيرمال يحصل ديكراداسي $74,66\%$ ميتيل فيؤوليت بوقت كثير التّنوير 150 دقيقة.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri di Indonesia memang tidak bisa dihindari, sebagaimana dua mata uang. Industri membuat kehidupan manusia semakin praktis dan meningkatkan kualitas hidupnya, namun di sisi lain hasil buangan atau limbah yang dihasilkan oleh industri dapat mencemari lingkungan dan merugikan manusia. Bahan pencemar dapat berasal dari senyawa organik maupun anorganik, adapun salah satu senyawa organik yang dapat mencemari lingkungan yang diakibatkan oleh aktivitas industri adalah zat warna yang terdapat dalam limbah industri tekstil. Pembuangan zat warna ke dalam air menyebabkan rusaknya kualitas air, akibat sifat toksik dan karsinogenik dari zat warna tersebut. Sebagian besar limbah zat warna berupa senyawa sintesis *non-biodegradable*, beracun dan stabil terhadap pengaruh lingkungan seperti efek pH, suhu dan mikroba. Zat warna di lingkungan perairan akan menghalangi masuknya sinar matahari yang akan menghambat proses fotosintesis tumbuhan air (Namasivayam, dkk., 1996), sehingga dapat menyebabkan kerusakan lingkungan dengan gejala yang paling mudah diamati adalah matinya organisme perairan (Al-Kdasi, dkk., 2004), serta zat warna juga dapat menyebabkan dermatitis alergika, iritasi kulit, kanker dan mutasi gen (Widjanarko, dkk., 2005).

Salah satu limbah zat warna yang dapat mencemari lingkungan perairan adalah zat warna *methyl violet*. *Methyl violet* merupakan padatan berwarna hijau gelap dan tidak berbau (Safety Data Sheer, 2015), serta larut dalam air, etanol, dietilen glikol dan dipropilen glikol. *Methyl violet* digunakan dalam industri pewarna tekstil dan memberi warna ungu tua pada cat dan tinta *printing* (Bouasla, dkk., 2010), serta pewarnaan bakteriologis dan histopatologi. Dalam konsentrasi yang sangat rendah, *methyl violet* dapat memberikan warna pada air yang dapat membahayakan kehidupan akuatik dan teresterial termasuk manusia seperti menyebabkan iritasi kulit dan mata yang parah serta apabila tertelan menyebabkan iritasi saluran pencernaan (Saeed, dkk., 2017).

Membuang limbah berbahaya seperti zat warna ke lingkungan perairan merupakan suatu tindakan tidak terpuji yang dapat merusak ekosistem perairan. Lingkungan alam yang rusak sangat berdampak terhadap kehidupan manusia sehingga berpotensi menghasilkan bencana untuk saat ini dan untuk masa-masa yang akan datang. Hal ini juga disebutkan dalam Al-Qur'an surat Ar-Rum (30) ayat 41.

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

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia; Allah menghendaki agar mereka merasakan sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).” (Qs. Ar-Rum (30) : 41)

Shihab (1992) dalam bukunya Membumikan Al-Qur'an menjelaskan kata (ظهر) pada mulanya berarti terjadi sesuatu di permukaan bumi. Sehingga tampak dan terang dan bisa dilihat dan diketahui dengan jelas. Kata (الفساد) kebalikan dari (الصلاح) kebaikan. Berkaitan dengan kata (الفساد) dalam ayat ini, para

mufasir berusaha mendeskripsikan kerusakan yang dimaksud. Menurut Al-Biq menjelaskannya sebagai berkurangnya semua yang bermanfaat bagi makhluk. Sedangkan kata (الفساد) menurut Al-Ashfahani dalam Shihab (2009) adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak. Allah Swt. menciptakan semua makhluk saling berkait. Dalam keterkaitan itu, lahir keserasian dan keseimbangan dari yang terkecil hingga yang terbesar, dan semua tunduk dalam peraturan Allah Yang Maha Besar. Bila terjadi gangguan pada keharmonisan dan keseimbangan itu, pasti berdampak pada seluruh alam, termasuk manusia. Semakin banyak perusakan terhadap lingkungan, semakin besar pula dampak buruknya terhadap manusia (Shihab, 2009). Salah satu penyebab kerusakan lingkungan adalah limbah zat warna yang tidak diolah dengan baik sehingga mencemari lingkungan perairan. Manusia sebagai makhluk yang diberi akal dan pikiran berusaha untuk mengurangi dampak pencemaran lingkungan dengan mengembangkan metode pengolahan limbah zat warna untuk menjaga dan melestarikan ekosistem serta makhluk hidup yang tinggal di dalamnya.

Terdapat beberapa metode pengolahan limbah zat warna hasil industri yang telah digunakan untuk mencegah dampak negatif dari limbah tersebut, diantaranya adalah lumpur aktif (Elias, 2001), adsorpsi oleh karbon aktif, filtrasi, koagulasi dan teknologi ozon (Lorimer, dkk., 2001). Namun, metode-metode tersebut dianggap belum efektif dalam meminimalkan dampak pencemaran limbah zat warna, sehingga mendorong para saintis untuk mengembangkan metode alternatif yang lebih efektif dan efisien. Metode alternatif dalam degradasi limbah yang banyak dikembangkan saat ini adalah metode fotodegradasi limbah. Metode fotodegradasi limbah merupakan metode

penanganan limbah yang di dasarkan oleh degradasi limbah dengan bantuan cahaya, sehingga proses degradasi limbah menjadi lebih efektif dan efisien. Teknik ini menggunakan bahan fotokatalis oksida logam transisi yang memiliki struktur elektronik semikonduktor. Fotokatalis dianggap solusi terbaik saat ini untuk mengurangi permasalahan limbah yang dapat merusak lingkungan, hal ini dikarenakan fotokatalis memiliki beberapa kelebihan, yaitu: (1) sifat oksidasinya kuat; (2) tidak membentuk senyawa baru yang beracun; (3) ikatan kimianya stabil terhadap cahaya; (4) tidak larut dalam air; dan (5) biayanya yang relatif lebih murah (Aliah, dkk., 2015). Beberapa jenis fotokatalis yang digunakan untuk proses fotokatalitik seperti TiO_2 , CdS , ZnO , Fe_2O_3 , GaP , SiC , dan WO_3 adalah senyawa yang memiliki sifat semikonduktor. Semikonduktor sendiri merupakan material yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi, pita *bonding* terluar disebut pita valensi sedangkan pita *antibonding* terluar disebut pita konduksi (Palupi, 2006). Kedua pita tersebut dipisahkan atau dibatasi oleh *band gap* (celah pita).

Material semikonduktor yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2 (titanium (IV) oksida). Material TiO_2 banyak diaplikasikan sebagai fotokatalis dalam pemurnian air, udara dan permasalahan lingkungan yang lain seperti degradasi polutan organik. Hal ini karena TiO_2 memiliki stabilitas kimiawi yang baik, aktivitas fotokatalitik yang tinggi, harga relatif terjangkau dan juga memiliki tingkat toksisitas yang rendah (Eufinger, dkk., 2008). TiO_2 memiliki tiga fase kristal, yaitu anatas, brookit, dan rutil. Pada sintesis dengan suhu rendah biasanya dihasilkan kristal TiO_2 fase anatas. Anatas merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta

ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan rutil (Sugiarti, 2012). Fase anatas mulai muncul pada rentang suhu 400-650 °C dan cenderung bertransformasi menjadi rutil pada suhu 915 °C (Afrozi, 2010). Fotoaktivitas semikonduktor TiO₂ dipengaruhi oleh morfologi, luas permukaan, kristalinitas dan ukuran partikel. Senyawa TiO₂ anatas merupakan semikonduktor yang paling sering digunakan dalam proses fotokatalis karena ekonomis, memiliki stabilitas kimia dalam jangka waktu yang panjang, ramah lingkungan, stabilitas terhadap foton yang baik, dan aktivitas fotokatalis yang tinggi. Sementara itu, fase brookit kristal sulit untuk dipreparasi sehingga biasanya hanya kristal pada fase rutil dan anatas yang umum digunakan pada berbagai aplikasi industri (Sugiarti, 2012). Saeed, dkk (2017) melakukan degradasi *methyl violet* menggunakan fotokatalis TiO₂ menunjukkan bahwa, selama 20 menit TiO₂ murni dapat mendegradasi 40% *methyl violet* dalam air. Meskipun demikian, karena lebih dari 96% cahaya matahari mencapai bumi dalam daerah sinar tampak ($\lambda = 400-600$ nm) akibat filterisasi sinar UV dalam lapisan ozon (Wu dan Chen, 2004) menyebabkan penggunaan material TiO₂ sebagai fotokatalis masih dinilai belum cukup efisien karena hanya aktif pada 2% spektrum sinar matahari. Serta, celah pita yang terlalu lebar mengakibatkan fotokatalis TiO₂ hanya aktif pada sinar UV. Oleh karena itu, berbagai penelitian dikembangkan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO₂ pada daerah sinar tampak.

Beberapa pendekatan yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO₂ pada daerah sinar tampak antara lain dengan doping TiO₂ yaitu menambahkan pengotor ke dalam material semikonduktor TiO₂, pengotor tersebut dapat berupa logam (Wang dan Egerton, 2012) atau non logam (Liu, dkk., 2005),

co-doped yaitu doping lebih dari satu pengotor (Li, dkk., 2012 dan Choi, dkk., 2010), mengkompositkan TiO₂ dengan semikonduktor lain yang memiliki energi celah pita lebih rendah seperti CdS (Hirai, dkk., 2001), atau dengan *sensitizing* TiO₂ dengan zat warna seperti *thionine* (Chatterjee dan Mahata, 2001). Doping ion logam dilaporkan dapat menurunkan energi celah pita sehingga penyerapan cahaya akan bergeser ke daerah cahaya tampak (Hasani, 2019). Peningkatan aktivitas fotokatalisis TiO₂ setelah ditambahkan dopan logam terjadi karena kemampuan inti dopan logam yang dapat menangkap pembawa muatan dan menurunkan laju rekombinasi elektron-hole (e^-/h^+) (Colon, dkk., 2006). Selain itu, dopan logam juga memberikan tingkat energi baru diantara pita valensi dan pita konduksi TiO₂ sehingga dopan logam dapat meningkatkan aktivitas semikonduktor pada daerah radiasi sinar yang lebih lebar (mencapai daerah sinar tampak). Beberapa logam yang berpotensi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO₂ adalah besi, vanadium, kromium, nikel dan platinum (Choi, dkk., 2010). Doping logam besi pada TiO₂ dapat menggeser serapan dari sinar UV ke sinar tampak (Fauriani dan Aritonang, 2019; Pratiwi, dkk., 2020; Aldrianti, dkk., 2020) sehingga lebih efisien digunakan untuk proses fotokatalisis di lingkungan. Doping 0,4-1,2% besi (III) menunjukkan peningkatan dalam fotoaktivitas katalis, akan tetapi pada konsentrasi yang lebih tinggi menunjukkan penurunan aktivitas seiring dengan meningkatnya kandungan besi. Hal tersebut menjelaskan bahwa pengenalan sejumlah kecil besi (III) ke dalam matriks TiO₂, dapat menekan laju rekombinasi e^-/h^+ . Tetapi pada konsentrasi yang lebih tinggi, ion besi (Fe^{3+}) bertindak sebagai pusat rekombinasi yang dapat mempercepat laju rekombinasi e^-/h^+ . Dengan demikian, doping besi (III) 1,2% dianggap sebagai konsentrasi doping optimum (Shirsath, dkk., 2013).

Sintesis kristal TiO_2 terdoping besi (III) dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya metode fasa padat, sol-gel, hidrotermal dan sonikasi. Namun, metode fasa padat memiliki banyak kekurangan seperti tidak homogen, bentuk tidak teratur dan ukuran partikel yang besar. Sedangkan, kristalinitas $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ yang dihasilkan menggunakan metode sol-gel lebih rendah. Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO_2 terdoping besi (III) dengan perbandingan metode sonikasi dan metode sonikasi-hidrotermal. Metode sonikasi memiliki beberapa keuntungan seperti waktu yang diperlukan relatif cepat, alat yang relatif sederhana, suhu yang digunakan rendah, dan menghasilkan ukuran partikel yang kecil untuk meningkatkan luas permukaan partikel (Inggarwati, dkk., 2020; Rusdiana, dkk., 2018). Serta, dengan adanya metode hidrotermal mampu meningkatkan dispersi doping ion logam ke dalam kisi logam oksida (Sood, dkk., 2015). Teng, dkk (2013) menjelaskan pendopingan besi (III) ke dalam kisi TiO_2 tidak membentuk oksida Fe_2O_3 seiring dengan peningkatan komposisi dopan. Serta, doping besi (III) tidak mengubah struktur kristal TiO_2 .

Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ menggunakan metode sonikasi dan sonikasi-hidrotermal untuk mengetahui perbandingan efektivitas $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dalam mendegradasi zat warna. Karakterisasi akan dilakukan menggunakan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi material hasil sintesis, *X-Ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dalam material hasil sintesis, serta *UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy* (Uv-Vis/DRS) untuk mengetahui energi celah pita material hasil sintesis. Uji efektivitas fotodegradasi akan dilakukan menggunakan $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dengan variasi lama penyinaran di

bawah iradiasi cahaya tampak untuk melihat pengaruhnya terhadap efektivitas degradasi limbah zat warna *methyl violet*.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dapat dirumuskan permasalahan yaitu:

1. Bagaimana karakteristik gugus fungsi, struktur, serapan sinar dan energi celah pita dari material fotokatalis TiO_2 terdoping besi (III)?
2. Bagaimana pengaruh lama waktu penyinaran terhadap efektivitas fotodegradasi *methyl violet* menggunakan katalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$?

1.3 Tujuan

Tujuan dari percobaan ini yaitu:

1. Untuk karakteristik gugus fungsi, struktur, serapan sinar dan energi celah pita dari material fotokatalis TiO_2 terdoping besi (III).
2. Untuk mengetahui pengaruh lama waktu penyinaran terhadap efektivitas fotodegradasi *methyl violet* menggunakan katalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$.

1.4 Batasan Masalah

Batasan-batasan permasalahan dalam percobaan ini adalah

1. Konsentrasi dopan besi (III) yang digunakan sebesar 1,2%,
2. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sonikasi *vibracell* dengan gelombang ultrasonik 20 KHz dan metode sonikasi-hidrotermal,
3. Suhu hidrotermal yang digunakan adalah 150 °C,

4. Karakterisasi dilakukan dengan instrumen FTIR, XRD, dan UV-Vis/DRS,
5. Variasi waktu lama penyinaran adalah 60, 90, 120, 150, 180 dan 210 menit,
6. Pengukuran konsentrasi fotodegradasi limbah menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis,
7. Sampel zat warna yang digunakan sebagai material uji aktivitas adalah *methyl violet* 10 mg/L, serta
8. Sumber sinar fotodegradasi berasal dari radiasi lampu halogen 20 watt sebagai sumber cahaya tampak.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai karakteristik dan aktivitas fotokatalisis dari TiO₂ terdoping besi (III), yang dapat digunakan sebagai dasar pengembangan dan pemanfaatan fotokatalis TiO₂ terdoping besi (III) dalam mendegradasi limbah zat warna *methyl violet*. Serta sebagai pola/konsep baru dalam sintesis material TiO₂ terdoping besi (III).

BAB II

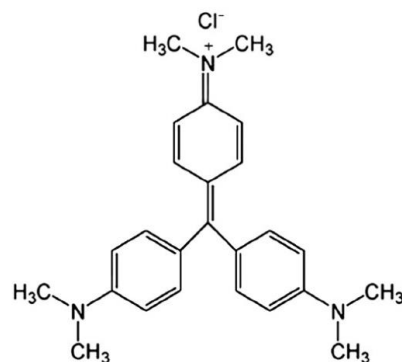
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Limbah Zat Warna *Methyl Violet*

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Zat organik tidak jenuh yang dijumpai dalam pembentukan zat warna adalah senyawa aromatik antara lain senyawa hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya, serta senyawa-senyawa hidrokarbon yang mengandung nitrogen (Naimah, dkk., 2014). Dalam bidang industri tekstil umumnya menggunakan pewarna tekstil, di mana beberapa tipe bahan pewarna merupakan racun dan berdampak secara karsinogenik dan mutagenik terhadap kehidupan perairan dan manusia (Haryono dan Rostika, 2018). Senyawa zat warna di lingkungan perairan sebenarnya dapat mengalami dekomposisi secara alami oleh adanya cahaya matahari, namun reaksi ini berlangsung relatif lambat, karena intensitas cahaya UV yang sampai ke permukaan bumi relatif rendah sehingga akumulasi zat warna ke dasar perairan atau tanah lebih cepat daripada fotodegradasinya (Wildan, dkk., 2018).

Methyl violet atau metilen ungu sebagai salah satu zat warna memiliki rumus kimia $C_{25}H_{30}N_3Cl$ seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 tergolong dalam zat warna karbon-nitrogen yang terdapat pada gugus benzena. Gugus benzena sangat sulit di degradasi, sehingga membutuhkan waktu yang cukup lama dalam proses degradasinya (Manurung, dkk., 2004; Christina, dkk., 2007). Kristal

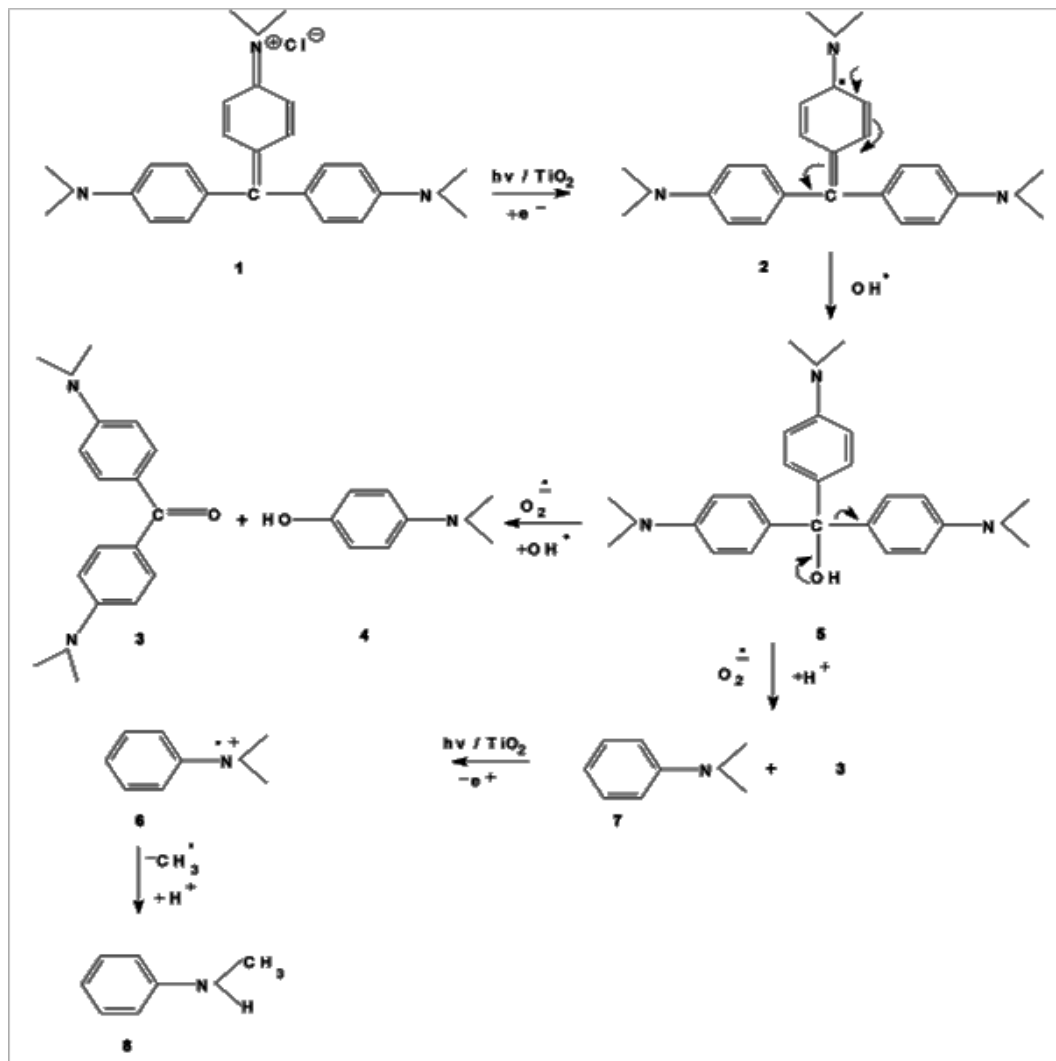
methyl violet berbentuk padatan *powder* berwarna hijau gelap, dengan massa molekul relatif 407,98 gr/mol, tidak berbau, titik leleh 205 °C, stabil pada suhu ruang, dan pH 2,5-3,2 pada kelarutan 10 gr/L, mudah larut dalam air, serta mudah terdegradasi oleh oksidator kuat (Safety Data Sheet, 2021). *Methyl violet* termasuk zat warna golongan trifenilmetana yang digunakan secara intensif untuk mewarnai nilon, nilon yang di modifikasi poliakrilonitril, wol, sutera dan kapas. Beberapa diantaranya dimanfaatkan untuk kegunaan medis dan biologis. *Methyl violet* juga bersifat persisten dan sulit dibiodegradasi (Hardeli, dkk., 2014).



Gambar 2.1 Struktur *methyl violet* (Muthuraman dan Teng, 2010)

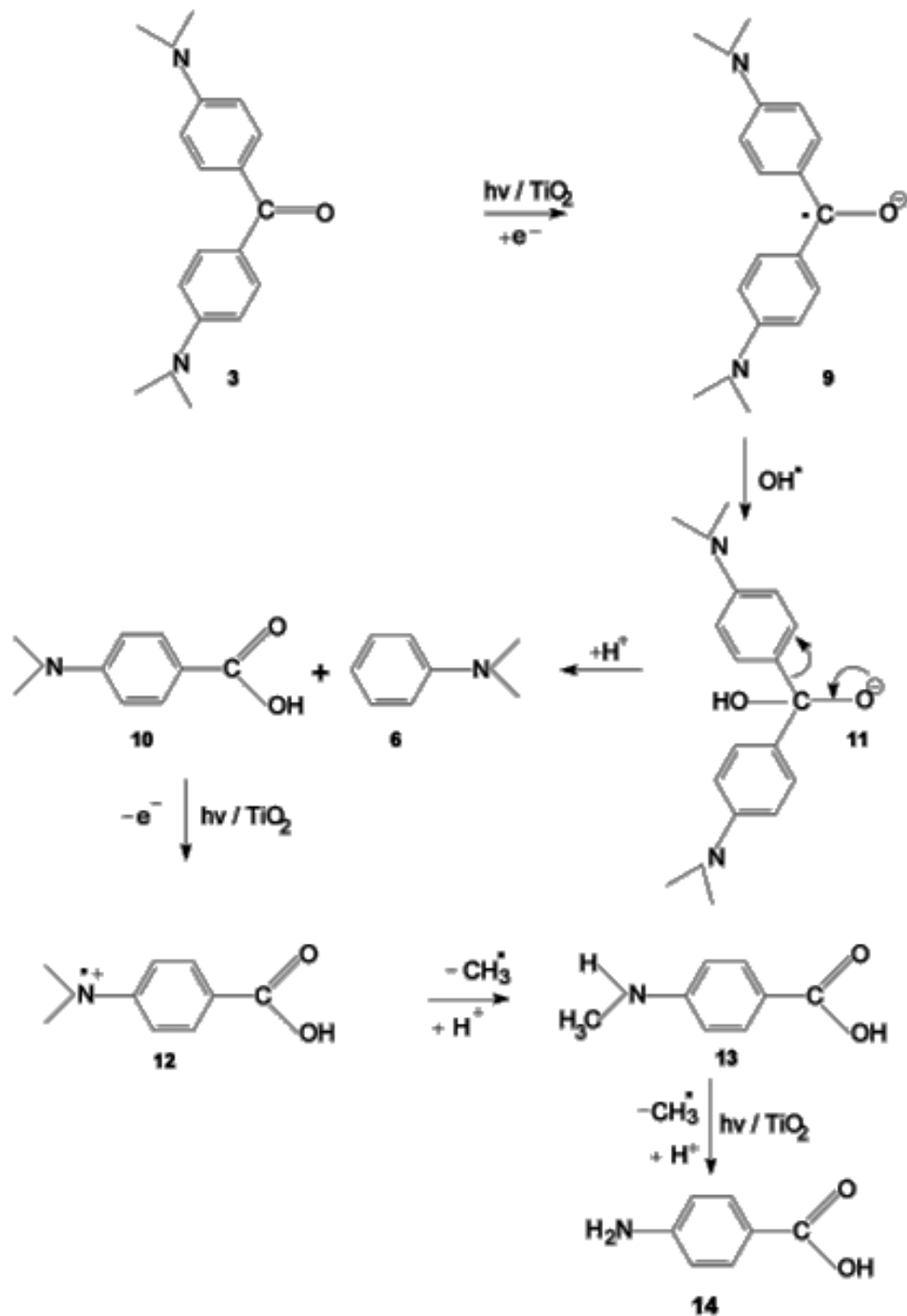
Black, dkk (1980) dalam Azmi, dkk (1998) menunjukkan bahwa anilin yang terdapat dalam senyawa ini bersifat toksik, mutagenik dan karsinogenik. Bahan kimia ini dapat memicu tumor pada beberapa spesies ikan yang hidup di dasar perairan, sehingga diperlukan penanganan yang serius untuk mengatasi masalah apabila zat-zat tersebut menjadi limbah, salah satunya dengan fotokatalis (Hardeli, dkk., 2014). Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi proses degradasi fotokatalitik adalah jenis fotokatalis, intensitas cahaya, konsentrasi substrat, jumlah katalis, pH, jenis pelarut, zat pengoksidasi dan suhu kalsinasi (Choquette-Labbé, dkk., 2014).

Limbah zat warna *methyl violet* dapat di degradasi menggunakan fotokatalis menjadi molekul yang lebih sederhana yaitu CO₂ dan H₂O. Dalam proses degradasi *methyl violet* terbentuk senyawa intermediet asam *P*-aminobenzoat dan *N*-metilanilin. Gambar 2.2 menunjukkan ketika terjadi transfer elektron, *methyl violet* (1) akan membentuk molekul radikal (2) yang dapat mengalami penambahan radikal hidroksil (OH•) membentuk molekul (5) yang dapat mengalami pembelahan ketika bereaksi dengan radikal OH• untuk membentuk molekul (4) atau bereaksi dengan proton dan turunan benzofenon (3) membentuk molekul (7). Transfer elektron oleh molekul (7) selanjutnya membentuk kation radikal (6) yang selanjutnya kehilangan gugus metil untuk membentuk intermediet *N*-metilanilin (8) (Saquib dan Muneer, 2003).



Gambar 2.2 Mekanisme pembentukan intermediet *N*-metilanilin (Saquib dan Muneer, 2003)

Pada pembentukan intemediet asam *P*-aminobenzoat Gambar 2.3, transfer elektron oleh turunan benzofenon (3) membentuk anion radikal (9) yang kemudian berikatan dengan radikal hidroksil membentuk molekul anionik (11) yang dapat mengalami pembelahan membentuk turunan asam anilin (6) dan asam benzoat (10). Transfer elektron oleh asam benzoat membentuk kation radikal (12) yang dapat kehilangan gugus metil dan membentuk asam *P*-aminobenzoat (14) (Saquib dan Muneer, 2003).

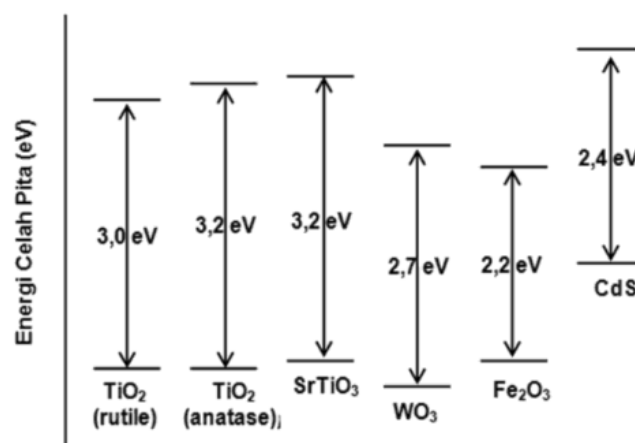


Gambar 2.3 Mekanisme pembentukan intermediet asam *P*-aminobenzoat (Saqib dan Muneer, 2003)

2.2 Material Fotokatalis Semikonduktor TiO_2

Semikonduktor adalah bahan yang memiliki nilai hambatan jenis antara konduktor dan isolator yakni sebesar 10^{-6} sampai $10^4 \Omega\text{m}$. Bahan semikonduktor

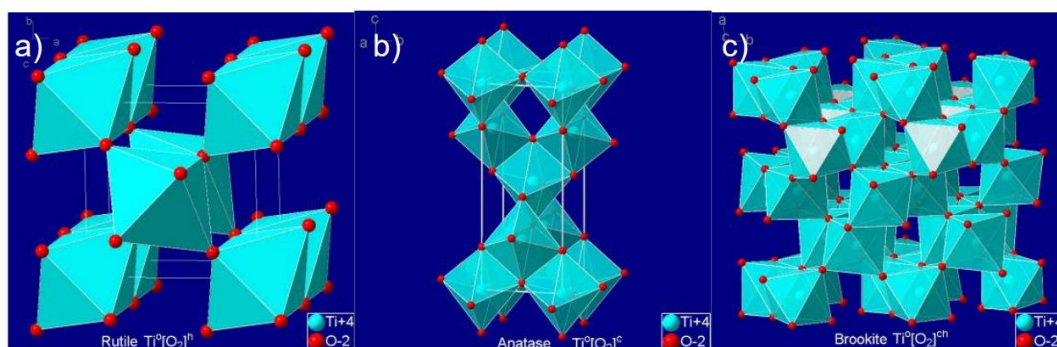
yang paling umum adalah kelompok elemen silikon dan germanium, memiliki resistivitas listrik menengah antara $10^{-6} \Omega\text{m}$ (Garland, dkk., 2003). Semikonduktor memiliki pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong. Kedua pita dipisahkan oleh celah yang disebut energi celah pita (E_g). Energi celah pita terjadi karena adanya tumpang tindih orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menyebabkan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang di induksi oleh cahaya. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati E_g diperlukan waktu tenggang dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan elektron-hole (e^-/h^+) sebagai hasil eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Nogueira, dkk, 1993). Gambar 2.4 menunjukkan, semikonduktor memiliki nilai energi celah pita tidak terlalu besar (0,5 -3,0) eV, nilai ini lebih kecil bila dibandingkan pada isolator 6,0 eV. Hal ini memungkinkan elektron dari pita valensi berpindah ke pita konduksi dengan adanya energi luar yang memenuhi (biasanya energi panas), sedangkan pada isolator tidak terjadi (Kittel, 1979).



Gambar 2.4 Besarnya energi celah pita pada semikonduktor (Trisunaryanti, 2018)

Fotokatalis merupakan gabungan dua kata, yaitu foto dan katalis sehingga dapat diartikan sebagai suatu proses kombinasi reaksi fotokimia yang memerlukan unsur cahaya dan katalis untuk mempercepat terjadinya transformasi kimia. Fenomena fotokatalis pada permukaan semikonduktor metal-oksida sebenarnya telah berhasil dilakukan oleh para ahli sejak abad lalu. Akan tetapi, semikonduktor fotokatalis mulai populer di kalangan publikasi Akira Fujishima di majalah *Nature* pada tahun 1972 yang melaporkan pemecahan air menjadi oksigen dan hidrogen menggunakan kristal tunggal TiO₂ dengan *input* sinar UV berenergi rendah (Trisunaryanti, 2018).

Material fotokatalis yang sering digunakan adalah TiO₂. TiO₂ dikenal memiliki 3 jenis struktur kristal, diantaranya anatase, brookite, dan rutil ditunjukkan pada Gambar 2.5. Anatase dan rutil memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookite memiliki struktur kristal ortorombik. Fasa anatase dan brookite merupakan fasa metastabil yang mudah berubah menjadi fasa rutil ketika dipanaskan. Fasa anatase stabil pada suhu di bawah 800 °C, di atas suhu tersebut maka akan terbentuk fasa rutil. Umumnya, fasa anatase lebih stabil dari pada fasa rutil dengan ukuran partikel di bawah 14 nm (Listanti, dkk., 2018). Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa TiO₂ anatase memiliki aktivitas katalitik yang lebih tinggi dibandingkan dua fasa lainnya (Wang, dkk., 2018). Struktur anatase merupakan bentuk paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar, ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan struktur rutil, serta strukturnya terbentuk pada rentang temperatur pemanasan dekomposisi senyawa titanium (400-650°C) (Licciulli dan Lisi, 2002).



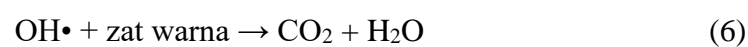
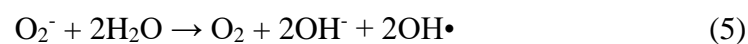
Gambar 2.5 Bentuk kisi kristal TiO_2 (a) rutil (tetragonal) (b) anatas (tetragonal) (c) brookit (ortorombik) (Liu, 2011)

TiO_2 berbentuk tetragonal dan dapat digambarkan sebagai rantai oktahedron TiO_6 . Perbedaan keduanya terdapat pada distorsi oktahedral dan pola susunan rantai oktahedralnya. Masing-masing ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam ion O^{2-} . Oktahedral pada struktur rutil mengalami sedikit distorsi ortorombik, sedangkan pada anatas distorsi ortorombiknya cukup besar sehingga relatif tidak simetri. Jarak antara Ti-Ti anatas lebih besar dibandingkan dengan rutil (3,79 dan 3,04 Å dengan 3,57 dan 3,96 Å) sedangkan jarak Ti-O anatas lebih kecil dibanding dengan rutil (1,934 dan 1,980 Å dengan 1,949 dan 1,980 Å). Setiap oktahedron pada struktur rutil dikelilingi oleh sepuluh oktahedron tetangga, sedangkan pada struktur anatas setiap oktahedron hanya dikelilingi delapan oktahedron tetangga. Distorsi ortorombik menyebabkan terjadinya perbedaan luasan aktif, anatas memiliki simetri geometris yang lebih mendukung untuk mengabsorpsi cahaya karena luasan aktifnya lebih besar daripada rutil (Hastuti, 2011).

TiO_2 dipandang memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan bahan semikonduktor lainnya, yaitu mempunyai energi celah pita yang besar (3,2 eV anatas dan 3,0 eV untuk rutil), seperti ditunjukkan pada Gambar 2.4. Energi celah pita pada TiO_2 ini sesuai untuk proses fotokatalis sehingga memudahkan terjadinya

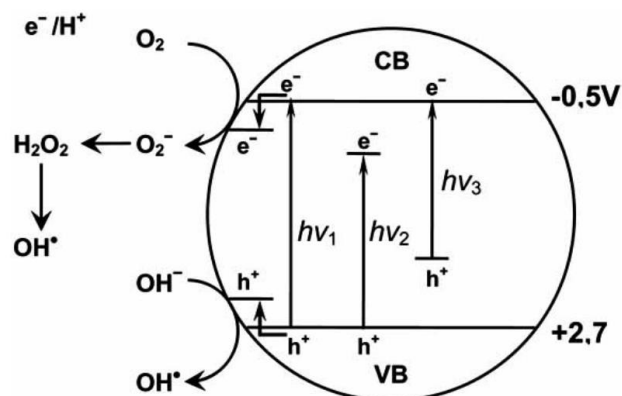
eksitasi e^- ke pita konduksi dan pembentukan h^+ pada pita valensi saat diinduksikan cahaya ultraviolet. Secara umum, TiO_2 memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan dengan fotokatalis lain, seperti $SrTiO_2$, WO_3 , Fe_2O_3 , dan CdS . Selain itu, TiO_2 juga mampu menyerap sinar ultraviolet dengan baik, memiliki kestabilan kimia dalam interval pH yang besar (0-14), tahan terhadap fotodegradasi, bersifat *inert* dan tidak larut dalam reaksi secara biologis, tidak beracun, memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi, serta relatif murah (Trisunaryanti, 2018).

Proses degradasi menggunakan fotokatalis TiO_2 melibatkan pembentukan pasangan e^-/h^+ yang mengarah pada pembentukan radikal hidroksil (OH^\bullet) dan anion superoksida (O_2^-). Radikal OH^\bullet dan anion O_2^- adalah spesies pengoksidasi utama dalam proses oksidasi fotokatalitik. Reaksi oksidatif ini akan menghasilkan pemutihan zat warna dan efisiensi degradasi akan bergantung pada konsentrasi oksigen yang menentukan efisiensi penguraian elektron pita konduksi dan pencegahan rekombinasi e^-/h^+ . Sebagai alternatif, elektron dalam pita konduksi dapat diambil oleh molekul zat warna yang teradsorpsi, yang mengarah pada pembentukan anion radikal zat warna dan reaksi selanjutnya dari anion radikal dapat menyebabkan degradasi zat warna (Saqib dan Muneer, 2003).



Berdasarkan reaksi (1-6) pembentukan e^-/h^+ terjadi ketika suspensi TiO_2 diiradiasi dengan energi cahaya yang lebih besar daripada energi celah pita. e^- yang dihasilkan dapat mereduksi zat warna atau bereaksi dengan akseptor elektron seperti O_2 yang teradsorpsi pada permukaan Ti atau larut dalam air dan mereduksinya menjadi anion radikal superoksida ($\text{O}_2^{\bullet-}$). h^+ yang terbentuk bereaksi dengan OH atau H_2O membentuk radikal OH^\bullet sebagai oksidator kuat dengan potensial redoks sebesar +2,8 V yang dapat mengoksidasi zat warna (Rashed dan El-Amin, 2007).

Banyak pendekatan yang dikembangkan untuk memodifikasi TiO_2 dalam meningkatkan reaktivitasnya di bawah cahaya tampak ($\lambda > 400 \text{ nm}$) sinar matahari dengan doping ion logam menggunakan logam transisi, fotokatalis tereduksi, doping ion non-logam, komposit TiO_2 dengan semikonduktor yang memiliki energi celah pita lebih rendah, *sensitizing* TiO_2 dengan pewarna, dan konversi tinggi TiO_2 menggunakan agen *luminescence*. Fotoaktivitas cahaya tampak dari TiO_2 dopan logam terjadi akibat tingkat energi baru yang dihasilkan pada celah pita TiO_2 oleh adanya dispersi nanopartikel logam dalam matriks TiO_2 . Elektron dari dopan logam dapat di eksitasi dari keadaan *defect*-nya ke pita konduksi TiO_2 oleh foton dengan energi sebesar $h\nu_2$ (Gambar 2.6). Keuntungan dengan adanya doping ion logam adalah penangkapan elektron dapat ditingkatkan untuk menghambat rekombinasi e^-/h^+ selama iradiasi cahaya tampak (Zaleska, 2008).



Gambar 2.6 Mekanisme fotokatalis TiO₂: $h\nu_1$: TiO₂ murni; $h\nu_2$: TiO₂ dopan logam dan $h\nu_3$: TiO₂ dopan non logam (Zaleska, 2008)

2.3 Pengaruh Dopan Logam Besi (III) pada Material Fotokatalis TiO₂

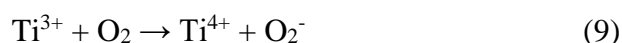
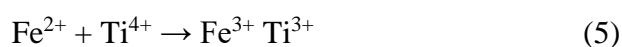
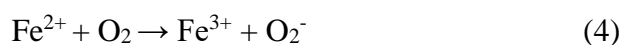
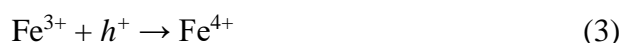
Proses fotokatalitik diawali dengan penyerapan sinar UV oleh TiO₂ pada panjang gelombang 365-385 nm, di mana sinar UV ini mempunyai energi lebih besar atau sama dengan energi celah pita TiO₂ anatas sehingga terjadi proses fotogenerasi dan menghasilkan rekombinasi e^-/h^+ (Dunlop, dkk., 2002). Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dapat dilakukan proses modifikasi struktur, ukuran partikel dan luas permukaan dari TiO₂ melalui penambahan doping ion. Ion dopan dapat menghambat rekombinasi e^-/h^+ , agar proses reaksi katalitik dapat berlangsung lebih lama pada permukaan TiO₂ (Wang, dkk., 2006; Yu, dkk., 2006). Semikonduktor TiO₂ anatas memiliki energi celah pita yang cukup lebar, yaitu 3,2 eV. Harga energi celah pita tersebut berhubungan dengan maksimal serapan panjang gelombang yang berkisar antara 350-400 nm dan merupakan spektra UV. Hal inilah yang menjadi masalah besar dalam aplikasinya dari sudut pandang efisiensi pemanfaatan sinar matahari karena 4-5% spektra dari sinar matahari berada pada daerah UV, sedangkan 45% spektra di daerah sinar tampak. Akibatnya, penggunaan semikonduktor TiO₂ kurang efektif dan kurang ekonomis jika diaplikasikan di lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan metode untuk

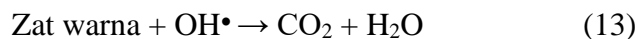
meningkatkan serapan spektra TiO₂ di daerah sinar tampak agar dapat diaplikasikan secara efektif (Garcia, dkk., 2003).

Pendekatan yang dapat digunakan untuk penggunaan TiO₂ pada daerah sinar tampak adalah memodifikasi struktur kimianya sehingga terjadi pergeseran penyerapan spektrum ke daerah sinar tampak. Salah satu modifikasi fotokatalis TiO₂ melibatkan pengantar (doping) dari logam dan non logam (Wardhani, dkk., 2016). Penggunaan ion dopan dari golongan halida, alkali, lantanida, dan transisi ternyata dapat meningkatkan kinerja dari fotokatalis TiO₂ (Sreethawong, dkk., 2006; Burns, dkk., 2002). Doping TiO₂ dengan ion logam transisi lebih disukai karena logam transisi memiliki sub kulit *d* yang kosong dengan ditunjukkannya bilangan oksidasi logam transisi terdiri dari dua atau lebih. Bilangan oksidasi ini dapat bertindak sebagai perangkap potensial untuk e⁻ yang mengalami fotoregenerasi dan akibatnya akan menghambat laju rekombinasi. Selain itu, banyak dari logam transisi memiliki potensial redoks lebih rendah daripada kondisi energi celah pita TiO₂. Sehingga substitusi ion logam transisi ke dalam kisi TiO₂ akan menimbulkan energi celah pita tengah yang menghasilkan pemanjangan serapan ke daerah sinar tampak karena elektron dapat di transfer dari pita valensi ke celah pita atau elektron orbital *d* dopan dapat dipindahkan ke pita konduksi TiO₂ (Khan dan Berk, 2013). Logam transisi yang digunakan sebagai dopan TiO₂ diantaranya V, Fe, Mo, Pd dan Nb untuk menurunkan energi celah pita. Logam besi memiliki energi celah pita sebesar 2,6 eV, yang dapat menurunkan energi celah pita TiO₂ sehingga meningkatkan efisiensi fotokatalis dengan menggeser panjang gelombang ke daerah sinar tampak (Nasralla, dkk., 2013). Berdasarkan plot Tauc celah pita TiO₂ adalah 3,2 eV, dengan adanya doping besi (III) energi celah pita

TiO₂ menjadi sekitar 2,9 eV (Ambati and Gogate, 2018). Li, dkk (2008) melaporkan besi (III) sebagai dopan dapat bertindak sebagai perangkap e⁻/h⁺ yang dapat meningkatkan *lifetime* dari fotokatalis. Doping logam besi ke dalam kisi TiO₂ tidak mengubah struktur katalis. Hal tersebut disebabkan oleh dua hal yaitu doping logam besi dalam konsentrasi rendah dan perbedaan jari-jari ionik antara Ti⁴⁺ (0,68 Å) dan Fe³⁺ (0,64 Å) yang rendah (Safari, dkk., 2013).

Jari-jari ion Fe³⁺ yang mirip dengan jari-jari ion Ti⁴⁺ mengindikasikan bahwa doping TiO₂ anatas dengan besi (III) terjadi reaksi padatan substitusi (Rohman, 2015). Hal tersebut juga dilaporkan oleh Ali, dkk (2017) dan Sood, dkk (2015), TiO₂ yang di doping besi (III) mempertahankan struktur anatas, yang menunjukkan bahwa dopan besi (III) secara substitusional digabungkan ke dalam kerangka TiO₂, menggantikan kation Ti⁴⁺. Berikut reaksi yang terjadi pada dopan besi (III) dengan adanya sinar matahari:





Ketika cahaya jatuh pada permukaan fotokatalis TiO_2 yang di doping dengan besi (III) (FeT) maka akan menghasilkan e^-/h^+ (1). Besi (III) yang di doping pada TiO_2 dapat bertindak sebagai perangkap e^-/h^+ (2-3), menghasilkan ion Fe^{2+} dan Fe^{4+} yang kurang stabil dibandingkan ion Fe^{3+} (karena konfigurasi $d5$ stabil yang terisi setengah). Sehingga, muatan yang terperangkap dapat dengan mudah dilepaskan kembali untuk membentuk ion Fe^{3+} yang stabil. Hal ini menyebabkan pembentukan radikal OH^\bullet dan anion O_2^- (4-6). Namun, apabila konsentrasi besi (III) tinggi, besi (III) dapat bertindak sebagai pusat rekombinasi untuk muatan pembawa sehingga mengurangi aktivitas fotokatalitik (7-8). Melalui reaksi redoks sejumlah spesies bermuatan dan radikal dengan potensial redoks tinggi dihasilkan (9-12). Radikal dengan potensial redoks tinggi akan mengoksidasi zat warna membentuk produk akhir (13) (Sood, dkk., 2015).

Ali, dkk (2017) melaporkan meningkatnya konsentrasi doping besi (III), dapat menurunkan aktivitas fotokatalitik TiO_2 . Hal ini dapat terjadi karena meningkatnya pembentukan perangkap pembawa muatan yang dapat meningkatkan rekombinasi e^-/h^+ , karena jumlah pembawa muatan yang lebih rendah mencapai permukaan fotokatalis untuk proses degradasi zat warna. Selain itu pada konsentrasi doping yang lebih tinggi, akumulasi dopan terjadi pada permukaan katalis yang dapat mengurangi kedalaman penetrasi cahaya. Selain itu, akumulasi dopan menutupi bagian fotosensitif permukaan fotokatalis, sehingga mengurangi situs aktif permukaan dan degradasi zat warna menjadi berkurang. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Shirsath, dkk (2013) doping TiO_2 dengan

besi (III) dalam konsentrasi 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 dan 2%, menunjukkan bahwa konsentrasi optimum dopan besi (III) adalah 1,2% dalam degradasi senyawa organik. Sedangkan dalam konsentrasi yang lebih tinggi, besi (III) berperan sebagai pusat rekombinasi yang dapat menurunkan efisiensi fotodegradasi.

2.4 Sintesis Material TiO₂-Fe dengan Metode Sonikasi dan Metode Sonikasi-Hidrotermal

2.4.1 Metode Sonikasi

Metode sonikasi merupakan penggunaan ultrasonik dengan frekuensi 20 KHz–10 MHz. Medan ultrasonik akan menghasilkan efek kimia dan fisika yang diakibatkan oleh meledaknya gelembung kavitas mikro yang disebabkan getaran ultrasonik sehingga efek tersebut berdampak pada terjadinya proses sonokimia. Ultrasonik dapat meningkatkan kereaktifan kimia pada suatu sistem yang secara efektif bertindak sebagai katalis untuk lebih mereaktifkan atom-atom dan molekul dalam sistem (Risniarti, 2016). Gelombang ultrasonik dapat merambat dalam medium padat, cair dan gas. Proses perambatannya secara longitudinal dengan arah rambat sejajar. Sehingga, karakteristik gelombang ultrasonik tersebut mengakibatkan getaran partikel secara periodik. Karena prosesnya kontinu maka dapat menyebabkan partikel medium membentuk rapatan (*strain*) dan regangan (*stress*) (Leong, dkk., 2011). Gelembung kavitas (*cavitation bubble*) yang terbentuk dapat menghasilkan partikel dalam skala nanometer (Fahmi, 2020). Dalam metode sonikasi akan menurunkan tegangan permukaan partikel sehingga menunjukkan adanya gaya tarik menarik yang lebih rendah dibandingkan gaya tarik menarik yang dihasilkan oleh metode lainnya. Hal tersebut diduga karena partikel-

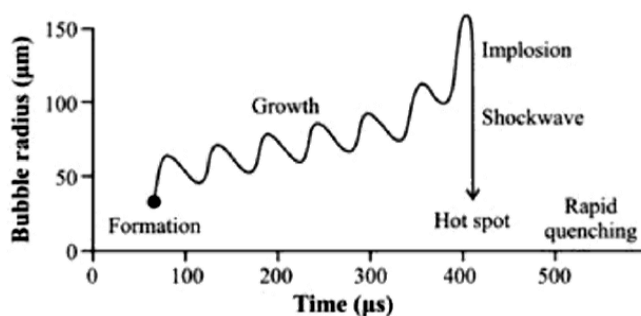
partikel dalam larutan menerima efek dengan adanya peningkatan amplitudo dan lama waktu sonikasi sehingga terjadi peningkatan energi yang menyebabkan perubahan ukuran droplet. Partikel akan menyerap gelombang ultrasonik yang diberikan dari alat ultrasonikator. Peristiwa tersebut dapat meningkatkan tegangan geser yang mengakibatkan penurunan ukuran partikel (Rusdiana, 2018).

Adapun kelebihan dari metode sonikasi diantaranya (Rismiarti, 2016; Rusdiana, 2018):

1. Teknik ini dinilai lebih efektif dan efisien karena memerlukan waktu yang relatif lebih singkat dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang,
2. Dari segi keamanan, metode ini tergolong aman karena menggunakan frekuensi yang tidak terlalu tinggi,
3. Pada reaksi yang menggunakan bahan padat, ultrasonik dapat memecah padatan dari energi yang ditimbulkan akibat pecahnya kavitasi,
4. Memberikan komponen reaktan padat luas permukaan yang lebih besar untuk meningkatkan laju reaksi, dan
5. Menghasilkan ukuran partikel sangat kecil sehingga mencegah terjadinya proses *creaming* atau sedimentasi selama masa penyimpanan

Ada dua jenis kavitasi yang dibedakan yaitu kavitasi stabil dan kavitasi sementara. Kavitasi stabil biasanya terjadi ketika gelembung mikro terutama yang mengandung gas (misalnya udara) dan cenderung berumur lebih lama daripada siklus ultrasonik. Selama frekuensi resonansi kavitasi stabil lebih tinggi daripada frekuensi ultrasonik selama pertumbuhan gelembung, maka gelembung akan didorong ke anti noda tekanan yang dapat menyebabkan beberapa reaksi kimia. Sebaliknya, kavitasi sementara adalah fenomena dengan durasi yang lebih singkat.

Gelembung yang terbentuk dengan cepat sebagian besar mengandung uap cairan dan dengan cepat pecah setelah beberapa siklus. Kavitasi sementara cukup sering dianggap sebagai cara paling efisien untuk mendorong reaksi kimia yang berbeda dengan intensitas ultrasonik yang tinggi sehingga pembentukan gelombang berdiri dapat dihindari. Pada intensitas ultrasonik yang rendah akan menghasilkan gelombang berdiri dengan jumlah besar yang dihasilkan dari induksi reaksi kimia melalui kavitasi yang stabil. Dalam proses kavitasi, gelembung kavitasi akan bertambah besar karena tekanan akustik positif. Kemudian gelembung ini akan pecah dan mengarah pada pembentukan inti baru untuk kavitasi berikutnya ditunjukkan oleh Gambar 2.7. Setiap akan pecah dan bertindak sebagai titik panas (*hotspot*). Proses pecahnya gelembung menghasilkan energi, sehingga suhu dan tekanan akan naik hingga 5000 K dan 1000 atm, dan laju pendinginan secepat 10^9 K.s^{-1} (Ameta, dkk., 2018).



Gambar 2.7 Pembentukan, pertumbuhan dan pecahnya gelembung (Ameta, dkk., 2018)

Suhu yang digunakan sangat tinggi ($>5000 \text{ K}$), tekanan ($>20 \text{ MPa}$) dan laju pendinginan yang sangat tinggi ($>10^{10} \text{ K.s}^{-1}$) memberikan sifat unit pada media cairan dalam metode sonikasi sehingga mampu mereduksi ion logam menjadi nanopartikel oksida logam atau logam (Guo, dkk., 2011). Kristalinitas nanopartikel

TiO₂-Fe yang di sintesis dengan metode sonokimia mengarah pada peningkatan pembentukan partikel kristal dengan fase anatas, serta adanya doping besi (III) dapat menurunkan ukuran kristal yang terbentuk (Shirsath, dkk., 2013). Selain itu, penelitian yang dilakukan Ambati dan Gogate (2018) melakukan sintesis TiO₂ terdoping besi (III) dengan membandingkan material hasil sintesis menggunakan metode konvensional dan ultrasonik. Hasil penelitian menunjukkan TiO₂-Fe yang disintesis menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil yaitu 25,43 nm. Sedangkan TiO₂-Fe yang disintesis dengan metode konvensional menghasilkan ukuran partikel sebesar 31,15 nm.

2.4.2 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan metode yang digunakan untuk mereaksikan dua atau lebih senyawa di dalam *autoclave* dengan bantuan uap air bertekanan lebih dari 1 atm dan suhu di atas 100 °C. Keuntungan utama dari sintesis hidrotermal bila dibandingkan proses lain adalah kemampuannya untuk membentuk kristalinitas senyawa yang baik, sehingga tidak diperlukan lagi proses perlakuan panas pada suhu yang lebih tinggi. Selain itu, reaksi berlangsung cukup cepat dengan pengontrolan kristalinitas, ukuran kristal, kemurnian dan proses pembuatan yang mudah karena hanya memainkan suhu dan waktu sintesis (Priyono, 2018). Prinsip dari metode hidrotermal yaitu pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) dengan menggunakan medium cair di mana sistem yang tertutup ini memungkinkan tekanan dan suhu dapat meningkat dengan cepat (Putri, dkk., 2018).

Kelebihan dari metode sintesis hidrotermal diantaranya (Putri, dkk., 2018; Byrappa and Yoshimura, 2001; Tiwari, dkk., 2018)

1. Terbentuk kristal secara langsung dari larutan, karena telah di kalsinasi pada suhu tinggi, selama dalam waktu yang lama sehingga terjadinya serbuk dalam larutan secara langsung,
2. Ukuran partikel dan bentuknya dapat dikontrol dengan menggunakan material awal dan kondisi hidrotermal yang berbeda,
3. Kereaktifan kristal yang dihasilkan tinggi, ini disebabkan oleh penggunaan suhu yang tinggi,
4. Pada kondisi super *super-heated water*, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. Apabila dalam suhu dan tekanan tinggi oksida logam sukar larut, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut,
5. Metode hidrotermal dapat digunakan untuk fasa dengan suhu rendah (α -kuarsa, α -berlinite, dan lainnya) dan senyawa dengan sifat metastabil seperti Te_2I ,
6. Kristal yang dihasilkan memiliki kemurnian tinggi, biaya rendah, laju reaksi tinggi, ramah lingkungan, tidak perlu instrumen yang sangat canggih dan dispersi yang baik, serta
7. Menghasilkan kristal tunggal dengan distribusi ukuran sempit

Beberapa penelitian telah dilakukan dalam menyintesis TiO_2 terdoping besi (III) menggunakan metode sonikasi-hidrotermal. Sintesis TiO_2 -Fe berhasil dilakukan oleh Li, dkk (2010) dengan metode sonikasi-hidrotermal pada suhu pemanasan 150°C selama 20 jam dan suhu pengeringan 60°C selama 12 jam. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa fasa amorf dari TiO_2 dapat diubah menjadi fasa besi (III) dengan perlakuan hidrotermal. Serta, tidak adanya puncak dari besi (III)

yang diamati pada sampel yang mengkristal. Hal ini dapat diduga terjadi karena konsentrasi dopan besi yang rendah dalam sampel atau kemungkinan ion Fe^{3+} menggantikan posisi kisi Ti^{4+} dalam kristal TiO_2 . Penelitian lain yang dilakukan oleh Teng, dkk (2013) yang menyintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ pada suhu yang lebih tinggi yaitu $180\text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam menjelaskan bahwa penggabungan besi (III) ke dalam kisi TiO_2 mempercepat penurunan kristalinitas, serta tidak ada fasa Fe_2O_3 yang terdeteksi seiring meningkatnya dopan besi (III).

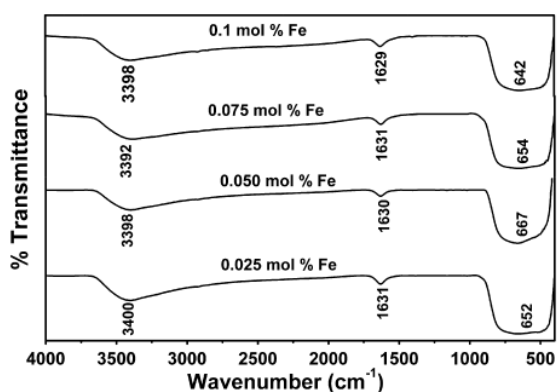
2.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis

2.5.1 Karakterisasi dengan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Spektroskopi inframerah berkaitan dengan adanya interaksi antara cahaya atau radiasi elektromagnetik dengan getaran ikatan kovalen dan getaran kisi kristal ionik. Data yang diperoleh dari spektroskopi IR berupa data kualitatif dan kuantitatif tentang sifat ikatan kimia dan kisi kristal akibat dari radiasi yang ditransmisikan, dipantulkan atau disebarkan (Nishikida, dkk., 1995). Komponen dasar dari spektrofotometer FTIR adalah sumber radiasi *infrared* (IR), interferometer, tempat sampel, detektor dan *display*/komputer. Berkas polikromatik dari sumber radiasi memasuki interferometer dan akan menghasilkan interferogram. Berkas yang dihasilkan dilewatkan pada tempat sampel, di mana berkas akan ditransmisikan atau dipantulkan dari permukaan sampel dan sebagian berkas akan diserap. Berkas yang lolos akan diteruskan pada detektor yang akan mengukur rentang bilangan gelombang yang dihasilkan. Komputer akan mengubah interferogram menjadi spektrum absorpsi melalui teknik matematika yang disebut

dengan transformasi *fourier*. Spektrometer FTIR dapat berupa berkas tunggal atau berkas ganda (Petit and Madejova, 2013).

FTIR merupakan suatu metode yang digunakan untuk mengetahui keberadaan gugus-gugus fungsional utama di dalam struktur senyawa yang diidentifikasi, sekaligus untuk memperkirakan keberadaan dopan di dalam struktur TiO₂. Daerah spektra IR biasanya dibedakan menjadi dua, yaitu daerah frekuensi gugus fungsional dan daerah *fingerprint* (Trisunaryati, 2018). Sood, dkk (2015) melakukan sintesis TiO₂-Fe dengan variasi doping 0,025, 0,05, 0,075 dan 0,1%. *Peak* yang dihasilkan pada Gambar 2.8 dari masing-masing konsentrasi dopan menunjukkan kemiripan, di mana bilangan gelombang 3330 cm⁻¹ merupakan gugus fungsi O-H. Bilangan gelombang 1640 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk H-O-H dari uap air yang teradsorpsi dan mengindikasikan bahwa ion Fe³⁺ berhasil terdoping ke dalam matriks TiO₂, karena adanya penyerapan gugus O-H. Serta, bilangan gelombang 400-500 cm⁻¹ menunjukkan *peak* peregangan dari gugus Ti-O.



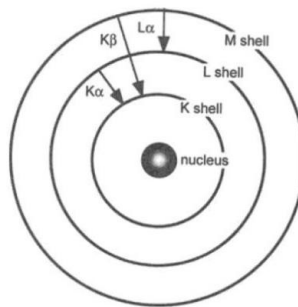
Gambar 2.8 Spektra FTIR nanopartikel TiO₂ terdoping $x\%$ Fe (Sood, dkk., 2015)

2.5.2 Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-Ray Diffraction (XRD) adalah teknik non destruktif untuk karakterisasi suatu kristal. XRD memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal

(tekstur), dan parameter lainnya, seperti ukuran butir rata-rata, kistalinitas, regangan dan cacat kristal. Puncak kristal di hasilkan oleh interferensi konstruktif dari berkas sinar-X monokromatik yang tersebar pada sudut tertentu dari setiap rangkaian bidang kisi dalam sampel. Intensitas puncak ditentukan oleh posisi atom di dalam bidang kisi. Akibatnya pola XRD terbentuk atas susunan periodik atom dalam suatu kristal (Methods for Assessing Surface Cleanliness, 2019).

Sinar-X diproduksi dalam tabung sinar-X yang terdiri dari dua elektroda logam dalam sebuah wadah ruang hampa. Elektron di produksi dengan memanaskan katoda filamen tungsten. Katoda berada pada potensial negatif tinggi, dan elektron dipercepat menuju anoda, dari keadaan dasar. Elektron yang memiliki kecepatan sangat tinggi, bertabrakan dengan anoda pendingin air. Hilangnya energi elektron karena tumbukan dengan anoda logam disebut sebagai sinar-X. Sebenarnya hanya sebagian kecil (<1%) berkas elektron yang diubah menjadi sinar-X, sebagian besar dihamburkan sebagai panas. Ada lebih dari satu garis karakteristik atau kulit-kulit atom. Perbedaan dari kulit-kulit tersebut sesuai dengan transisi elektron pada tingkat energi yang berbeda-beda. Kulit-kulit atom dibedakan menjadi kulit K, L, M dan seterusnya. Terminologi ini terkait dengan model atom Bohr, di mana elektron digambarkan mengorbit inti pada kulit tertentu ditunjukkan pada Gambar 2.9. Jika *hole* pada kulit K diisi oleh elektron dari kulit L, maka akan dihasilkan sinar-X K- α , tetapi apabila *hole* pada kulit K diisi oleh elektron dari kulit M, maka akan dihasilkan sinar-X K- β . Apabila terdapat *hole* pada kulit L dan *hole* tersebut diisi elektron dari kulit M maka akan dihasilkan sinar-X L- α (Suryanarayana, 2013).



Gambar 2.9 Transisi elektron dalam atom, yang menghasilkan sinar-X K- α , K- β , dan L- α (Suryanarayana, 2013)

XRD didasarkan pada hukum Bragg (Saxena, 2019):

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots (2.1)$$

Di mana λ adalah panjang gelombang sinar-X, θ adalah sudut sinar terdifraksi, dan d adalah jarak antar bidang pendifraksi.

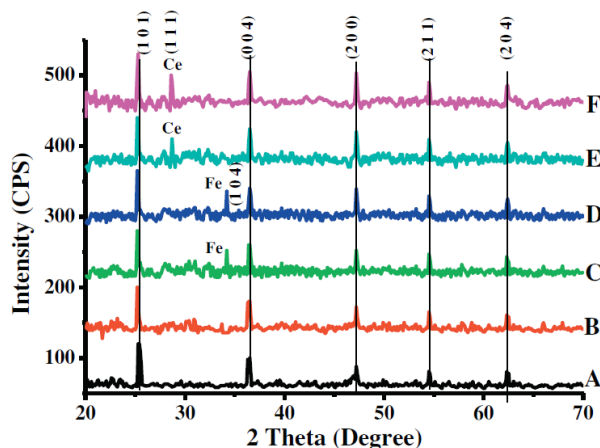
Ukuran kisi kristal juga dapat ditentukan menggunakan XRD, yaitu dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer (Trisunaryanti, 2018):

$$D = \frac{K\lambda}{dW \cdot \cos\theta} \dots\dots\dots (2.2)$$

Di mana D adalah rata-rata ukuran kristal (nm), K adalah konstanta (~ 1), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm), dW adalah lebar puncak pada setengah intensitas, dan θ adalah sudut Bragg.

Sood, dkk (2015) melakukan sintesis TiO₂ terdoping besi (III) menyebutkan bahwa konsentrasi dopan yang rendah menghasilkan dispersi ion logam pada kisi TiO₂ atau penggantian ion Ti⁴⁺ oleh ion Fe³⁺. Konsentrasi dopan besi (III) yang rendah tidak membentuk fasa Fe₂O₃, serta menghasilkan kristal berukuran 25 nm. Hasil karakterisasi XRD pada Gambar 2.10 yang dilakukan oleh Shirsath, dkk (2013) menunjukkan puncak utama yang dihasilkan oleh TiO₂ anatas berada pada $2\theta = 25,2^\circ, 38^\circ, 47,6^\circ, 55,1^\circ$ dan $61,9^\circ$. Sedangkan, TiO₂-Fe berada pada $2\theta = 25,8^\circ,$

36,9°, 48,1°, 54,1° dan 62,4° yang mengindikasikan bahwa doping dengan ion logam tidak mempengaruhi struktur kristal partikel TiO₂.

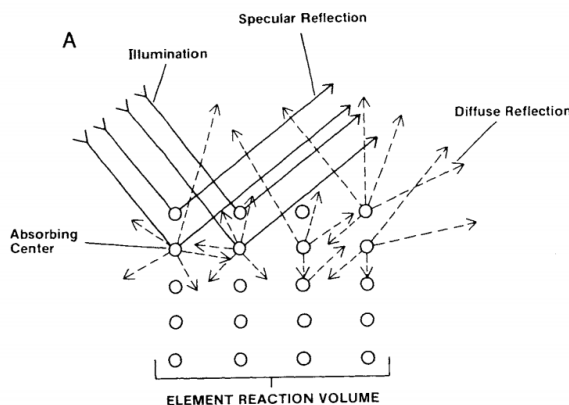


Gambar 2.10 Pola XRD TiO₂-Ce, TiO₂-Fe, dan TiO₂ (Shirsath, dkk., 2013)

2.5.3 Karakterisasi dengan UV-Vis/*Diffuse Reflectance Spectroscopy*

Salah satu karakteristik material semikonduktor adalah adanya energi celah pita yang menunjukkan jarak antara pita konduksi (*conduction band*) dan pita valensi (*valence band*). Energi celah pita merupakan besaran energi yang diperlukan suatu elektron untuk dapat tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Semakin besar energi celah pita, maka semakin sulit untuk elektron tereksitasi karena energi yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron akan semakin besar. Partikel semikonduktor akan menjadi oksidator yang mampu mendegradasi sejumlah polutan bila dikenai cahaya dengan panjang gelombang yang sesuai dengan energi celah pita semikonduktor tersebut (Hindryawati, 2020). Lebar energi celah pita semikonduktor menentukan sejumlah sifat fisis semikonduktor tersebut. Beberapa besaran yang bergantung pada lebar energi celah pita adalah mobilitas pembawa muatan dalam semikonduktor, kerapatan pembawa muatan, spektrum absorpsi, dan spektrum luminisensi (Abdullah dan Kahirurrijal, 2009). Umumnya

perangkat atau alat yang digunakan untuk mengukur energi celah pita adalah UV-Vis/*Diffuse Reflectance Spectroscopy* atau UV-Vis/DRS.

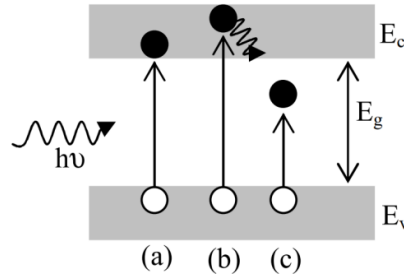


Gambar 2.11 Prinsip UV-Vis/DRS (Danielson, 1996)

Prinsip dari UV-Vis/DRS pada Gambar 2.11 menjelaskan unsur atau senyawa yang dianalisis dapat disinari oleh sumber cahaya langsung atau sumber cahaya difusi. Kedua sumber cahaya tersebut akan memberikan pantulan spekulat dan difusi. Refleksi spekulat di definisikan sebagai refleksi dari permukaan sampel, di mana sudut datang sama dengan sudut pantul dan nilai dari refleksi spekulat bernilai minimum. Refleksi difusi muncul dari interaksi cahaya dengan berbagai faktor kimia dan fisika dalam volume reaksi elemen dan merupakan nilai utama pengukuran. Interaksi-interaksi tersebut mencakup sifat absorpsi, transmisi dan hamburan dari elemen yang disinari (Danielson, 1996).

Gambar 2.12 menunjukkan ketika semikonduktor disinari foton maka foton akan diserap kemudian terbentuk pasangan e^-/h^+ (a), jika $h\nu = E_g$. Ketika $h\nu > E_g$, pasangan e^-/h^+ akan terbentuk dan kelebihan energi diubah dalam bentuk panas (b). Proses (a) dan (b) disebut sebagai proses intrinsik (*band to band transition*). Saat $h\nu < E_g$ maka foton akan diserap, jika terdapat energi dalam celah terlarang akibat

dari adanya cacat, maka akan terjadi transisi ekstrinsik (c) (Widiyandari dan Budiman, 2004).



Gambar 2.12 Transisi dasar semikonduktor (Widiyandari dan Budiman, 2004)

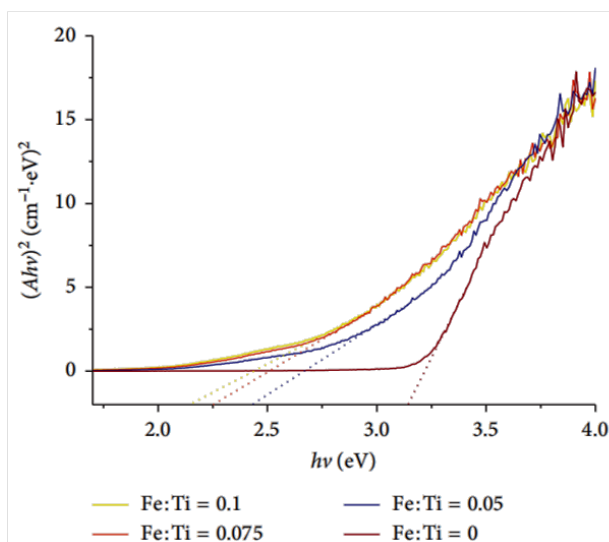
Secara empiris, *Diffuse Reflectance Spectra* (DRS) diturunkan dalam persamaan Kubelka-Munk (K-M) (Karim, dkk., 2016):

$$F(R) = \frac{K}{S} = \frac{(1-R)^2}{2R} \dots\dots\dots (2.3)$$

Di mana $F(R)$ = faktor Kubelka-Munk, K = koefisien absorpsi, S = koefisien *scattering* dan R = nilai reflektan yang diukur. Penentuan energi celah pita dapat ditentukan melalui hubungan fungsi Kubelka-Munk dan energi. Perhitungan diplotkan antara $y = (K-M \cdot hv)^2$ dengan $x = hv$, nilai x pada saat $y = 0$ merupakan nilai energi celah pita.

Dalam penelitian yang dilakukan oleh Sood, dkk (2015) hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis/DRS menunjukkan penyerapan meningkat secara signifikan dengan peningkatan kandungan dopan besi (III). Doping besi (III) ke dalam matriks TiO_2 , menyebabkan peningkatan penyerapan cahaya, memperluas respon spektral fotokatalis menjadi 426 nm. Dengan meningkatnya kandungan besi (III), maka energi celah pita menurun. Energi celah pita fotokatalis TiO_2 -Fe 0,1% adalah 2,9 eV, lebih rendah dibandingkan fotokatalis TiO_2 . Solano, dkk (2019) juga

melaporkan energi celah pita mengalami penurunan 1 eV dengan penambahan 0,1% Fe^{3+} (Gambar 2.13), tanpa mengubah posisi tepi pita valensi TiO_2 dengan memperkenalkan tingkat energi baru ($\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{4+}$) dari transisi ion Fe^{3+} ke dalam energi celah pita TiO_2 .

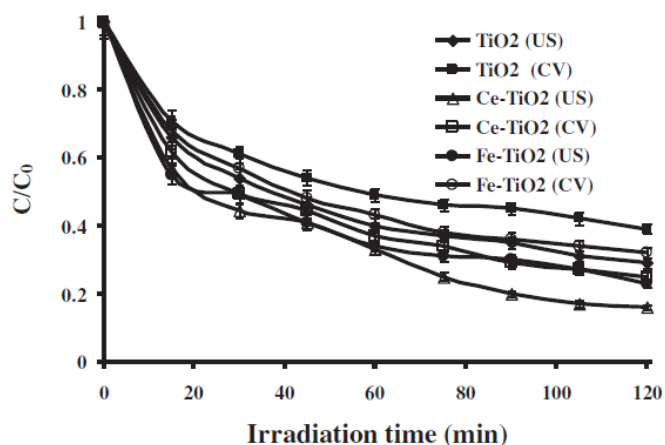


Gambar 2.13 Energi celah pita dari nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-Fe } x\%$ (Solano, dkk., 2019)

2.6 Pengaruh Lama Penyinaran terhadap Efektivitas Fotokatalis

Sumber sinar tampak alami utama adalah sinar matahari. Di daerah khatulistiwa, sinar matahari dapat dinikmati selama 12 jam setiap harinya. Diharapkan penggunaan fotokatalis dapat memaksimalkan penggunaan sinar matahari agar dapat menghemat biaya karena tidak memerlukan lagi listrik untuk mengaktifkan lampu artifisial (seperti sinar UV) (Dony dan Aziz, 2013). Pada kondisi penyinaran yang diperoleh dari sinar matahari memberikan hasil degradasi yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan sinar UV. Hal ini dikarenakan sinar matahari memiliki intensitas dan panjang gelombang antara (310-2300 nm) yang lebih besar dibandingkan dengan panjang gelombang sinar UV (200-380 nm) (Lestari, dkk., 2015). Waktu penyinaran merupakan lamanya interaksi antara

fotokatalis TiO_2 dengan cahaya UV dalam menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$. Selain itu juga mempengaruhi lamanya kontak antara $\text{OH}\cdot$ dengan zat warna yang di degradasi. Semakin lama waktu penyinaran maka akan meningkatkan energi foton yang dihasilkan. Meningkatnya energi foton yang dihasilkan maka akan menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$ yang semakin banyak. Radikal $\text{OH}\cdot$ di sini adalah oksidator kuat yang dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna. Banyaknya $\text{OH}\cdot$ yang dihasilkan maka semakin banyak pula zat warna yang terdegradasi (Andari, 2019). Peningkatan degradasi pada sinar matahari mencapai hingga 99,18% sedangkan pada sinar UV hanya 79,29% selama 120 menit, hal tersebut menunjukkan bahwa energi foton dari sinar matahari mampu menyebabkan fotokatalis menghasilkan $\text{OH}\cdot$ lebih banyak dibandingkan energi foton dari sinar UV (Lestari, dkk., 2015). Degradasi senyawa organik oleh TiO_2 terdoping besi (III) menggunakan radiasi sinar tampak tanpa adanya penambahan oksidator, menunjukkan degradasi maksimum senyawa para-nitrofenol 10 mg/L sebanyak 92% selama 300 menit oleh 0,05 mol% $\text{TiO}_2\text{-Fe}$. Sedangkan, pada senyawa metilen biru 10 mg/L berhasil di degradasi oleh 0,075 mol% $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ selama 180 menit sebanyak 93% (Sood, dkk., 2015). Shirsath, dkk (2013) juga melakukan degradasi zat warna *crystal violet* menggunakan $\text{TiO}_2\text{-Fe}$. Hasil yang ditunjukkan pada Gambar 2.14 menjelaskan bahwa degradasi optimum *crystal violet* 30 mg/L pada pH 6,5 di bawah iradiasi sinar UV pada menit ke 120. Karena, setelah 120 menit degradasi *crystal violet* mengalami penurunan. Di mana selama 120 menit $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ mampu mendegradasi 77% *crystal violet*.



Gambar 2.14 Variasi waktu penyinaran terhadap degradasi *crystal violet* menggunakan katalis yang berbeda (Shirsath, dkk., 2013)

2.7 Perspektif Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan dan Usaha Penanggulangannya

Lingkungan hidup adalah sistem yang merupakan kesatuan ruang dengan semua benda, daya, keadaan, dan makhluk hidup, termasuk di dalamnya manusia dan perilakunya yang mempengaruhi kelangsungan kehidupan dan kesejahteraan manusia serta makhluk hidup lainnya (Ilyas, 2008). Perilaku manusia terhadap keadaan alam dapat membawa dampak positif seperti kebahagiaan, kesejahteraan atau kemuliaan, sedangkan dampak negatif yang dapat ditimbulkan adalah pencemaran lingkungan yang dapat mengganggu keseimbangan ekosistem alam. Pencemaran lingkungan hidup merupakan masuknya atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, energi dan/atau komponen lain ke dalam lingkungan hidup oleh kegiatan manusia atau proses alam sehingga kualitasnya turun sampai ke tingkat tertentu yang menyebabkan lingkungan hidup tidak dapat berfungsi sesuai dengan peruntukannya (UU RI No. 23 Tahun 1997). Larangan kepada umat manusia untuk tidak melakukan kerusakan lingkungan telah disebutkan dalam Q.S. Al-An'am (6)

ayat 165 yang menegaskan larangan umat manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* untuk berbuat kerusakan di muka bumi

وَهُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ الْأَرْضِ وَرَفَعَ بَعْضَكُمْ فَوْقَ بَعْضٍ دَرَجَاتٍ لِّيُبْلُوَكُمْ فِي مَا آتَاكُمْ إِنَّ رَبَّكَ
سَرِيعُ الْعِقَابِ وَإِنَّهُ لَغَفُورٌ رَّحِيمٌ

Artinya: “Dan Dialah yang menjadikan kamu sebagai khalifah-khalifah di bumi dan Dia mengangkat (derajat) sebagian kamu di atas yang lain, untuk mengujimu atas (karunia) yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya Tuhanmu sangat cepat memberi hukuman dan sungguh, Dia Maha Pengampun, Maha Penyayang” (Q.S Al-An’am (6) : 165)

Kata (خلائف) dalam surat Al-An’am (6) ayat 165 disebutkan plural atau jamak sering kali diartikan sebagai “pengganti” karena yang menggantikan selalu berada atau datang (Al-Ishfahani, 1992). Menurut Shihab (2000) dalam buku Tafsir Al-Mishbah bahwa kata *khalifah* pada mulanya berarti yang menggantikan atau yang datang sesudah siapa yang datang sebelumnya. Selain itu, Ibnu Katsir dalam Tafsir Al-Qur’an Al-Azhim menegaskan bahwa sebelum Adam telah ada manusia atau makhluk lain yang mendiami bumi, dan mereka ini telah mengemban amanat, akan tetapi mereka tidak mampu melaksanakan amanat itu dengan sebaik-baiknya. Justru cenderung berbuat kerusakan, maka Allah mengganti kepemimpinan mereka dengan penguasa yang baru yaitu Adam (خليفة). Pendapat M. Quraish Shihab, maupun Ibnu Katsir memiliki pesan yang sama, bahwa *khalifah* bermakna kaum yang silih bergantian mendiami bumi dan diberikan tugas dan wewenang oleh Allah untuk membangun dan menciptakan kemakmuran, menegakkan keadilan dan mencegah segala bentuk penyimpangan moral (Muid, 2010). Kehadiran manusia di muka bumi ini adalah untuk memenuhi amanah Allah SWT. Dalam rangkaian surat Al-Qur’an banyak tersimpan petunjuk bahwa amanah Allah SWT itu mencakup

kewajiban dan tanggung jawab sesama manusia dan juga terhadap alam sekitarnya (Manan, 2015). Sehingga manusia sebagai *khalifah* di muka bumi memiliki peran yang penting dalam menjaga lingkungan, agar dapat terus dimanfaatkan untuk keberlangsungan hidup umat manusia dan makhluk hidup lainnya.

Salah satu kerusakan lingkungan yang dapat ditimbulkan adalah pencemaran lingkungan perairan. Air merupakan sumber daya alam yang sangat vital, sangat diperlukan dan menentukan keberlanjutan kehidupan di muka bumi. Bahkan menurut pandangan agama (Islam), air merupakan unsur atau elemen utama yang terlebih dahulu diciptakan Tuhan sebelum menciptakan kehidupan di bumi (Mawardi, 2014) seperti disebutkan dalam firman Allah Q.S Al-Anbiya (21) ayat 30 dan Q.S Al-Baqarah (2) ayat 164 tentang manfaat air bagi kehidupan manusia:

أَوَلَمْ يَرَ الَّذِينَ كَفَرُوا أَنَّ السَّمُوتِ وَالْأَرْضَ كَانَتَا رَتْقًا فَفَتَقْنَاهُمَا^{٣٠} وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ

Artinya: “Dan Kami jadikan segala sesuatu yang hidup berasal dari air; maka mengapa mereka tidak beriman?” (Q.S Al-Anbiya (21) : 30)

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَالْفُلْكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ بِمَا يَنْفَعُ النَّاسَ وَمَا أَنْزَلَ اللَّهُ مِنَ السَّمَاءِ مِنْ مَّاءٍ فَأَحْيَا بِهِ الْأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ^{١٦٤} وَتَصْرِيفِ الرِّيْحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَخَّرِ بَيْنَ السَّمَاءِ وَالْأَرْضِ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَعْقِلُونَ

Artinya: “Sesungguhnya pada penciptaan langit dan bumi, pergantian malam dan siang, kapal yang berlayar di laut dengan (muatan) yang bermanfaat bagi manusia, apa yang diturunkan Allah dari langit berupa air, lalu dengan itu dihidupkan-Nya bumi setelah mati (kering), dan Dia tebarkan di dalamnya bermacam-macam binatang, dan perkisaran angin dan awan yang dikendalikan antara langit dan bumi, (semua itu) sungguh, merupakan tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang-orang yang mengerti” (Q.S Al-Baqarah (2) : 164)

Dalam surat Al-Anbiya (21) ayat 30 dan surat Al-Baqarah (2) ayat 164, kata air dalam Al-Qur'an disebutkan *mufrad* (tunggal) yaitu *Ma'* (ماء) dan tidak disebutkan dalam bentuk jamak *amwah* (أمواه) atau *miyah* (مياه) (Imamudin, 2012). Surat Al-Anbiya (21) ayat 30 juga menerangkan secara umum bahwa semua kehidupan bersumber dari air, serta dalam Tafsir Al-Mishbah mengungkap konsep penciptaan planet, termasuk bumi, yang dikuatkan oleh penemuan ilmu pengetahuan berasal dari air (Abdullah, 2019). Air memainkan peranan dalam pembentukan sebagian relief bumi, seperti lembah-lembah dan tanah-tanah datar. Serta, air yang terkumpul di dalam atau permukaan bumi yang dapat dimanfaatkan sebagai penopang kehidupan, sarana transportasi, spiritual, medis, sumber energi dan lain sebagainya (Imamudin, 2012; Sawaluddin, 2018).

Salah satu upaya umat manusia dalam menjaga kualitas air agar dapat terus dimanfaatkan oleh seluruh makhluk hidup adalah dengan berupaya mengurangi bahaya dari pencemaran lingkungan yang dapat diakibatkan oleh limbah zat warna sebagai bentuk pelestarian lingkungan perairan. Dalam upaya mengurangi bahaya pencemaran lingkungan dapat diperoleh dengan menuntut ilmu untuk mempelajari dan menemukan metode yang tepat sehingga dapat digunakan dalam mengurangi dampak pencemaran lingkungan. Menuntut ilmu merupakan suatu kewajiban bagi umat muslim yang diriwayatkan Ibnu Majah dan dishahihkan oleh Syaikh Albani dalam Shahih wa Dha'if Sunan Ibnu Majah no. 224

طَلَبُ الْعِلْمِ فَرِيضَةٌ عَلَى كُلِّ مُسْلِمٍ

Artinya: “Menuntut ilmu adalah kewajiban bagi setiap individu muslim” [H.R. Ibnu Majah No. 224].

Adapun metode yang sedang dikembangkan dalam menangani permasalahan limbah zat warna adalah dengan metode fotodegradasi. Pemanfaatan metode fotodegradasi limbah dapat dilakukan menggunakan material fotokatalis TiO_2 terdoping logam besi (III). Penggunaan $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ telah banyak dilaporkan sebagai fotokatalis yang efektif dalam degradasi limbah zat warna dalam air. Sehingga penelitian mengenai $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ merupakan upaya pelestarian lingkungan perairan, yang bertujuan dalam menanggulangi bahaya limbah zat warna.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada 23 Agustus sampai dengan 23 Oktober 2021 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, spatula, neraca analitik, *magnetic stirrer*, botol semprot, mortar *agate*, *hot plate*, cawan uap, cawan krusibel, pompa dan corong *buchner*, oven (*Thermo Scientific*), tanur, *ultrasonic vibracell* QSonica, spektrofotometer UV-Vis Varian tipe Cary 50, instrumen karakterisasi FTIR VARIAN tipe FT 1000, Benchtop Powder XRD Rigaku, dan UV-Vis/DRS Evolution 220.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam kegiatan penelitian ini adalah titanium (IV) dioksida (TiO_2) anatas (Sigma Aldrich, 97%), besi (III) nitrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) (Merck, 99%), isopropanol (Merck, 99,5%), NaOH 10 M (Merck), etanol p.a (Merck, 99,9%), akuades, dan *methyl violet* 10B.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dari percobaan ini adalah:

1. Sintesis material TiO₂ terdoping besi (III) menggunakan metode sonikasi dan sonikasi-hidrotermal
2. Karakterisasi gugus fungsi, struktur dan ukuran kristal, analisis daerah serapan serta energi celah pita material fotokatalis TiO₂-Fe
3. Uji efektivitas fotodegradasi TiO₂-Fe
 - a. Pengaruh variasi lama penyinaran pada proses degradasi zat warna *methyl violet* di bawah iradiasi cahaya tampak dengan material sintesis TiO₂-Fe sonikasi
 - b. Pengaruh variasi lama penyinaran pada proses degradasi zat warna *methyl violet* di bawah iradiasi cahaya tampak dengan material sintesis TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal
4. Analisis data

3.4 Pelaksanaan Penelitian

3.4.1 Sintesis Material TiO₂-Fe dengan Metode Sonikasi

Sintesis TiO₂ terdoping besi (III) dilakukan dengan menimbang TiO₂ anatas SA sebanyak 2,9611 gr. Kemudian ditambahkan 50 mL isopropanol. Campuran kemudian disonikasi menggunakan *ultrasonic vibracell* selama 5 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Sejumlah 0,1819 gr Fe(NO₃)₃ dicampurkan ke dalam 20 mL akuades. Larutan TiO₂ yang telah disonikasi ditambahkan dengan 2 mL larutan Fe(NO₃)₃ dan 5 mL larutan NaOH 10 M setiap 30 detik sambil di stirer hingga total 20 mL larutan besi (III) nitrat dan 50 mL larutan NaOH 10 M habis. Campuran

kemudian disonikasi selama 30 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Setelah 30 menit, hasil sonikasi didiamkan selama 2 hari. Endapan yang terbentuk kemudian di sentrifugasi selama 15 menit pada 5300 rpm, dicuci dengan akuades dan etanol, disaring, dan dikeringkan pada suhu 80 °C selama 12 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar *agate* untuk membentuk pelet dan di kalsinasi pada suhu 450 °C selama 3 jam.

3.4.2 Sintesis Material TiO₂-Fe dengan Metode Sonikasi-Hidrotermal

Sintesis dilakukan dengan menimbang TiO₂ anatas SA sebanyak 2,9611 gr. Kemudian ditambahkan 50 mL isopropanol. Campuran kemudian di sonikasi menggunakan *ultrasonic vibracell* selama 5 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Sejumlah 0,1819 gr Fe(NO₃)₃ dicampurkan ke dalam 20 mL akuades. Larutan TiO₂ yang telah disonikasi ditambahkan dengan 2 mL larutan Fe(NO₃)₃ dan 5 mL larutan NaOH 10 M setiap 30 detik sambil di stirer hingga total 20 mL larutan besi (III) nitrat dan 50 mL larutan NaOH 10 M habis. Campuran kemudian disonikasi selama 30 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Campuran yang telah disonikasi dimasukkan ke dalam *autoclave* hidrotermal dan dipanaskan pada suhu 150 °C selama 12 jam. *Sludge* hasil hidrotermal dilarutkan dalam 500 mL akuades, lalu disaring menggunakan corong *buchner*, dan dicuci dengan akuades hingga pH di bawah netral. Endapan yang diperoleh dikeringkan pada suhu 80 °C selama 12 jam. Setelah kering padatan yang diperoleh digerus dengan mortar *agate*.

3.4.3 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan *Fourier Transform-Infra Red Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan dengan menghaluskan sampel hingga berbentuk serbu halus menggunakan mortar *agate* dan dicampur dengan padatan KBr. Selanjutnya ditempatkan pada preparat dan ditekan menggunakan alat *pressing* untuk membentuk pelet. Pelet kemudian ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisis menggunakan FTIR. Spektra yang dihasilkan akan menunjukkan serapan-serapan yang khas dengan bilangan gelombang yang berbeda.

3.4.4 Analisis Struktur Fotokatalis TiO₂-Fe Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Difraktometer yang digunakan adalah XRD, merk Rigaku, tipe: MiniFlex. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu-K α . Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ pada rentang 3-90°. Pertama sampel TiO₂-Fe dihaluskan dengan mortar *agate* untuk membentuk pelet. Kemudian sampel ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X.

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas No. 21-1272 untuk mengetahui karakteristik dari TiO₂ setelah di doping dengan besi. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran kristal rata-

rata TiO_2 hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer.

3.4.5 Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita dengan Spektroskopi UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy

Karakterisasi dengan UV-Vis/DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dari material hasil sintesis di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Dari data DRS juga dapat ditentukan energi celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan di karakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Hasil dari karakterisasi ini akan menghasilkan grafik energi celah pita di mana akan menunjukkan grafik hubungan antara foton dengan kuadrat koefisien absorpsi. Besarnya energi celah pita dapat ditentukan dengan cara menarik garis lurus dari ujung kurva koefisien absorpsi berpotongan dengan sumbu x. Titik potong tersebut yang menunjukkan energi celah pita dari $\text{TiO}_2\text{-Fe}$.

3.4.6 Pengukuran Konsentrasi Fotodegradasi *Methyl Violet* Menggunakan Spektrofotometeri UV-Vis

3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk *Methyl Violet*

Pengukuran diawali dengan membuat larutan induk *methyl violet* 100 mg/L. *Methyl violet* 0,1 gram dilarutkan dalam 100 mL akuades dalam gelas kimia. Selanjutnya secara kualitatif larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan, sehingga diperoleh larutan induk *methyl violet* 100 mg/L. Larutan kemudian diukur panjang gelombang maksimumnya dengan spektrofotometer UV-

Vis pada serapan 400-800 nm untuk mengetahui absorbansi awal larutan induk *methyl violet*.

3.4.5.2 Pembuatan Kurva Standar *Methyl Violet*

Larutan induk *methyl violet* 1000 mg/L diencerkan menjadi 100 mg/L sebanyak 100 mL. Kemudian larutan 100 mg/L *methyl violet* di pipet sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL, selanjutnya masing-masing ditandabatkan dan dihomogenkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan akuades sehingga diperoleh *methyl violet* dengan konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L. Masing-masing larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum larutan induk. Absorbansi masing-masing larutan yang didapatkan kemudian dilakukan pengolahan data menggunakan *microsoft excel* dan diperoleh persamaan regresi linier $y = ax + b$.

3.4.5.3 Pembuatan Larutan Sampel *Methyl Violet*

Methyl violet 100 mg/L di pipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 500 mL, kemudian larutan ditandabatkan dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan sampel *methyl violet* dengan konsentrasi 10 mg/L.

3.4.5.4 Penentuan Waktu Kestabilan *Methyl Violet*

Larutan *methyl violet* 10 mg/L diukur pada menit ke 0, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, dan 100 menit dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum. Kemudian dibuat kurva hubungan antara absorbansi dan waktu operasional.

3.4.5.5.1 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO₂-Fe terhadap Degradasi Larutan *Methyl Violet* di bawah Iradiasi Sinar Tampak

Methyl violet 10 mg/L sebanyak 25 mL dimasukkan dalam gelas kimia dan ditambahkan 50 mg TiO₂-Fe pada pH 6,5 lalu diaduk selama 10 menit dengan stirer. Campuran didiamkan selama 1 jam pada kondisi gelap agar tercipta kesetimbangan adsorpsi. Uji efektivitas fotodegradasi dilakukan di dalam reaktor dengan variasi lama penyinaran 60, 90, 120, 150, 180 dan 210 menit. Pengulangan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing variasi waktu. Larutan *methyl violet* hasil degradasi, masing-masing di sentrifugasi untuk memisahkan antara padatan fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum larutan induk *methyl violet*.

3.5.6 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi FTIR ditampilkan dalam bentuk transmittan (%) dan bilangan gelombang (cm⁻¹). Analisis dilakukan dengan membuat grafik hubungan antara transmittan (%) (sebagai sumbu y) dan bilangan gelombang (cm⁻¹) (sebagai sumbu x). Berdasarkan grafik yang diperoleh dapat diamati modus vibrasi gugus fungsi yang muncul pada TiO₂ tanpa doping dan TiO₂ terdoping besi (III). Kemudian dilakukan perbandingan diantara keduanya untuk mengetahui adanya kandungan dopan besi (III) dalam matriks TiO₂.
2. Difraktogram yang diperoleh dari karakterisasi XRD dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas No. 21-1272 untuk mengetahui perubahan fasa

dari TiO₂ setelah diberi perlakuan. Ukuran kristal dapat ditentukan berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil XRD dengan persamaan Debye-Scherrer (persamaan 2.2).

3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis/DRS adalah berupa nilai reflektansi (R) dari panjang gelombang 200-800 nm. Dari data yang diperoleh kemudian dibuat grafik hubungan antara panjang gelombang dan nilai reflektansi, untuk mengetahui kecenderungan nilai reflektansi terhadap peningkatan panjang gelombang dengan adanya pengaruh dopan besi (III). Analisis lebih lanjut dilakukan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Selanjutnya, energi celah pita ditentukan dengan membuat plot antara energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu x) dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi foton dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1.

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} \dots\dots\dots (3.1)$$

di mana E_g = energi celah pita (eV), c = kecepatan cahaya (m/s), dan λ = panjang gelombang (nm).

4. Absorbansi maksimal spektra UV-Vis dari hasil degradasi larutan *methyl violet* dimasukkan ke persamaan regresi ($y = ax + b$) dari kurva standar untuk mengetahui konsentrasi akhir larutan *methyl violet* setelah proses degradasi. Nilai x yang diperoleh merupakan nilai konsentrasi dari *methyl violet*. Nilai persen degradasi dapat dihitung dengan persamaan 3.2.

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_1}{C_0} \times 100\% \dots\dots\dots (3.2)$$

di mana C_0 = konsentrasi awal dan C_1 = konsentrasi setelah degradasi. Nilai persen degradasi yang diperoleh kemudian dibuat grafik menggunakan

program *origin* antara nilai persen degradasi (sebagai sumbu y) dan lama waktu penyinaran (sebagai sumbu x).

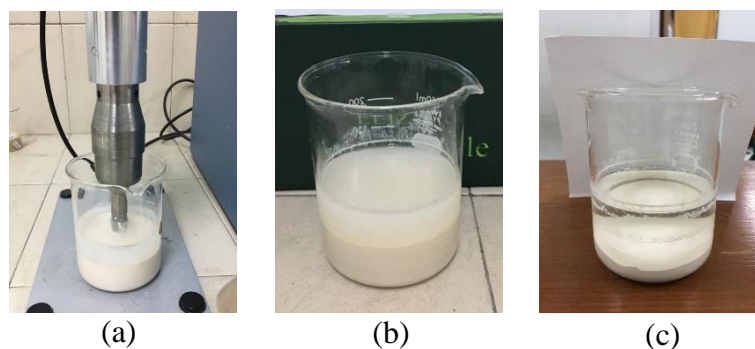
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Material TiO₂-Fe Menggunakan Metode Sonikasi dan Metode Sonikasi-Hidrotermal

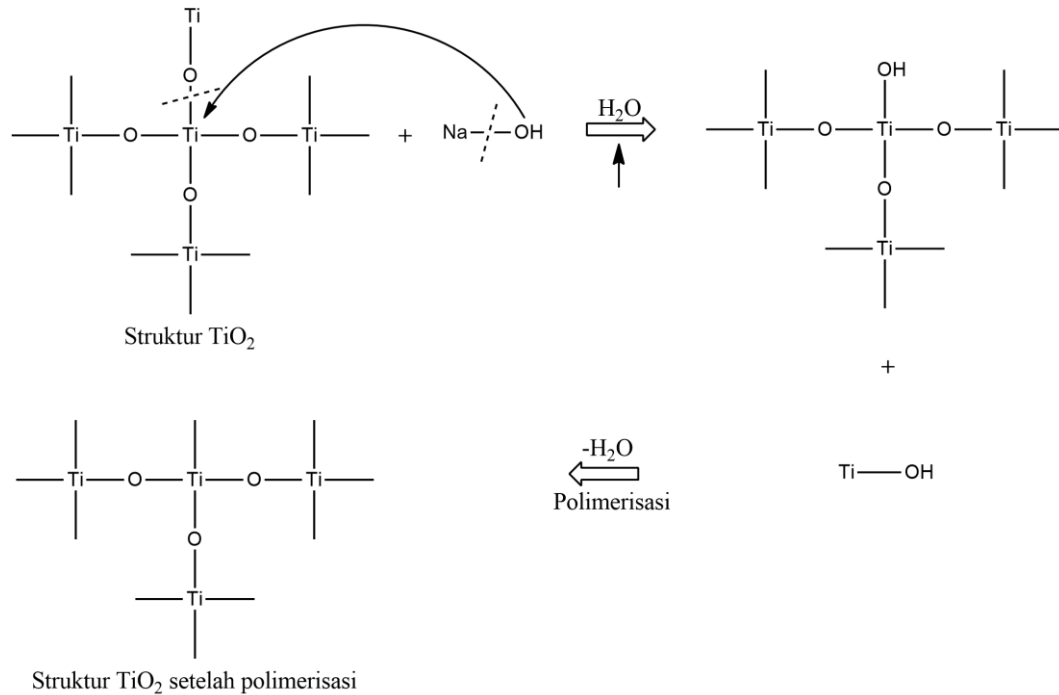
Sintesis material TiO₂-Fe dilakukan dengan metode sonikasi yang menggunakan *ultrasonic vibracell* dengan frekuensi 20 KHz. Reaktan yang digunakan adalah TiO₂ anatas Sigma Aldrich (SA) dan besi (III) nitrat (Fe(NO₃)₃). 2,9611 gr TiO₂ anatas ditambahkan 50 mL isopropanol yang berfungsi sebagai medium cair untuk perambatan gelombang dalam proses sonikasi. Isopropanol digunakan sebagai medium cair karena sifatnya yang sedikit volatil dan tidak melarutkan kristal yang terbentuk. Serta, isopropanol dapat bercampur secara heterogen dalam campuran reaksi dan membentuk kristal berukuran nanopartikel (Ambati dan Gogate, 2018). Kemudian disonikasi selama 5 menit untuk memaksimalkan campuran antara TiO₂ anatas dan isopropanol. Ditambahkan dengan 2 mL Fe(NO₃)₃ dan 5 mL NaOH setiap 30 detik sambil distirer untuk memaksimalkan pencampuran. Campuran terus di stirer untuk mencegah pembentukan aglomerasi (Xie, dkk., 2019). Penambahan Fe(NO₃)₃ adalah sebagai doping logam besi (III) ke dalam struktur TiO₂, serta penambahan NaOH ke dalam campuran berfungsi untuk mengontrol laju kristalisasi dan agen penghidrolisis (Wahyuningsih, dkk., 2017; Xie, dkk., 2019). Campuran kemudian disonikasi menggunakan *ultrasonic vibracell* atau sonikasi langsung selama 30 menit yang ditunjukkan pada Gambar 4.1 (a). Hasil sonikasi didiamkan selama 2

hari untuk memaksimalkan proses kristalisasi (Gambar 4.1 b-c). Pada Gambar 4.1 (b) ditunjukkan bahwa sebelum pendiaman selama 2 hari kristal dan pelarut masih tercampur, dan setelah proses pendiaman (Gambar 4.1 (c)) membentuk endapan kristal di dasar beker gelas sehingga mudah untuk dipisahkan.



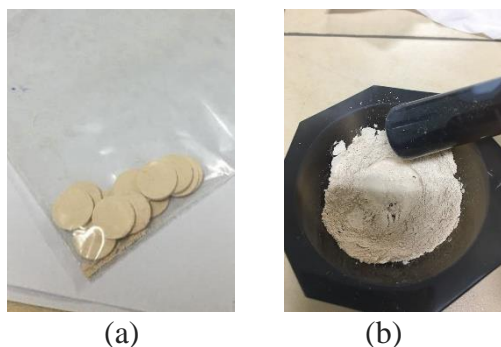
Gambar 4.1 Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ (a) Proses sonikasi dengan *ultrasonic vibracell* (b) sebelum pendiaman 2 hari (c) setelah pendiaman 2 hari

TiO_2 akan mengalami hidrolisis ketika direaksikan dengan NaOH seperti ditunjukkan pada Gambar 4.2, yang akan mengakibatkan pemutusan rantai polimer TiO_2 (dipolimerisasi). Gugus OH pada NaOH sangat reaktif terhadap ikatan Ti-O-Ti . OH akan menggantikan ikatan O-Ti menjadi Ti-OH . Kemudian ikatan Ti-OH akan mengalami proses polimerisasi kembali dengan pelepasan H_2O pada ikatan Ti-OH sehingga terbentuk kembali ujung polimer TiO_2 . Proses pembentukan kembali TiO_2 disebut polimer kondensasi (Wahyuningsih, dkk., 2017).



Gambar 4.2 Dugaan mekanisme reaksi hidrolisis TiO_2 oleh NaOH (Wahyuningsih, dkk., 2017)

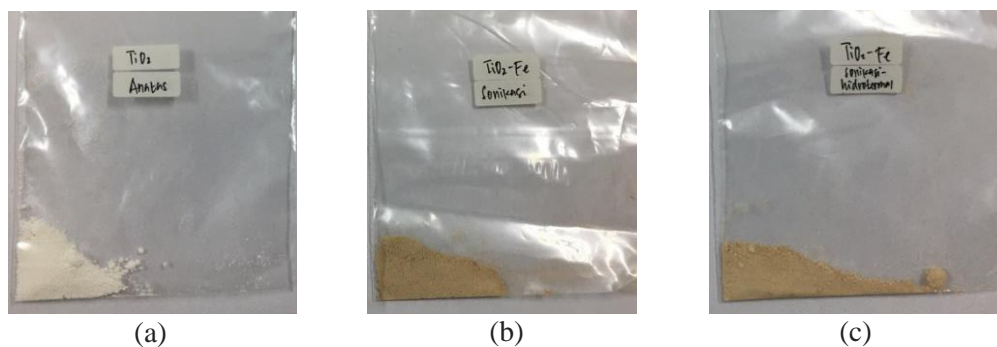
Tahap selanjutnya seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 adalah setelah pendiaman selama 2 hari, campuran kemudian di sentrifugasi untuk memaksimalkan pemisahan kristal yang terbentuk dengan supernatan atau pelarut. Padatan atau kristal yang diperoleh kemudian di cuci dengan akuades dan etanol, untuk melarutkan pengotor yang mungkin masih tersisa. Selanjutnya, padatan dikeringkan untuk menguapkan pelarut yang masih tersisa. Padatan yang telah kering digerus dengan mortar *agate* untuk meningkatkan luas permukaan partikel sehingga kontak atau reaksi antar partikel akan semakin cepat dan meminimalisir kontak partikel dengan wadah krusibel (Ismunandar, 2006). Padatan kemudian dibentuk pelet untuk meningkatkan kontak reaksi antar partikel. Selanjutnya, padatan dikalsinasi pada suhu $450\text{ }^\circ\text{C}$ untuk membentuk kristal anatas (Naeem dan Ong, 2009). Sampel yang telah dikalsinasi kemudian digerus kembali.



Gambar 4.3 Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ (a) pembentukan pelet sebelum kalsinasi (b) padatan yang telah dikalsinasi dan digerus

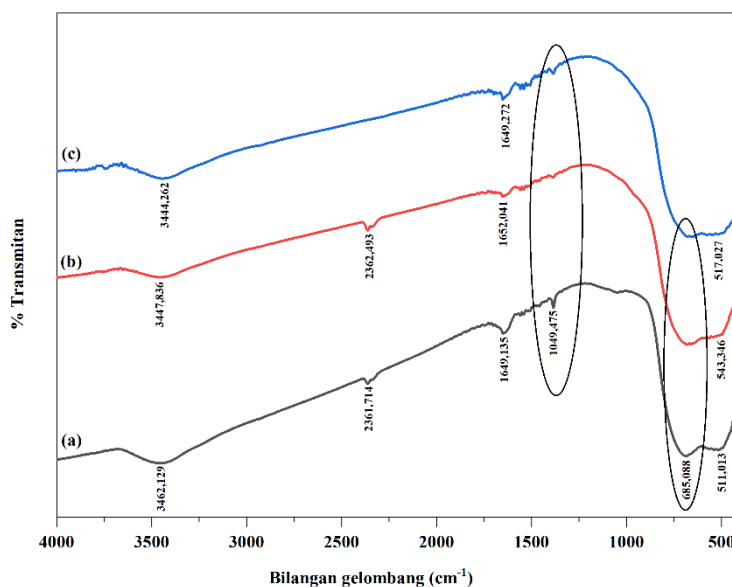
Selanjutnya, sintesis material TiO_2 terdoping besi (III) dengan metode sonikasi-hidrotermal, mula-mula dilakukan dengan memberikan perlakuan sonikasi pada campuran prekursor TiO_2 anatas SA dan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$. Perlakuan sonikasi yang diberikan menggunakan prosedur yang sama seperti $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ yang disintesis dengan metode sonikasi. Akan tetapi, campuran yang telah disonikasi selama 30 menit menggunakan *ultrasonic vibracell*, dimasukkan ke dalam *autoclave* untuk proses hidrotermal. Proses sonikasi dilakukan untuk membentuk larutan suspensi TiO_2 menjadi koloid, sehingga dapat menghasilkan material berukuran nano (Teng, dkk., 2013). Proses hidrotermal dilakukan menggunakan pelarut isopropanol dan dipanaskan dalam oven pada suhu 150° selama 12 jam. Perlakuan hidrotermal diartikan sebagai reaksi kimia dalam sistem tertutup dengan adanya pelarut pada temperatur yang lebih tinggi dari titik didih pelarut dan melibatkan tekanan tinggi (Ningsih, 2016). Campuran hasil hidrotermal kemudian dilarutkan dengan 500 mL akuades yang kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH di bawah netral. Padatan atau suspensi yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 12 jam untuk menguapkan pelarut yang masih tersisa dan digerus menggunakan mortar *agate*. Gambar 4.4 menunjukkan perubahan warna pada TiO_2

anatase yang didoping besi (III). Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa TiO_2 anatase setelah ditambahkan dopan besi (III) secara fisik terjadi perubahan warna dari putih menjadi kecoklatan.



Gambar 4.4 (a) TiO_2 anatase SA dan material hasil sintesis (b) TiO_2 -Fe sonikasi dan (c) TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal

4.1.1 Hasil Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR



Gambar 4.5 Spektra FTIR (a) TiO_2 anatase SA, (b) TiO_2 -Fe sonikasi (c) TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal

Tabel 4.1 Identifikasi spektra FTIR

Bilangan gelombang (cm^{-1})			Interpretasi
TiO_2 anatase SA	TiO_2 -Fe sonikasi	TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal	
3462,129	3447,836	3444,262	Vibrasi ulur O-H ^a

2361,714	2362,493	-	Vibrasi ulur asimetris C=O ^{b,c}
1649,135	1652,041	1649,272	Vibrasi tekuk H-O-H ^{a,d}
1049,475	-	-	Vibrasi tekuk O-H ^f
685,088	-	-	Vibrasi tekuk C=O ^b
511,013	543,346	517,027	Vibrasi regangan Ti-O ^e

^aAmbati dan Gogate, 2018, ^bKauffman, dkk., 2011, ^cNandiyanto, dkk., 2019, ^dTryba, dkk., 2007, ^eBakre dan Tilve, 2018, ^fSocrates, 2001

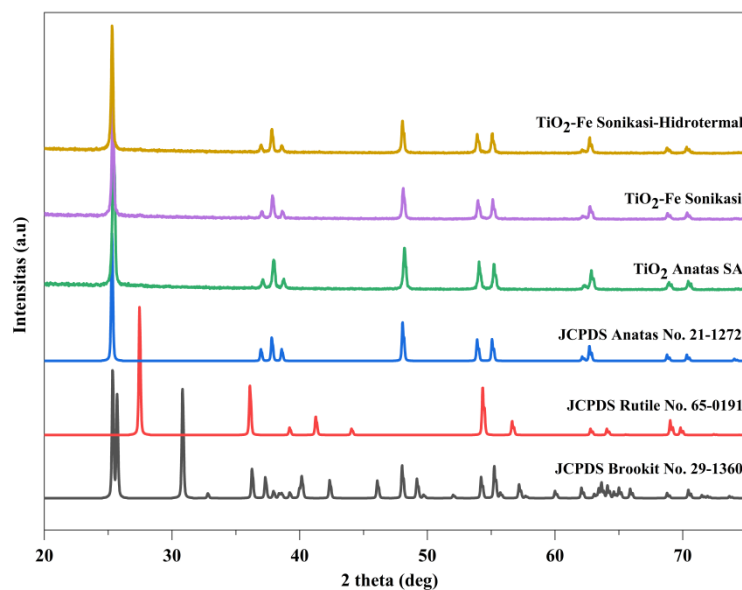
Analisis menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui serapan gugus fungsi material hasil sintesis secara kualitatif. Berdasarkan Gambar 4.5 dan Tabel 4.1 dapat diamati bahwa pada material TiO₂ anatas SA, TiO₂-Fe sonikasi dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal memiliki serapan pada bilangan gelombang berturut-turut 3462,129; 3447,836; dan 3444,262 cm⁻¹. Serapan pada bilangan gelombang 3200-3600 cm⁻¹ merupakan serapan vibrasi ulur gugus O-H yang terikat pada permukaan TiO₂. Hal tersebut diperkuat dengan adanya serapan tajam pada bilangan gelombang 1649,135, 1652,041, dan 1649,272 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi tekuk H-O-H. Serapan tajam tersebut menunjukkan adanya gugus hidroksil oleh penyerapan H₂O pada permukaan TiO₂ (Tryba, dkk., 2007). Terdopingnya besi (III) ke dalam matriks TiO₂ ditunjukkan dengan tidak adanya serapan yang muncul pada bilangan gelombang 1049,475 dan 685,088 cm⁻¹ yang berasal dari TiO₂ anatas SA. Bilangan gelombang 1049,475 dan 685,088 cm⁻¹ berturut-turut merupakan vibrasi tekuk O-H dan vibrasi tekuk C=O yang berasal dari H₂O dan CO₂ di udara. Kruanetr dan Wanchanthuek (2017) menyebutkan adanya dopan besi (III) tidak mempengaruhi gugus fungsi pada permukaan katalis TiO₂-Fe.

Rentang bilangan gelombang 2000-2500 cm⁻¹ yang dihasilkan oleh TiO₂ anatas SA dan TiO₂-Fe sonikasi menunjukkan adanya serapan dari vibrasi ulur asimetris C=O pada CO₂. CO₂ memiliki empat mode vibrasi, yaitu vibrasi ulur

simetris, vibrasi ulur asimetris, dan dua vibrasi tekuk dengan tingkat energi sama. Vibrasi ulur simetris tidak mampu menyerap sinar IR karena tidak terjadi perubahan momen dipol, sedangkan vibrasi ulur asimetris dan vibrasi tekuk mampu menyerap sinar IR karena terjadi perubahan momen dipol (Putri, 2015). Adanya serapan puncak yang lemah menunjukkan bahwa gugus C=O berasal dari CO₂ di udara. Bilangan gelombang 511,013; 543,346; dan 517,027 cm⁻¹ menunjukkan karakteristik TiO₂ yang merupakan vibrasi ulur Ti-O dan menunjukkan bahwa sampel yang disintesis mengandung TiO₂. Karakterisasi FTIR hanya menunjukkan gugus fungsi yang muncul saat pendopingan TiO₂ dengan besi (III), sehingga untuk mengetahui pengaruh dopan pada sifat optis dari suatu fotokatalis akan ditunjukkan pada karakterisasi XRD dan UV-Vis/DRS.

4.1.2 Hasil Analisis Struktur Fotokatalis TiO₂-Fe Menggunakan XRD

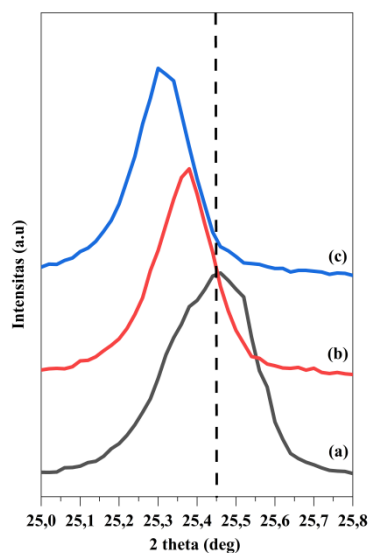
Material hasil sintesis TiO₂ terdoping besi (III) dengan metode sonikasi dan sonikasi-hidrotermal di karakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk mengetahui fasa yang terbentuk dan pengaruh adanya penambahan doping besi (III) pada pola difraksi sinar-X yang dihasilkan. Gambar 4.5 menunjukkan pola hasil difraksi sinar-X sampel TiO₂-Fe. Fasa TiO₂ anatas hasil sintesis dibandingkan dengan TiO₂ anatas SA dan pola difraksi standar TiO₂ fasa anatas (JCPDS no. 21-1272), TiO₂ fasa rutile (JCPDS No. 65-0191), dan TiO₂ fasa brookit (JCPDS no. 29-1369) untuk mengetahui apakah ada fasa lain yang terbentuk. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa fasa TiO₂ hasil sintesis yang terbentuk adalah fasa anatas. Di mana TiO₂ fasa anatas memiliki karakteristik puncak khas $2\theta(^{\circ})= 25, 37, 38, 48, 54, 55, 62, 68, 69, 70, \text{ dan } 74$.



Gambar 4.6 Pola difraksi sinar-X TiO₂-Fe sonikasi dan sonikasi-hidrotermal

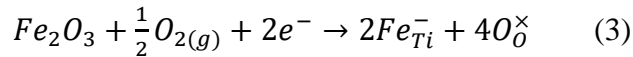
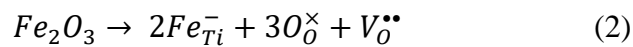
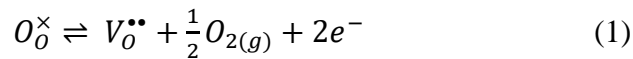
Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diamati bahwa tidak terbentuk fasa lain seperti Fe₂O₃ dan Fe₂TiO₅ maupun fasa pengotor lainnya akibat adanya penambahan besi (III) pada TiO₂. Tidak adanya puncak baru yang terbentuk mengindikasikan bahwa besi (III) mampu berperan sebagai dopan pada kristal TiO₂ tanpa mengubah fasa anatas TiO₂. Dapat diketahui pula dengan adanya penambahan dopan besi (III) memberikan pengaruh terhadap pergeseran pada posisi $2\theta = 25^\circ$ ditunjukkan pada Gambar 4.7. Adanya pergeseran puncak dari $25,462^\circ$ menjadi $25,370^\circ$ pada TiO₂-Fe sonikasi dan $25,305^\circ$ pada TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal menunjukkan bahwa penambahan dopan besi (III) dapat menyebabkan pergeseran puncak ke arah 2θ yang lebih kecil. Hal tersebut disebabkan adanya distorsi struktural akibat substitusi ion Ti⁴⁺ oleh ion Fe³⁺ yang memiliki jari-jari atom berbeda, sehingga menyebabkan pergeseran puncak (Moalej, dkk., 2019). Distorsi struktural dopan besi (III) pada kisi TiO₂ menyebabkan penurunan kristalinitas TiO₂, ditunjukkan oleh penurunan intensitas puncak TiO₂. Adanya pergeseran puncak yang linier ke arah 2θ yang

lebih kecil, mengindikasikan bahwa besi (III) terdoping ke dalam kristal TiO_2 . TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal menghasilkan pergeseran puncak yang paling kecil, karena adanya metode hidrotermal mampu meningkatkan dispersi doping ion logam ke dalam kisi TiO_2 .



Gambar 4.7 Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X pada $2\theta = 25^\circ$ (a) TiO_2 anatase SA, (b) TiO_2 -Fe sonikasi, dan (c) TiO_2 sonikasi-hidrotermal

Menurut aturan Hume-Rothery, campuran ion padatan dapat bereaksi apabila memiliki perbedaan jari-jari $\leq 15\%$, memiliki struktur kristal, valensi, dan keelektronegatifan yang hampir sama. Ion Ti^{4+} memiliki jari-jari $0,745 \text{ \AA}$ yang hampir sama dengan jari-jari ion Fe^{3+} $0,785 \text{ \AA}$. Sehingga ion Ti^{4+} mampu tersubstitusi oleh ion Fe^{3+} (Effendy, 2010). Adanya perbedaan muatan antara Ti^{4+} dan Fe^{3+} dapat menyebabkan kompensasi muatan. Pendopingan besi (III) pada TiO_2 dapat melemahkan ikatan atom oksigen pada permukaan katalis, sebagai akibatnya atom oksigen mudah lepas dari kisi dan menyebabkan *oxygen vacancies* (kekosongan oksigen) (Khan dan Swati, 2016). Wu dan van de Krol (2012) menjelaskan kompensasi muatan dapat diatasi dengan kekosongan oksigen. Cacat yang terbentuk selama reaksi kimia ini dapat dijelaskan dengan notasi Kroger-Vink:



Kekosongan oksigen yang terbentuk pada reaksi (1) bersifat sementara dan perlahan hilang ketika terpapar udara disuhu kamar karena reaksinya yang reversibel. Untuk menstabilkan kekosongan oksigen tersebut, dopan tipe akseptor seperti besi (III) dapat digunakan sebagai spesies kompensasi muatan ion, ditunjukkan pada reaksi (2) yang bersifat irreversibel. Sebagai alternatif, pada reaksi (3) muatan negatif efektif akseptor besi (III) dapat di kompensasikan dengan penurunan konsentrasi elektron bebas TiO_2 yang dapat menstabilkan kekosongan oksigen (secara tidak langsung). Karena adanya penurunan konsentrasi elektron bebas pada TiO_2 akan menggeser kesetimbangan reaksi (1) ke kanan.

Selanjutnya pada karakterisasi XRD dapat diketahui ukuran kristal yang dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer pada intensitas tertinggi difraktogram yaitu sudut $2\theta = 25^{\circ}$ yang merupakan intensitas relatif 100%. Hasil perhitungan ukuran kristal disajikan pada Tabel 4.2. Berdasarkan Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa ukuran kristal TiO_2 setelah pendopongan besi (III) mengalami peningkatan dibandingkan ukuran kristal TiO_2 tanpa doping. Di mana TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal memiliki ukuran kristal paling besar. Lu, dkk (2011) menyebutkan adanya peningkatan ukuran kristal yang semakin tinggi pada TiO_2 yang di doping besi (III) dapat disebabkan oleh konsentrasi dopan besi (III) yang rendah, sehingga dopan besi (III) tidak dapat menghambat pertumbuhan kristal TiO_2 . Peningkatan ukuran kristal juga dapat dipengaruhi oleh suhu dan lama waktu pemanasan. Semakin tinggi suhu dan lama pemanasan akan meningkatkan energi

permukaan partikel, yang menyebabkan partikel-partikel kecil TiO_2 tidak stabil dan bergabung satu sama lain membentuk kristal yang lebih besar untuk menurunkan energi permukaan (Prasad, dkk., 2010).

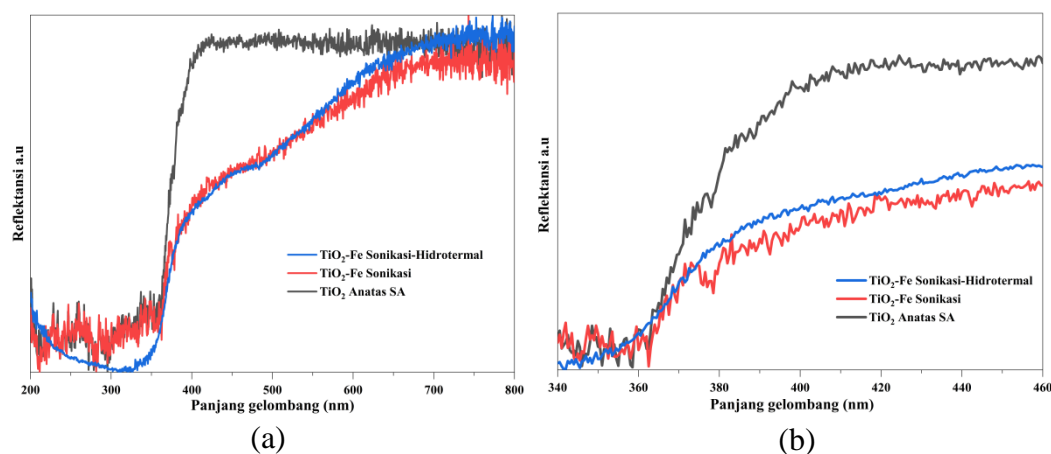
Tabel 4.2 Ukuran kristal TiO_2 hasil sintesis

No	Sampel	Ukuran kristal (nm)
1	TiO_2 anatas SA	33,35
2	TiO_2 -Fe sonikasi	55,02
3	TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal	59,60

4.1.3 Hasil Analisis Daerah Serapan dan Energi Celah Pita Menggunakan UV-Vis/DRS

Karakterisasi menggunakan UV-Vis/DRS adalah untuk mengetahui daerah serapan sinar dan nilai energi celah pita pada TiO_2 terdoping 1,2% besi (III) yang disintesis dengan metode sonikasi dan metode sonikasi-hidrotermal. Karakterisasi juga dilakukan pada prekursor TiO_2 anatas SA sebagai pembanding daerah serapan dan nilai energi celah pita dari material TiO_2 -Fe yang telah disintesis. Terdapat 3 plot grafik yang dihasilkan dari karakterisasi dengan UV-Vis/DRS. Grafik pertama ditunjukkan oleh Gambar 4.8 yaitu hubungan antara nilai reflektansi dengan panjang gelombang. Dapat diamati bahwa terdapat perubahan yang signifikan pada TiO_2 anatas SA (tanpa doping) dan TiO_2 terdoping besi (III) pada daerah sinar tampak, di mana TiO_2 -Fe memiliki nilai reflektansi lebih rendah. Dapat diketahui pula bahwa TiO_2 anatas SA memiliki nilai reflektansi paling tinggi di daerah radiasi elektromagnetik sinar tampak. Sedangkan, TiO_2 -Fe sonikasi dan sonikasi-hidrotermal memiliki nilai reflektansi yang hampir mirip. Akan tetapi, nilai reflektansi TiO_2 -Fe sonikasi lebih rendah dibandingkan TiO_2 -Fe sonikasi-

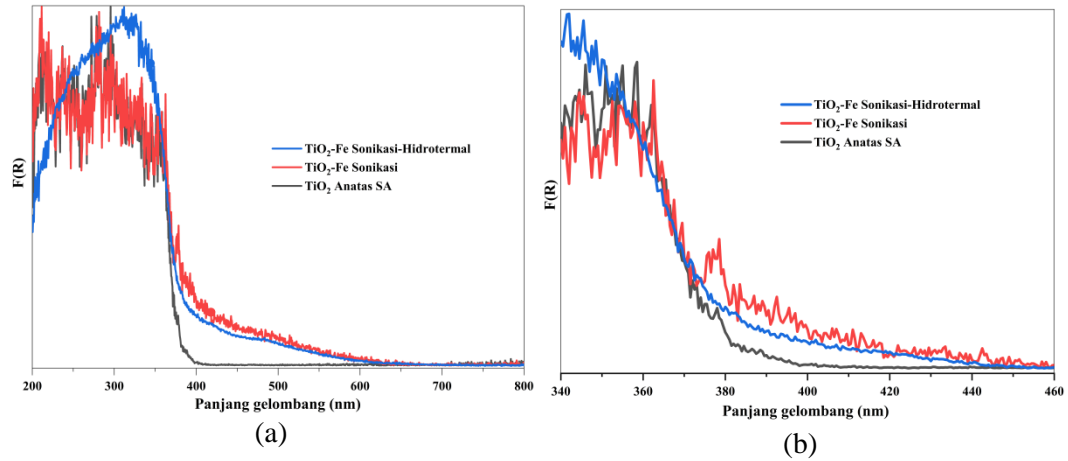
hidrotermal pada daerah radiasi elektromagnetik sinar tampak. Nilai reflektansi berbanding terbalik dengan nilai absorbansi, sehingga mengindikasikan bahwa TiO₂-Fe sonikasi memiliki kemampuan absorbansi paling tinggi pada rentang panjang gelombang cahaya tampak, dibandingkan TiO₂ anatas SA dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal.



Gambar 4.8 Grafik hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm

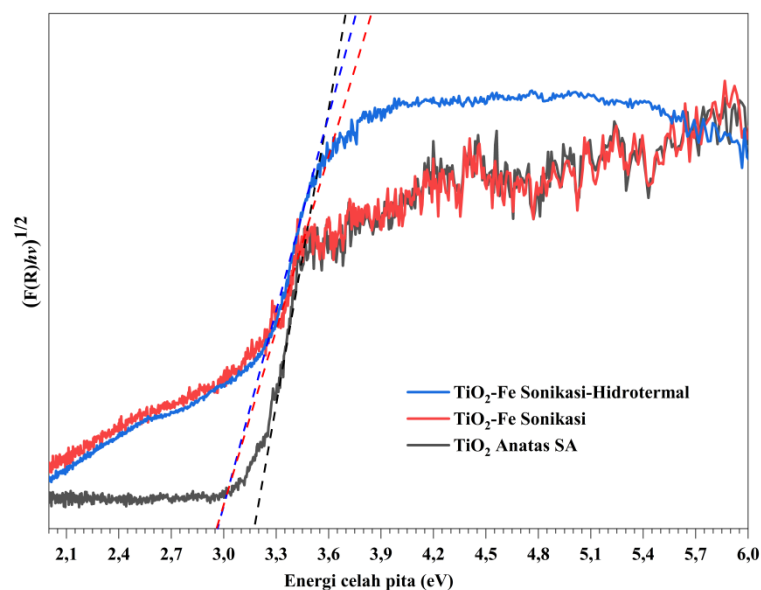
Grafik selanjutnya mengenai hubungan faktor kubelka-munk ($F(R)$) dengan panjang gelombang yang ditunjukkan oleh Gambar 4.9. Analisa hubungan faktor kubelka-munk dengan panjang gelombang dilakukan untuk mempelajari sifat serapan sampel padatan. Faktor kubelka-munk sebanding dengan koefisien absorpsi per *scattering* (k/s), di mana nilai $F(R)$ diperoleh dari persamaan matematis $F(R) = (1-R)^2/2R$. Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui pada daerah radiasi elektromagnetik sinar tampak, TiO₂-Fe sonikasi memiliki nilai $F(R)$ yang paling tinggi, dibandingkan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal. Sedangkan TiO₂ anatas SA menunjukkan penurunan yang signifikan dan nilai $F(R)$ yang cenderung landai (mendekati nol). Hal tersebut mengindikasikan bahwa TiO₂ terdoping besi (III)

yang disintesis dengan metode sonikasi, memiliki aktivitas fotokatalitik yang optimum untuk meningkatkan absorpsi sinar pada rentang cahaya tampak.



Gambar 4.9 Grafik hubungan faktor kubelka-munk ($F(R)$) dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm dan (b) 340-460 nm

Analisa lebih lanjut ditunjukkan pada Gambar 4.10 yaitu grafik hubungan antara $(F(R) \cdot h\nu)^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$). Grafik tersebut digunakan untuk menentukan energi celah material hasil sintesis, di mana nilai energi celah pita diperoleh dari perpotongan garis lurus yang ditarik memotong sumbu x pada kurva. Hasil penentuan energi celah pita dirangkum dalam Tabel 4.4.

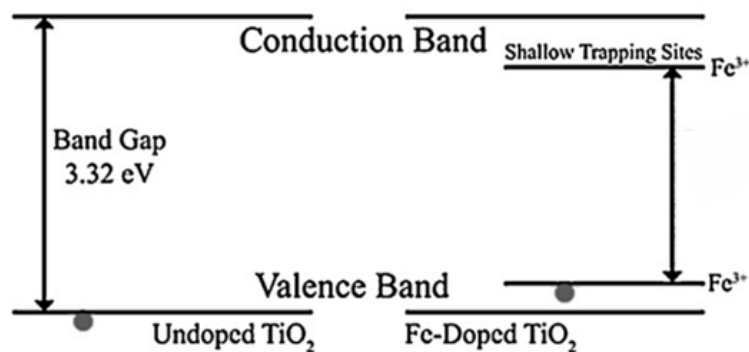


Gambar 4.10 Penentuan energi celah pita

Tabel 4.3 Energi celah pita TiO₂ dan TiO₂ terdoping besi (III)

No	Sampel	Energi celah pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
	TiO ₂ Anatas SA	3,17	391,42
	TiO ₂ -Fe Sonikasi	2,95	420,6
	TiO ₂ -Fe Sonikasi-Hidrotermal	2,96	419,19

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa energi celah pita TiO₂ anatas SA sebesar 3,17 eV. Sedangkan TiO₂-Fe mengalami penurunan energi celah pita, di mana TiO₂-Fe sonikasi memiliki nilai energi celah pita 2,95 eV dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal sebesar 2,96 eV. Pennington (2015) menyebutkan bahwa energi celah pita sinar UV memiliki rentang 3,1-6,2 eV, sehingga adanya penurunan energi celah pita setelah penambahan dopan besi (III) menjadi 2,95 dan 2,96 eV menunjukkan energi celah pita tersebut berada pada rentang sinar tampak. Hal tersebut diperjelas pada optikal absorbansi panjang gelombang yang dihasilkan. Sinar UV memiliki rentang panjang gelombang 100-400 nm, di mana sinar UV-A 315-400 nm, sinar UV-B 280-315 nm, dan sinar UV-C 100-280 nm, sedangkan sinar tampak berada pada rentang 400-750 nm (Fonseca-Cervantes, dkk., 2020). Larumbe, dkk (2015) menyebutkan penambahan dopan besi (III) ke dalam matriks TiO₂ akan menyebabkan pergeseran merah sehingga meningkatkan absorbansi sinar ke daerah sinar tampak. Pergeseran merah tersebut dapat disebabkan oleh transisi transfer muatan antara elektron (e⁻) dopan besi (III) pada subkulit *d* ke pita konduksi TiO₂ (Li, dkk., 2008).



Gambar 4.11 Skema diagram energi TiO_2 terdoping besi (III) (Lin, dkk., 2012)

Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diamati terdapat 2 jenis tingkat energi, yaitu tingkat oksidasi ($\text{Fe}^{4+}/\text{Fe}^{3+}$) yang terletak di atas pita valensi dan tingkat reduksi ($\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$) yang berada di bawah pita konduksi TiO_2 . Pada rentang sinar tampak doping besi (III) dalam kisi TiO_2 dapat menurunkan energi celah pita yang disebabkan oleh tumpang tindih pita konduksi, yaitu orbital d atom Ti pada TiO_2 dan orbital d atom Fe. Secara umum, doping besi (III) menginduksi pembentukan keadaan elektronik baru (Fe^{4+} dan Fe^{2+}) diantara celah pita TiO_2 . Keadaan elektronik tersebut juga dapat berperan sebagai situs perangkat elektron-*hole* (e^-/h^+), yang dapat memperlambat laju rekombinasi e^-/h^+ (Ali, dkk., 2017).

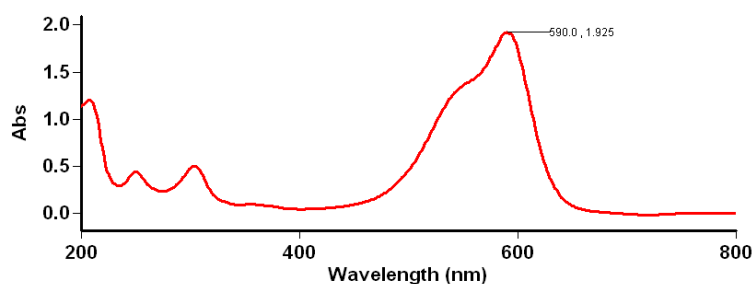
Selain itu, Sayed, dkk (2010) menyebutkan bahwa perlakuan panas pada suhu tinggi mampu menurunkan nilai energi celah pita dan adanya penggunaan pelarut isopropanol juga dapat menurunkan nilai energi celah pita (Wiranwetchayan, dkk., 2017). TiO_2 -Fe sonikasi menghasilkan penurunan energi celah pita yang lebih rendah dibandingkan TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal. Hal tersebut diperkuat dengan ditunjukkannya nilai absorpsi sinar tampak paling tinggi pada Gambar 4.8-4.9 dihasilkan dari TiO_2 -Fe sonikasi. Energi celah pita yang semakin kecil dapat meningkatkan efektivitas fotokatalis dalam mendegradasi molekul organik, karena

energi yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi menjadi lebih kecil.

4.2 Pengukuran Konsentrasi Fotodegradasi *Methyl Violet* Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Methyl Violet*

Panjang gelombang maksimum adalah panjang gelombang saat senyawa memberikan serapan yang maksimum. Penentuan panjang gelombang maksimum *methyl violet* dimaksudkan untuk mendapatkan nilai absorpsivitas yang memberikan sensitivitas pengukuran tertinggi dan menekan kesalahan pembacaan serapan menjadi minimum. Pada panjang gelombang maksimum, bentuk kurva absorbansi menjadi linier, sehingga memenuhi hukum Lambert-Beer. Serta, jika dilakukan pengukuran ulang akan menghasilkan hasil yang cukup konstan. Larutan *methyl violet* ditentukan panjang gelombang maksimumnya pada serapan 400-800 nm yang merupakan daerah sinar tampak, karena *methyl violet* memiliki warna komplementer ungu.



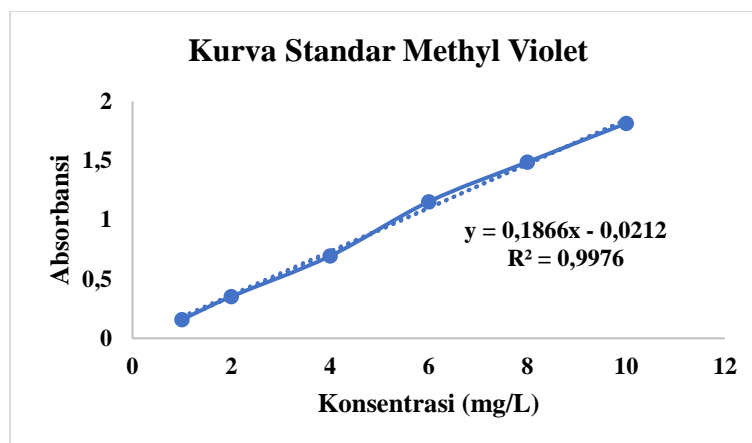
Gambar 4.12 Grafik panjang gelombang maksimum *methyl violet*

Berdasarkan Gambar 4.12 dapat diketahui bahwa *methyl violet* dengan konsentrasi 10 mg/L memiliki panjang gelombang maksimum 590 nm. Hal tersebut

sesuai dengan penelitian Shirsath, dkk, (2013) dan Bethi dan Shirish (2018) yang melakukan pengukuran panjang gelombang maksimum *methyl violet* dan dihasilkan absorbansi maksimum pada serapan 590 nm. Sinar tampak yang mengenai elektron-elektron pada molekul *methyl violet* merupakan energi, yang akan mengeksitasi elektron dari keadaan dasar ke tingkat energi yang lebih tinggi. Eksitasi elektron yang terjadi, direkam dalam bentuk spektrum yang dinyatakan sebagai panjang gelombang dan absorbansi. Senyawa *methyl violet* tersusun atas gugus alifatik dan benzena, yang memiliki pasangan elektron π yang mudah tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi ($\pi - \pi^*$). Sehingga energi yang dibutuhkan lebih rendah dan semakin besar panjang gelombang yang diabsorpsi (Day dan Underwood, 2002; Suharti, 2017).

4.2.2 Pembuatan Kurva Standar *Methyl Violet*

Pembuatan kurva standar didasarkan pada hukum Lambert-Beer yaitu radiasi cahaya yang diserap atau ditransmisikan oleh larutan akan sebanding dengan konsentrasi larutan tersebut. Di mana grafik antara konsentrasi dan absorbansi akan membentuk suatu garis lurus. Tujuan pembuatan kurva standar *methyl violet* adalah untuk mengetahui konsentrasi terukur dari *methyl violet* menggunakan persamaan regresi ($y = ax + b$). Pembuatan larutan kurva standar dilakukan dalam beberapa konsentrasi yaitu 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L. Kemudian, masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang maksimum yaitu 590 nm.



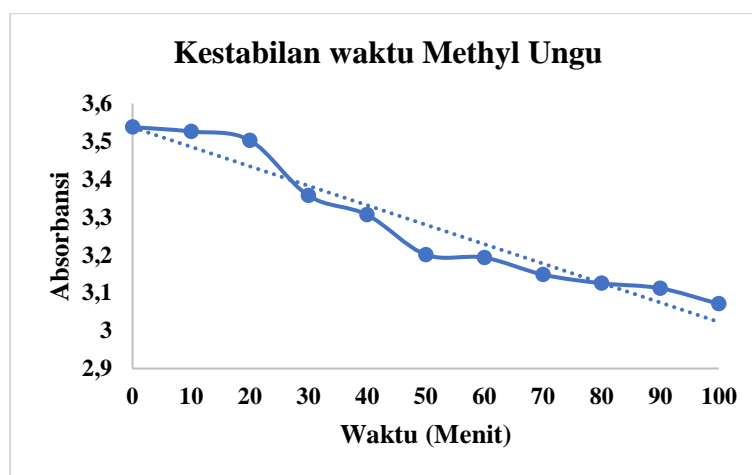
Gambar 4.13 Grafik penentuan kurva standar larutan *methyl violet*

Gambar 4.13 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi *methyl violet*, maka semakin nilai absorbansinya juga akan semakin meningkat. Berdasarkan pengamatan kualitatif, konsentrasi *methyl violet* yang semakin tinggi menunjukkan warna yang semakin pekat dan penyerapan pada warna yang pekat semakin tinggi, hal tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang telah dijelaskan sebelumnya. Dari kurva standar, diperoleh nilai regresi linear yaitu $y = 0,1866x - 0,0212$ dengan $R^2 = 0,9976$, di mana y adalah absorbansi dan x adalah konsentrasi *methyl violet*. Nilai koefisien regresi R^2 yang mendekati 1, menunjukkan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi sangat linear dan sesuai dengan hukum Lambert-Beer.

4.2.3 Penentuan Waktu Kestabilan *Methyl Violet*

Suatu senyawa memiliki kestabilan yang terbatas, yang berarti senyawa tersebut pada waktu tertentu belum terbentuk sempurna, akan tetapi dalam waktu yang relatif lama senyawa tersebut telah terurai (Irmawaty, 2003). Penentuan waktu kestabilan bertujuan untuk mengetahui waktu pengukuran optimum di mana kompleks *methyl violet* berada kondisi stabil dan tidak mengalami perubahan

konsentrasi yang signifikan. Fotodegradasi larutan *methyl violet* harus dilakukan pada saat kompleks berada pada waktu kestabilannya, sehingga konsentrasi larutan setelah fotodegradasi dapat terukur secara optimum. Penentuan waktu kestabilan diperoleh dari hubungan antara waktu pengukuran dan absorbansi larutan *methyl violet* 10 mg/L. Pengukuran dilakukan dalam variasi waktu, di mana masing-masing variasi waktu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.



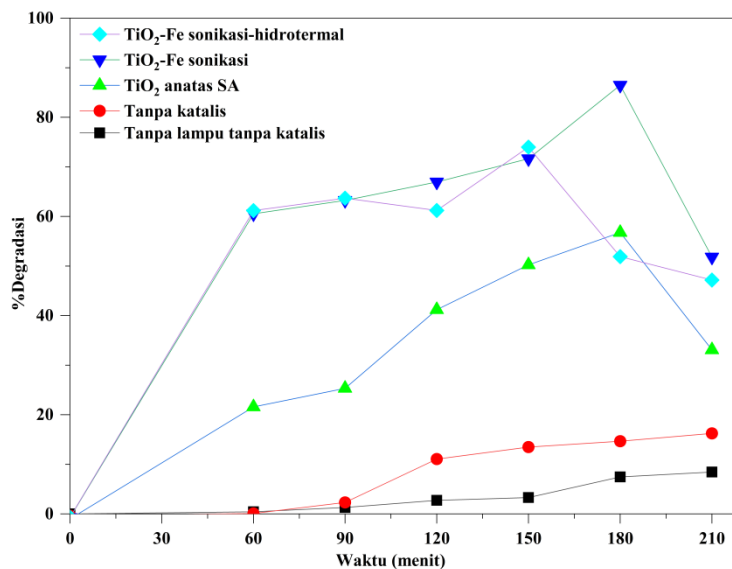
Gambar 4.14 Grafik hasil penentuan waktu kestabilan *methyl violet* 10 mg/L

Gambar 4.14 menunjukkan bahwa waktu kestabilan *methyl violet* berada pada rentang hingga 50-60 menit. Karena dari menit 50 sampai 60 memiliki selisih perbedaan absorbansi yang sangat kecil dibandingkan absorbansi sebelum menit ke 50 dan setelah menit ke 60. Sehingga, uji aktivitas fototakalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dilakukan pada waktu kestabilan *methyl violet* yaitu pada menit ke 50 sampai 60 untuk mendapatkan hasil pengukuran yang optimum.

4.2.4 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO₂-Fe terhadap Degradasi Larutan *Methyl Violet* di bawah Iradiasi Sinar Tampak

Fotodegradasi merupakan proses penguraian senyawa organik menggunakan katalis dan bantuan energi foton (cahaya). Prinsip dari proses fotodegradasi adalah ketika semikonduktor (katalis) dikenai cahaya, maka elektron akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Eksitasi elektron yang terjadi akan membentuk e^-/h^+ yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) dan membentuk radikal OH• yang dapat menguraikan zat warna (Fatimah dan Wijaya, 2005).

Uji efektivitas fotokatalis TiO₂-Fe dalam mendegradasi larutan *methyl violet* dilakukan dengan menggunakan sinar tampak dari lampu halogen 20 watt, dengan variasi waktu lama penyinaran terhadap reaksi fotodegradasi. Tujuan dari adanya variasi waktu lama penyinaran adalah untuk mengetahui kemampuan katalis dalam mendegradasi *methyl violet* seiring dengan perubahan waktu. Pada uji efektivitas ini, digunakan zat warna *methyl violet* 10 mg/L dan massa katalis 50 mg. Sebagai kontrol, dilakukan degradasi larutan *methyl violet* tanpa katalis dengan penyinaran, serta larutan *methyl violet* tanpa katalis dan tanpa penyinaran. Uji efektivitas juga dilakukan terhadap TiO₂ anatas SA yang digunakan sebagai pembanding. Hasil fotodegradasi *methyl violet* oleh fotokatalis TiO₂-Fe sonikasi dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal di bawah penyinaran sinar tampak disajikan pada Gambar 4.15 dan Tabel 4.4-4.8.



Gambar 4.15 Hasil uji efektivitas fotokatalis TiO₂-Fe sonikasi dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal terhadap *methyl violet* di bawah iradiasi sinar tampak

Tabel 4.4 Hasil uji tanpa katalis tanpa lampu

Waktu (menit)	A _o	C _o	A _f	C _f	%Degradasi
60			1,8838	10,30011	0,409348
90			1,8562	10,209	1,290222
120	1,9008	10,34244	1,8453	10,06109	2,720348
150			1,7648	10,00268	3,285144
180			1,746	9,571275	7,456345
210			1,9008	9,470525	8,430489

Ket: A_o-A_f = absorbansi awal-akhir, C_o-C_f = konsentrasi awal-akhir(ppm)

Tabel 4.5 Hasil uji tanpa katalis dengan lampu

Waktu (menit)	A _o	C _o	A _f	C _f	%Degradasi
60			1,9138	10,36977	0,462963
90			1,8705	10,13773	2,690329
120	1,9228	10,41801	1,7005	9,226688	11,43519
150			1,6535	8,974812	13,85288
180			1,6303	8,850482	15,0463
210			1,5998	8,687031	16,61523

Ket: A_o-A_f = absorbansi awal-akhir, C_o-C_f = konsentrasi awal-akhir(ppm)

Tabel 4.6 Hasil uji TiO₂ anatas SA terhadap degradasi *methyl violet*

Waktu (menit)	A _o	C _o	A _f	C _f	%Degradasi
60	1,5278	8,301179	1,1782	6,427653	22,5694
90	1,4946	8,123258	1,0958	5,986066	26,30954
120	1,5069	8,189175	0,862533	4,735977	42,16783
150	1,5494	8,416935	0,744433	4,103073	51,25218
180	1,5825	8,594319	0,6561	3,629689	57,76642
210	1,5207	8,26313	0,9954	5,448017	34,06836

Ket: A_o-A_f = absorbansi awal-akhir, C_o-C_f = konsentrasi awal-akhir(ppm)

Tabel 4.7 Hasil uji TiO₂-Fe sonikasi terhadap degradasi *methyl violet*

Waktu (menit)	A _o	C _o	A _f	C _f	%Degradasi
60	1,5944	8,658092	0,6043	3,35209	61,28373
90	1,5278	8,301179	0,5368	2,990354	63,97676
120	1,5778	8,569132	0,495267	2,767774	67,70065
150	1,5967	8,670418	0,425567	2,394248	72,38601
180	1,5842	8,60343	0,1839	1,099143	87,22437
210	1,7687	9,592176	0,8278	4,549839	52,56718

Ket: A_o-A_f = absorbansi awal-akhir, C_o-C_f = konsentrasi awal-akhir(ppm)

Tabel 4.8 Hasil uji TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal terhadap degradasi *methyl violet*

Waktu (menit)	A _o	C _o	A _f	C _f	%Degradasi
60	1,4946	8,123258	0,557	3,098607	61,85513
90	1,5207	8,26313	0,528167	2,944089	64,37078
120	1,5778	8,569132	0,588267	3,266168	61,88449
150	1,5967	8,670418	0,388667	2,196501	74,66673
180	1,7687	9,592176	0,8278	4,549839	52,56718
210	1,5842	8,60343	0,8162	4,487674	47,83854

Ket: A_o-A_f = absorbansi awal-akhir, C_o-C_f = konsentrasi awal-akhir(ppm)

Berdasarkan Gambar 4.15 dan Tabel 4.4-4.8 jika dibandingkan dengan kontrol, dapat diketahui bahwa dengan adanya penambahan fotokatalis mampu meningkatkan nilai persen degradasi *methyl violet*. Di mana nilai persen maksimum degradasi *methyl violet* selama 210 menit tanpa adanya katalis dan tanpa penyinaran sebesar 8,43%, sedangkan ketika dilakukan di bawah iradiasi sinar tampak nilai persen degradasi meningkat sebesar 16,61%. Penurunan

konsentrasi *methyl violet* dalam kondisi tanpa katalis dan penyinaran disebabkan karena sifat *methyl violet* yang tidak stabil dan mudah terdegradasi dengan sendirinya walaupun dalam konsentrasi yang kecil. Sehingga, persen degradasi *methyl violet* meningkat seiring bertambahnya waktu. Dengan adanya penyinaran oleh radiasi sinar tampak dari lampu halogen, menyebabkan degradasi *methyl violet* meningkat. Hal tersebut disebabkan oleh reaksi fotolisis H₂O dan sinar yang diiradiasikan. Reaksi fotolisis H₂O akan menghasilkan radikal OH• dalam jumlah kecil yang ditunjukkan oleh reaksi berikut (Chang, dkk., 2020):



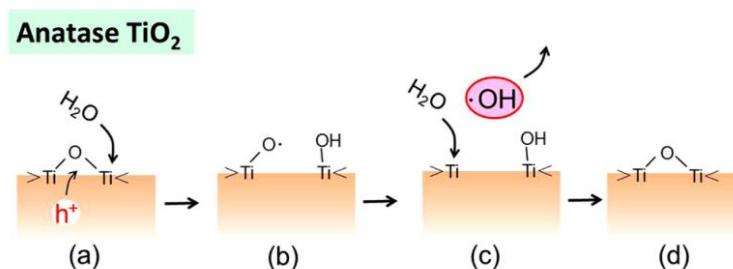
Radikal OH• yang terbentuk akan mendegradasi *methyl violet*, sehingga nilai persen degradasi *methyl violet* tanpa katalis di bawah iradiasi cahaya tampak lebih besar, dibandingkan pada kondisi gelap. Adanya penambahan fotokatalis TiO₂ anatase SA maupun TiO₂ terdoping besi (III), mampu meningkatkan nilai persen degradasi *methyl violet* secara signifikan. Karena dopan besi (III) membentuk situs perangkap baru yang akan membagi waktu antara e⁻/h⁺ dalam mencapai permukaan fotokatalis, sehingga memperlambat rekombinasi e⁻/h⁺ dan meningkatkan degradasi *methyl violet*. Dapat diamati pula, keefektifan fotokatalis dalam mendegradasi *methyl violet* dipengaruhi oleh lamanya iradiasi cahaya tampak. TiO₂ anatase SA mampu mendegradasi *methyl violet* sebesar 57,76% dengan waktu optimum 180 menit, sedangkan TiO₂-Fe sonikasi memiliki nilai persen degradasi 87,22% pada waktu optimum 180 menit dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal sebesar 74,66% pada waktu optimum 150 menit. Penurunan nilai persen degradasi dari *methyl violet* tidak

hanya disebabkan karena adanya penambahan fotokatalis dan penyinaran cahaya tampak. Sifat *methyl violet* yang mudah terdegradasi dengan sendirinya memberikan penambahan nilai persen degradasi ketika di uji menggunakan fotokatalis di bawah penyinaran sinar tampak dengan variasi waktu lama penyinaran.

Lama penyinaran dapat mempengaruhi nilai persen degradasi *methyl violet* oleh fotokatalis. Hal ini karena adanya interaksi antara molekul zat warna dengan permukaan fotokatalis. Semakin lama waktu penyinaran, maka semakin banyak zat warna yang dapat terdegradasi hingga mencapai waktu optimumnya karena banyaknya radikal $\text{OH}\cdot$ yang terbentuk (Kumar dan Pandey, 2017; Wardhani, dkk., 2018). Lama penyinaran menunjukkan lamanya interaksi antara fotokatalis dengan sinar tampak untuk menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$, dan interaksi antara radikal $\text{OH}\cdot$ dengan zat warna *methyl violet*. Radikal $\text{OH}\cdot$ berperan dalam menguraikan *methyl violet* menjadi senyawa yang aman, sehingga semakin lama waktu penyinaran, semakin banyak radikal $\text{OH}\cdot$ yang terbentuk dan semakin besar nilai persen degradasi yang dihasilkan. Akan tetapi, setelah waktu optimum tercapai pada fotokatalis TiO_2 anatas SA, TiO_2 -Fe sonikasi, dan TiO_2 -Fe sonikasi-hidrotermal terjadi penurunan nilai persen degradasi. Adapun faktor-faktor yang dapat menyebabkan terjadinya penurunan nilai persen degradasi setelah waktu optimum lama penyinaran diantaranya:

1. Adanya reaksi terminasi yang menurunkan jumlah radikal $\text{OH}\cdot$, sehingga mempengaruhi proses degradasi (Wardhani, dkk., 2018). Reaksi terminasi merupakan reaksi di mana 2 radikal bebas bergabung menjadi molekul

netral (Cahyono, dkk., 2020). Radikal $\text{OH}\cdot$ memiliki kestabilan yang sangat rendah, sehingga mudah untuk bereaksi dengan molekul di dekatnya. Semakin lama waktu penyinaran, maka semakin banyak radikal $\text{OH}\cdot$ yang dihasilkan karena reaksi regenerasi radikal $\text{OH}\cdot$ berlangsung lebih lama



Gambar 4.16 Dugaan mekanisme reaksi pada regenerasi radikal $\text{OH}\cdot$ (Zhang dan Nosaka, 2014).

Berdasarkan Gambar 4.16 reaksi regenerasi radikal $\text{OH}\cdot$ pada permukaan TiO_2 anatas terjadi ketika (a) h^+ pada pita valensi terperangkap pada permukaan fotokatalis dengan mengikat oksigen dari molekul H_2O dan membentuk h^+ yang terperangkap pada permukaan TiO_2 ($\text{Ti-O}\cdot$) (b). $\text{Ti-O}\cdot$ dianggap sebagai $\text{OH}\cdot$ yang teradsorpsi dalam bentuk deprotonasinya ($\text{O}\cdot$) yang kemudian radikal $\text{OH}\cdot$ dilepaskan (c). Konsentrasi radikal $\text{OH}\cdot$ yang semakin tinggi akan cenderung untuk membentuk reaksi terminasi radikal $\text{OH}\cdot$ yang menghasilkan molekul H_2O_2 ($\text{OH}\cdot + \text{OH}\cdot \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2$). Jumlah H_2O_2 yang tinggi dapat menurunkan konsentrasi radikal $\text{OH}\cdot$, sehingga efektivitas fotokatalis dalam mendegradasi zat warna menjadi menurun (Zhang dan Nosaka, 2014).

2. Fotokatalis TiO_2 terdoping besi (III) yang disintesis dengan metode sonikasi dan sonikasi-hidrotermal, memiliki perbedaan waktu optimum dalam mendegradasi *methyl violet*. TiO_2 -Fe sonikasi mampu

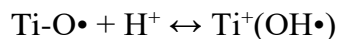
mendegradasi *methyl violet* sebesar 87,22% selama 180 menit, sedangkan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal memiliki persen degradasi 74,66% selama 150 menit. Hal tersebut diduga karena adanya perbedaan metode yang digunakan sehingga mempengaruhi pendopingan besi (III) ke dalam matriks TiO₂. TiO₂ sonikasi-hidrotermal memiliki nilai energi celah pita yang lebih rendah yaitu 2,96 eV, sedangkan energi celah pita TiO₂-Fe sonikasi sebesar 3,00. Akan tetapi, berdasarkan nilai reflektansi yang dihasilkan TiO₂-Fe sonikasi memiliki nilai reflektansi yang paling rendah. Nilai reflektansi yang rendah menunjukkan kemampuan absorbansi cahaya tampak yang tinggi, sehingga TiO₂-Fe sonikasi mampu mendegradasi *methyl violet* dengan optimal. Adanya penurunan persen degradasi pada TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal dengan nilai energi celah pita yang lebih rendah, diduga karena dopan besi (III) berperan sebagai pusat rekombinasi dalam matriks TiO₂ sehingga menurunkan efektivitas fotokatalis. Teng, dkk (2013) melakukan sintesis TiO₂-Fe menggunakan prekursor TiO₂ anatas dan besi nitrat sebagai sumber ion Fe³⁺ dengan variasi konsentrasi 0,1, 0,5, 1, 3, dan 5 mol% menggunakan metode sonikasi-hidrotermal. 1% TiO₂-Fe menunjukkan konsentrasi yang optimum dalam mendegradasi *methyl orange*. Sedangkan, Sood, dkk (2013) melakukan degradasi *methyl violet* menggunakan fotokatalis TiO₂-Fe yang disintesis dengan metode sonikasi menunjukkan 1,2 mol% doping Fe merupakan yang paling optimum dalam mendegradasi *methyl violet*. Teng, dkk (2013) menjelaskan pada jumlah dopan besi (III) yang lebih tinggi, dapat menurunkan efektivitas fotokatalitik, walaupun jumlah dopan besi (III) tinggi

dapat meningkatkan absorpsi cahaya tampak. Hal tersebut dapat disebabkan oleh 3 faktor yaitu penurunan kristalinitas, dopan besi (III) yang berperan sebagai pusat rekombinasi, dan penurunan jarak pisah pembawa muatan seiring dengan meningkatnya dopan besi (III) sehingga mempercepat laju rekombinasi. Pada metode sintesis sonikasi dan sonikasi-hidrotermal memiliki kemampuan pendopongan yang berbeda, sehingga akan menghasilkan konsentrasi optimum dopan besi (III) pada TiO_2 yang berbeda dan dapat mempengaruhi efektivitas degradasi dari fotokatalis.

3. Adanya molekul intermediet yang terbentuk selama proses degradasi *methyl violet* dapat menghalangi radikal $\text{OH}\cdot$ dalam mendegradasi larutan induk *methyl violet*. Dan juga kinetika degradasi zat warna yang lambat pada rentang waktu yang lebih lama dapat disebabkan dalam mendegradasi atom N (produk N demetilasi) pada *methyl violet* menjadi senyawa nitrogen teroksidasi. Serta, radikal $\text{OH}\cdot$ dapat menyerang situs kaya elektron seperti ikatan C-N, cincin fenil dan atom C pusat *methyl violet* dengan cara yang tidak efektif (Shirsath, dk., 2013).

Proses degradasi *methyl violet* juga dipengaruhi oleh pH kondisi larutan. Umumnya, pH larutan akan mempengaruhi efisiensi fotokatalis secara langsung. Hal ini dikarenakan pH dapat mengatur karakteristik permukaan fotokatalis dalam bereaksi dengan muatan molekul organik, sehingga mengatur kapasitas adsorpsi molekul organik pada permukaan katalis (Azeez, dkk., 2018). Pada kondisi pH asam juga akan menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$ yang lebih tinggi, dibandingkan kondisi pH basa. h^+ yang terperangkap pada permukaan TiO_2 ($\text{Ti-O}\cdot$) akan berinteraksi dengan proton untuk menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$

yang teradsorpsi $\text{Ti}^+(\text{OH}\cdot)$ (Zhang dan Nosaka, 2014), seperti yang ditunjukkan pada reaksi berikut:



Berdasarkan reaksi di atas, pH yang lebih tinggi dengan konsentrasi H^+ rendah, akan menghasilkan radikal $\text{OH}\cdot$ yang rendah pula, sehingga menurunkan aktivitas fotokatalitik TiO_2 . Uji efektivitas $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dilakukan pada kondisi pH 6,5 yang sesuai dengan titik elektrostatis TiO_2 yaitu 6,0-6,5, sehingga permukaan TiO_2 akan bermuatan positif (Zhou, dkk., 2006). Pada pH basa, permukaan TiO_2 akan bermuatan negatif sehingga menurunkan adsorpsi molekul organik karena adanya tolakan elektrostatis. Serta, pada pH 6,5 merupakan pH alami dari *methyl violet* yang dapat meningkatkan degradasi *methyl violet* oleh fotokatalis. Dalam penelitian ini dilakukan uji efektivitas fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi dan $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi-hidrotermal dengan membandingkan kemampuan efektivitasnya menggunakan TiO_2 anatas SA. Hasil uji efektivitas menunjukkan TiO_2 yang di doping besi (III) memiliki kemampuan degradasi lebih baik dibandingkan TiO_2 anatas SA. Di mana TiO_2 anatas SA menghasilkan nilai persen degradasi 57,76% selama 180 menit, $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi 87,22% selama 180 menit, dan $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi sebesar 74,66% selama 150 menit. Konsentrasi *methyl violet* yang digunakan kecil yaitu 10 ppm untuk menghindari kesalahan pengukuran karena kestabilan *methyl violet* yang akan mempengaruhi hasil fotodegradasi.

4.3 Fotokatalis sebagai Metode Pengolahan Limbah Zat Warna *Methyl Violet* dalam Pandangan Islam

Besi diketahui mampu meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO_2 dalam mendegradasi zat warna *methyl violet*, peningkatan aktivitas fotodegradasi terlihat di bawah penyinaran sinar tampak dengan variasi lama penyinaran. Hal ini menunjukkan bahwa material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ memiliki potensi dalam mendegradasi zat warna, serta polutan organik lainnya. Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah sebagai bentuk menjaga dan melestarikan alam semesta. Sebagaimana firman-Nya dalam surat Hud (11) ayat 61, di mana Allah Swt memberikan kepercayaan kepada umat manusia untuk memakmurkan dan mengelola Bumi guna mencegah bencana alam:

﴿ وَإِلَىٰ تَمُودَ أَخَاهُمْ صَالِحًا قَالَ يَا قَوْمِ اعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُمْ مِن إِلَهٍ غَيْرُهُ ۖ هُوَ أَنشَأَكُمْ مِنَ الْأَرْضِ وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تَوَلَّوْا إِلَيْهِ وَإِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُّجِيبٌ ۝۶۱﴾

Artinya: “Dan kepada kaum samud (Kami utus) saudara mereka, Saleh. Dia berkata, “Wahai kaumku! Sembahlah Allah, tidak ada tuhan bagimu selain Dia. Dia telah menciptakanmu dari bumi (tanah) dan menjadikanmu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunan kepada-Nya, kemudian bertobatlah kepada-Nya. Sesungguhnya Tuhanku sangat dekat (rahmat-Nya) dan memperkenankan (doa hamba-Nya)” (Q.S Hud (11) : 61).

Kata *وَاسْتَعْمَرَكُمْ* mengungkapkan bahwa manusia diperintahkan untuk memakmurkan Bumi, karena manusia memiliki potensi dan kesiapan menjadi makhluk yang mampu mengolah dan membangun kehidupan di atas Bumi. Melaksanakan pembangunan dan mengolah Bumi merupakan cara pengelolaan lingkungan secara benar, untuk menjaga dan melestarikan alam bagi generasi mendatang (Istianah, 2015). Ada banyak cara yang dapat dilakukan demi menjaga dan melestarikan alam, salah satunya adalah dengan mengamalkan ilmu

pengetahuan melalui penelitian-penelitian yang kemudian dapat diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari. Seperti yang di firmankan dalam surah Al-Mujadilah (58) ayat 22, yang memerintahkan manusia untuk menguasai ilmu pengetahuan dan teknologi, serta mengajukan penemuan dalam berbagai disiplin ilmu:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ آمَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ انشُرُوا فَانشُرُوا
يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ

Artinya: *“Wahai orang-orang yang beriman! Apabila dikatakan kepadamu, “Berilah kelapangan di dalam majelis-majelis,” maka lapangkanlah, niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. Dan apabila dikatakan, “Berdirilah kamu,” maka berdirilah, niscaya Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman di antarmu dan orang-orang yang diberi ilmu beberapa derajat. Dan Allah Maha teliti apa yang kamu kerjakan.”* (Q.S Al-Mujadilah (58) : 11)

Ayat di atas menunjukkan bahwa Allah Swt akan meninggikan derajat orang-orang dan orang-orang yang memiliki ilmu beberapa derajat atau kemuliaan dalam hidup seperti yang dimaksudkan dalam kalimat (أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ). Peranan ilmu dalam Islam sangat penting sekali, karena dalam menjalankan kehidupan yang penuh dengan permasalahan perlu adanya ilmu pengetahuan untuk menyelesaikannya. Serta, ilmu pengetahuan juga dapat mengantarkan seseorang untuk mencapai kebahagiaan hidup di akhirat (Wahyuni, 2020). Fotodegradasi menjadi salah satu solusi yang efektif dalam mengatasi permasalahan lingkungan akibat pencemaran zat warna. Fotodegradasi memerlukan material fotokatalis dalam prosesnya, TiO₂ sebagai material fotokatalis sering digunakan karena kelebihanannya yang mampu mendegradasi senyawa organik dan mereduksi senyawa anorganik menjadi senyawa sederhana, lebih aman, stabil secara fisika dan kimia, ekonomis, serta ramah lingkungan (Suradjo, dkk., 2016). Akan tetapi TiO₂ memiliki efisiensi cahaya yang rendah, karena hanya aktif bekerja di bawah iradiasi

sinar UV, sehingga hanya mampu menggunakan 5% iradiasi sinar matahari yang mencapai Bumi (Lee dan Park, 2013). Sinar matahari mengandung 6% sinar UV (200-460 nm), 40% sinar infra merah (760 nm-1 mm), dan 50% sinar tampak (400-760 nm) (Moan, 2001; Sklar, dkk., 2013). Untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya dalam rentang panjang gelombang yang lebih besar, doping TiO₂ dengan logam transisi diamati sebagai metode yang efektif (Trang, dkk., 2019). Oleh karena itu, doping logam besi (III) menjadi salah satu modifikasi yang efektif dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO₂.

Berdasarkan hasil penelitian ini, dapat diketahui bahwa penambahan doping besi (III) ke dalam matriks TiO₂ mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya pada daerah sinar tampak, sehingga dapat digunakan secara efisien. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa TiO₂-Fe memiliki energi celah pita yang lebih rendah, dibandingkan TiO₂ murni, sehingga lebih aktif di bawah sinar matahari sebagai sumber cahaya tampak yang melimpah. Serta hasil uji efektivitas dari TiO₂-Fe dalam mendegradasi *methyl violet*, menunjukkan bahwa TiO₂-Fe menghasilkan persentase degradasi lebih besar dibandingkan TiO₂ murni di bawah penyinaran cahaya tampak. Adanya modifikasi TiO₂ menggunakan logam besi (III) dapat dimanfaatkan dalam mendegradasi zat warna menjadi senyawa yang lebih sederhana yaitu CO₂ dan H₂O. Hal tersebut dilakukan sebagai upaya manusia, makhluk yang diberi akal pikiran seperti yang disebutkan dalam surat An-Nahl (16) ayat 12-13, sehingga sanggup mengetahui dan memahami dalam memecahkan suatu masalah.

وَسَخَّرَ لَكُمُ اللَّيْلَ وَالنَّهَارَ وَالشَّمْسَ وَالْقَمَرَ وَالنُّجُومَ مُسْحَرَاتٍ بِأَمْرِهِ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَعْقِلُونَ
وَمَا ذَرَأَا لَكُمْ فِي الْأَرْضِ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهُ ۗ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَذَّكَّرُونَ

Artinya: “Dia menundukkan malam dan siang, matahari dan bulan untukmu, dan bin-tang-bintang dikendalikan dengan perintah-Nya. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang mengerti, dan (Dia juga mengendalikan) apa yang Dia ciptakan untukmu di bumi ini dengan berbagai jenis dan macam warnanya. Sungguh, pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda (kebesaran Allah) bagi kaum yang mengambil pelajaran.” (Q.S An-Nahl (16) : 12-13)

Kata ‘*aql* (عقل) sebagai *mashdar* dari ‘*aqala* tidak ditemukan dalam Al-Qur’an, akan tetapi ditemukan dalam bentuk *fiil mudhari* (kata kerja). Akal adalah naluri asli manusia yang menyebabkan manusia memiliki potensi untuk menyerap berbagai pengetahuan yang berdasarkan pikiran. Kata ‘*aql* sebanding dengan *ulul al-bab* (أولو الاباب), yaitu orang-orang berakal sehat, memiliki pemahaman yang cemerlang dari akal dan *qalbu*, mengingat kebesaran Allah Swt, dan mampu menjaga ketaqwaannya sehingga tetap mengingat arahan hidayah serta petunjuk-petunjuk-Nya, seperti yang diajarkan dalam Al-Qur’an yaitu *tafakur* dan *tasyakur*. *Tafakur* atau saat ini dikenal sebagai *science* merupakan sikap merenungkan seluruh ciptaan Allah Swt di langit dan Bumi, serta mempelajarinya. Sedangkan, *tasyakur* adalah sikap memanfaatkan nikmat dan karunia Allah Swt dengan menggunakan akal pikiran, sehingga kenikmatan itu semakin bertambah (Aliyah, 2013). Oleh karena itu, melalui penelitian-penelitian yang telah dilakukan dalam mengembangkan suatu teknologi yang ramah lingkungan seperti fotokatalis, bertujuan untuk menjaga dan memperbaiki ciptaan-Nya. Karena dengan kemampuan akalnya, manusia mampu menguasai ilmu pengetahuan dan teknologi, mengubah dan merekayasa kondisi lingkungannya untuk mencapai kehidupan yang lebih baik, aman, dan nyaman (Khasinah, 2013).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan data yang diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. TiO₂ terdoping besi (III) berhasil disintesis dengan metode sonikasi dan metode sonikasi-hidrotermal. Berdasarkan karakterisasi FTIR hasil menunjukkan bahwa terdapat perbedaan modus gugus fungsi yang muncul antara TiO₂ anatas SA, TiO₂-Fe sonikasi, dan TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal. Fasa kristal yang terbentuk pada kedua material diidentifikasi sebagai fasa anatas dengan adanya pergeseran puncak akibat dopan besi (III) berdasarkan hasil XRD. Serta, berdasarkan data DRS menunjukkan TiO₂-Fe mengalami penurunan nilai energi celah pita sebesar 2,95 eV dan 2,96 eV, dengan TiO₂-Fe sonikasi memiliki serapan paling tinggi pada daerah sinar tampak.
2. Semakin lama waktu penyinaran akan memberikan nilai persen degradasi yang semakin tinggi terhadap *methyl violet*. Hasil uji efektivitas menunjukkan nilai persen degradasi paling tinggi dihasilkan oleh TiO₂-Fe sonikasi dengan massa katalis 50 mg yang dapat mendegradasi 87,22% 25 mL *methyl violet* 10 mg/L pada kondisi pH 6,5 selama 180 menit.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan variasi konsentrasi dopan besi (III) untuk mengetahui konsentrasi optimum dopan besi (III) dalam matriks TiO_2 dalam mendegradasi *methyl violet*.
2. Perlu dilakukan karakterisasi *Photoluminescence* (PL) untuk mengetahui pengaruh metode sintesis terhadap kecepatan rekombinasi elektron-hole (e^-/h^+) pada material $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dalam mendegradasi *methyl violet*.
3. Perlu dilakukan uji efektivitas pada rentang sinar UV untuk mengetahui aktivitas optimum $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ pada rentang cahaya tersebut.
4. Perlu dilakukan pengaruh lama penyinaran pada variasi waktu di bawah 60 menit dalam mendegradasi *methyl violet* menggunakan fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, H., 2019. Manfaat Air dalam Al-Quran Perspektif Sains Modern. *Skripsi*. Jurusan Al-Qur'an dan Tafsir Fakultas Ushuluddin dan Humaniora, UIN Semarang.
- Abdullah, M., Khairurrijal, K. and Khairurrijal, K., 2009. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1), pp.1-9.
- Adyani, S.M. and Ghorbani, M., 2018. A Comparative Study of Physicochemical and Photocatalytic Properties of Visible Light Responsive Fe, Gd and P Single and Tri-Doped TiO₂ Nanomaterials. *Journal of Rare Earths*, 36(1), pp.72-85.
- Afrozi, A.S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta: Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Aldrianti, A.B.A. dan Syahbanu, I., 2020. Sintesis TiO₂/Ti Terdoping Logam Fe³⁺ Menggunakan Metode Anodisasi dengan Bantuan Sinar Tampak. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 8(3).
- Ali, T., Tripathi, P., Azam, A., Raza, W., Ahmed, A.S., Ahmed, A. and Muneer, M., 2017. Photocatalytic Performance of Fe-Doped TiO₂ Nanoparticles Under Visible-Light Irradiation. *Materials Research Express*, 4(1), p.015022.
- Aliah, H., Setiawan, A., & Abdullah, M. 2013. Pengaruh Jumlah Lapisan Bulir Polimer Polipropilena Berfotokatalis Semikonduktor TiO₂ Terhadap Fotodegradasi Metilen Biru. *Prosiding SEMIRATA 2013*, 1(1).
- Al-Isfahani, Al Raghīb. 1412H/1992. *Mufradat Al-Fadh Al-Qur'an, Cet. I*. Beirut: Dâr Al-Qalam.
- Aliyah, S., 2013. Ulul Albab dalam Tafsir Fi Zhilali Al-Quran. *Jurnal Ilmu Agama: Mengkaji Doktrin, Pemikiran, dan Fenomena Agama*, 14(1), pp.115-150.
- Al-Kdasi, A., Idris, A., Saed, K., & Guan, C. T. 2004. Treatment of Textile Wastewater by Advanced Oxidation Processes—a review. *Global nest: the Int. J*, 6(3), 222-230.
- Ambati, R. and Gogate, P.R., 2018. Ultrasound Assisted Synthesis of Iron Doped TiO₂ Catalyst. *Ultrasonics sonochemistry*, 40, pp.91-100.
- Ameta, S. C., Ameta, R., & Ameta, G. (Eds.). 2018. *Sonochemistry: An Emerging Green Technology*. USA: CRC Press.

- Andari, N.D., 2019. Fotokatalis TiO₂-zeolit untuk Degradasi Metilen Biru. *Chemistry progress*, 7(1).
- Azeez, F., Al-Hetlani, E., Arafa, M., Abdelmonem, Y., Nazeer, A.A., Amin, M.O. and Madkour, M., 2018. The Effect of Surface Charge on Photocatalytic Degradation of Methylene Blue Dye Using Chargeable Titania Nanoparticles. *Scientific reports*, 8(1), pp.1-9.
- Azmi, W., Sani, R.K. and Banerjee, U.C., 1998. Biodegradation of Triphenylmethane Dyes. *Enzyme and Microbial Technology*, 22(3), pp.185-191.
- Bakre, P.V. and Tilve, S.G., 2018. Direct Access to Highly Crystalline Mesoporous Nano TiO₂ Using Sterically Bulky Organic Acid Templates. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 116, pp.234-240.
- Bashiri, R., Mohamed, N.M. and Kait, C.F., 2017. Advancement of Sol-Gel-Prepared TiO₂ Photocatalyst. *Recent Applications in Sol-Gel Synthesis. Rijeka: InTech*, pp.151-167.
- Bethi, B. and Sonawane, S.H., 2018. Nanomaterials and Its Application for Clean Environment. In *Nanomaterials for green energy* (pp. 385-409). Elsevier.
- Bouasla, C., Samar, M.E.H. and Ismail, F., 2010. Degradation of Methyl Violet 6B Dye by The Fenton Process. *Desalination*, 254(1-3), pp.35-41.
- Brouwer, P., 2006. *Theory of XRF*. Almelo, Netherlands: PANalytical BV.
- Burns, Andrew, W.Li., Baker, C., & Shah, S.I. 2002. Sol-Gel Synthesis and Characterization of Neodymium-Ion Doped Nanostructured Titania Thin Films. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 703: 521-552.
- Byrappa, K and Masahiro Yoshimura. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. USA: Noyes Publications / William Andrew Publishing, LLC.
- Cahyono, Edi, Wijayanti, Nanik, Kusumawardhana, S. M., Mursiti, Sri, Alighiri, Dante, Prasetya, A. T., Harjono, dan Kasmui. 2020. Modul Digital Kimia Organik Fisik. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang: UNNES Press.
- Chang, Y., Li, Q., An, F., Luo, Z., Zhao, Y., Yu, Y., He, Z., Chen, Z., Che, L., Ding, H. and Zhang, W., 2020. Water Photolysis and Its Contributions to The Hydroxyl Dayglow Emissions in The Atmospheres of Earth and Mars. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 11(21), pp.9086-9092.

- Chatterjee, D., & Mahata, A. 2001. Demineralization of Organic Pollutants on The Dye Modified TiO₂ Semiconductor Particulate System Using Visible Light. *Applied Catalysis B: Environmental*, 33(2), 119-125.
- Chen, Z.W., Gibson, W.M. and Huang, H., 2008. High Definition X-Ray Fluorescence: Principles And Techniques. *X-ray Optics and Instrumentation*, 2008.
- Choi, J., Park, H., & Hoffmann, M. R. 2010. Combinatorial Doping Of TiO₂ With Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickel (Ni) To Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Materials Research*, 25(1), 149-158.
- Choquette-Labbé, M., Shewa, W.A., Lalman, J.A. and Shanmugam, S.R., 2014. Photocatalytic Degradation of Phenol and Phenol Derivatives Using a Nano-TiO₂ Catalyst: Integrating Quantitative and Qualitative Factors Using Response Surface Methodology. *Water*, 6(6), pp.1785-1806.
- Christina, P.M., Mu'nisatun, S., Saptaji, R. and Marjanto, D., 2007. Studi Pendahuluan Mengenai Degradasi Zat Warna Azo (Metil Orange) dalam Pelarut Air Menggunakan Mesin Berkas Elektron 350 keV/10 mA. In *Jurnal Forum Nuklir* (Vol. 1, No. 1, p. 32).
- Colon, G., Ward, B. C., & Webster, T. J. 2006. Increased Osteoblast and Decreased *Staphylococcus Epidermidis* Functions on Nanophase ZnO and TiO₂. *Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 78(3), 595-604.
- Danielson, S.J., 1996. Thin-film immunoassays. In *Immunoassay* (pp. 505-535). Academic Press.
- Day, R.A dan A.L Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta : Erlangga.
- Dony, N. and Azis, H., 2013. Studi Fotodegradasi Biru Metilen Di Bawah Sinar Matahari oleh ZnO-SnO₂ yang dibuat dengan Metoda Solid State Reaction. *Prosiding SEMIRATA 2013*, 1(1).
- Dunlop, P.S.M., Byrne, J.A., Manga, N., & Eggins, B.R. 2002. The Photocatalytic Removal of Bacterial Pollutants from Drinking Water. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 148: 355-363.
- El Mragui, A., Logvina, Y., Pinto da Silva, L., Zegaoui, O. and Esteves da Silva, J.C., 2019. Synthesis of Fe-and Co-doped TiO₂ with Improved Photocatalytic Activity Under Visible Irradiation Toward Carbamazepine Degradation. *Materials*, 12(23), p.3874.

- Elias, M. S., Zainal, Z., Hussein, M. Z., & Taufiq, Y. H. 2001. Penyingkiran Fenol Terlarut dalam Air Melalui Fotodegradasi Menggunakan Titanium Dioksida (TiO_2). *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 7(1), 1-6.
- Eufinger, K., Poelman, D., Poelman, H., De Gryse, R., & Marin, G. B. 2008. TiO_2 Thin Films For Photocatalytic Applications. *Thin solid films: process and applications*, 37(661), 2.
- Fahmi, Mochamad Zakki. 2020. *Nanoteknologi dalam Perspektif Kesehatan*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Fatimah, I. and Wijaya, K., 2005. Sintesis TiO_2 /Zeolit sebagai Fotokatalis Pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka Secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Teknoin*, 10(4).
- Fauriani, R. dan Aritonang, A.B., 2019. Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 /Ti Terdoping Fe (III) Menggunakan Metode Anodisasi In-Situ. *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 8(2).
- Fonseca-Cervantes, O.R., Pérez-Larios, A., Romero Arellano, V.H., Sulbaran-Rangel, B. and Guzmán González, C.A., 2020. Effects in Band Gap for Photocatalysis in TiO_2 Support by Adding Gold and Ruthenium. *Processes*, 8(9), p.1032.
- Garcia, Juliana Carla and Keiko Takashima. 2003. Photocatalytic Degradation of Imazaquin in an Aqueous Suspension of Titanium Dioxide. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 155(1-3) 215–222.
- Gareso, P.L., Heryanto, H., Sampebatu, E.C., Sampe, N., Palentek, V., Taba, P., Juarlin, E. and Aryanto, D., 2021. Synthesis and Material Characterization of TiO_2 Nanoparticles Doped with Iron (Fe). In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1763, No. 1, p. 012059). IOP Publishing.
- Garland, Carl W., Nibler, Joseph, W., Shoemaker, David, P. 2003. *Experiments in Physical Chemistry*. New York: McCraw-Hill Companies Inc.
- Ghows, N. and Entezari, M.H., 2010. Ultrasound with Low Intensity Assisted The Synthesis of Nanocrystalline TiO_2 without Calcination. *Ultrasonics sonochemistry*, 17(5), pp.878-883.
- González-Reyes, L., Hernández-Pérez, I., Arceo, L.D.B., Dorantes-Rosales, H., Arce-Estrada, E., Suárez-Parra, R. and Cruz-Rivera, J.J., 2010. Temperature Effects During Ostwald Ripening on Structural and Bandgap Properties of TiO_2 Nanoparticles Prepared by Sonochemical Synthesis. *Materials Science and Engineering: B*, 175(1), pp.9-13.

- Guo, J., Zhu, S., Chen, Z., Li, Y., Yu, Z., Liu, Q., & Zhang, D. 2011. Sonochemical Synthesis of TiO₂ Nanoparticles on Graphene for Use As Photocatalyst. *Ultrasonics sonochemistry*, 18(5), 1082-1090.
- Hardeli, A.R., Kurniawati, D., Andriko, N. and Sanjaya, H., 2014. Degradasi *Methyl Violet* dan *Methylen Blue* oleh Fotokatalis TiO₂. *Jurnal EKSAKTA*, 1.
- Haryono, H. and Rostika, A., 2018. Pengolahan Limbah Zat Warna Tekstil Terdispersi dengan Metode Elektroflotasi. *EduChemia (Jurnal Kimia dan Pendidikan)*, 3(1), pp.94-105.
- Hasani, P.S.D., 2019. Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium Variasi Konsentrasi Menggunakan Metode Reaksi Keadaan Padatan. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Malang.
- Hastuti, Erna. 2011. Analisa Difraksi Sinar X TiO₂ dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersensitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*, Vol. 4, No. 1.
- Hindryawati, Noor. 2020. *Fotokatalis dalam Pengolahan Limbah Tekstil*. Yogyakarta: Deepublish.
- Hirai, T., Suzuki, K., & Komasaawa, I. 2001. Preparation and Photocatalytic Properties of Composite CdS Nanoparticles–Titanium Dioxide Particles. *Journal of colloid and interface science*, 244(2), 262-265.
- Ibnu Katsir. 1407 H/1086M. *Tafsir Al-Qur'ân Al-Azhîm, Juz 1*. Beirut Libanon: Dâr Al-Fikr.
- Ilyas, M., 2008. Lingkungan Hidup dalam Pandangan Islam. *JURNAL SOSIAL HUMANIORA (JSH)*, 1(2), pp.154-165.
- Imamudin, M., 2012. Peranan Air dalam Perspektif Al-Quran (Air Sebagai Sumber Kehidupan). *El-Hayah*, 3(1).
- Inggarwati, E.D., Istighfarini, V.N. and Prasetyo, A., 2020. Sintesis Komposit Bi₄Ti₃O₁₂/TiO₂ dengan Metode Sonikasi. *Jurnal Ilmu Dasar*, 21(2), pp.81-86.
- Irmawaty, N., 2003. Uji Perbandingan Daya Serap Zeolit Alam, Lempung Sawah dan Lempung Bentonit Terhadap Larutan Urea. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Istianah, I., 2015. Upaya Pelestarian Lingkungan Hidup dalam Perspektif Hadis. *Riwayah*, 1(2), pp.249-270.

- Jamaludin, A. and Adiantoro, D., 2014. Analisis Kerusakan X-Ray Fluorescence (XRF). *PIN Pengelolaan Instalasi Nuklir*, (9-10).
- Karim, S., Pardoyo, P. and Subagio, A., 2016. Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Nitrogen (N-Doped TiO₂) dengan Metode Sol–Gel. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 19(2), pp.63-67.
- Kauffman, K.L., Culp, J.T., Goodman, A. and Matranga, C., 2011. FT-IR Study of CO₂ Adsorption in A Dynamic Copper (II) Benzoate–Pyrazine Host with CO₂⁻ CO₂ Interactions in The Adsorbed State. *The Journal of Physical Chemistry C*, 115(5), pp.1857-1866.
- Khan, H. and Swati, I.K., 2016. Fe³⁺ Doped Anatase TiO₂ with d–d Transition, Oxygen Vacancies and Ti³⁺ Centers: Synthesis, Characterization, UV–Vis Photocatalytic and Mechanistic Studies. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 55(23), pp.6619-6633.
- Khan, H., & Berk, D. 2013. Sol–Gel Synthesized Vanadium Doped TiO₂ Photocatalyst: Physicochemical Properties and Visible Light Photocatalytic Studies. *Journal of sol-gel science and technology*, 68(2), 180-192.
- Khasinah, S., 2013. Hakikat manusia menurut pandangan islam dan Barat. *Jurnal Ilmiah Didaktika: Media Ilmiah Pendidikan dan Pengajaran*, 13(2).
- Kittel, Charles. 1979. *Introduction to Solid State Physics Edisi 55*. India: Wiley Eastern Limited.
- Kruanetr, S. and Wanchanthuek, R., 2017. Studies on Preparation and Characterization of Fe/TiO₂ Catalyst in Photocatalysis Applications. *Materials Research Express*, 4(7), p.076507.
- Kumar, A. and Pandey, G., 2017. The Photocatalytic Degradation of Methyl Green in Presence of Visible Light with Photoactive NiO. 10: LaO. 05: TiO₂ Nanocomposites. *IOSR-JAC*, 10(9), pp.31-44.
- Larumbe, S., Monge, M. and Gómez-Polo, C., 2015. Comparative Study of (N, Fe) Doped TiO₂ Photocatalysts. *Applied Surface Science*, 327, pp.490-497.
- Lee, S.Y. and Park, S.J., 2013. TiO₂ Photocatalyst for Water Treatment Applications. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19(6), pp.1761-1769.
- Leong, T., Ashokkumar, M. and Kentish, S., 2011. *The Fundamentals Of Power Ultrasound-a Review*. Vol. 39 August, No. 2.
- Lestari, Y.D., Wardhani, S.W. and Khunur, M.M., 2015. Degradasi Methylene Blue Menggunakan Fotokatalis TiO₂-N/Zeolit dengan Sinar Matahari. *Jurnal Ilmu Kimia Universitas Brawijaya*, 1(1), pp.pp-592.

- Li, H., Liu, G., Chen, S. and Liu, Q., 2010. Novel Fe Doped Mesoporous TiO₂ Microspheres: Ultrasonic-Hydrothermal Synthesis, Characterization, and Photocatalytic Properties. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 42(6), pp.1844-1849.
- Li, Y. F., Xu, D., Oh, J. I., Shen, W., Li, X., & Yu, Y. 2012. Mechanistic Study of Codoped Titania with Nonmetal and Metal Ions: a Case Of C+ Mo Codoped TiO₂. *Acs Catalysis*, 2(3), 391-398.
- Li, Z., Shen, W., He, W. and Zu, X., 2008. Effect of Fe-Doped TiO₂ Nanoparticle Derived from Modified Hydrothermal Process on The Photocatalytic Degradation Performance on Methylene Blue. *Journal of hazardous materials*, 155(3), pp.590-594.
- Licciulli, A. dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce.
- Lin, C.Y.W., Channei, D., Koshy, P., Nakaruk, A. and Sorrell, C.C., 2012. Effect of Fe Doping on TiO₂ Films Prepared by Spin Coating. *Ceramics International*, 38(5), pp.3943-3946.
- Listanti, A., A. Taufiq, A Hidayat, S. Sunaryono. 2018. Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO₂ Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *Journal of Physical Science and Engineering*, Vol. 3, No. 1, (8-5).
- Liu, Porun. 2011. *Synthesis of TiO₂-Based Nanostructures by Hydrothermal Method and Their Application*. Australia: Griffith University.
- Liu, Y., Chen, X., Li, J., & Burda, C. 2005. Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Nitrogen-Doped TiO₂ Nanocatalysts. *Chemosphere*, 61(1), 11-18.
- Lorimer, J. P., Mason, T. J., Plattes, M., Phull, S. S., & Walton, D. J. 2001. Degradation of Dye Effluent. *Pure and Applied Chemistry*, 73(12), 1957-1968.
- Lu, X., Ma, Y., Tian, B. and Zhang, J., 2011. Preparation and Characterization of Fe-TiO₂ Films with High Visible Photoactivity by Autoclaved-Sol Method at Low Temperature. *Solid state sciences*, 13(3), pp.625-629.
- Manan, Abdul. 2015. Pencemaran dan Perusakan Lingkungan dalam Perspektif Hukum Islam. *Jurnal Hukum dan Peradilan*, Vol. 4. No. 2.
- Manurung, R., Hasibuan, R. and Irvan, H., 2004. *Perombakan Zat Warna Azo Reaktif Secara Anaerob-Aerob*. Medan: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara.
- Mawardi, M., 2014. Air dan Masa Depan Kehidupan. *Tarjih: Jurnal Tarjih dan Pengembangan Pemikiran Islam*, 12(1), pp.131-142.

- Methods for Assessing Surface Cleanliness. 2019. *Developments in Surface Contamination and Cleaning*, Volume 12, 23–105.
- Moalej, N.S., Ahadi, S. and Sheibani, S., 2019. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by 2 Wt.% Fe Doped TiO₂ Nanopowder Under Visible Light Irradiation. *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, 52(2), pp.133-141.
- Moan, J., 2001. Visible Light and UV Radiation. *Radiation at Home, Outdoors and in the Workplace*, pp.69-85.
- Muid, F.A., 2010. Pemerintahan dalam Perspektif Al-Qur'an. *Al-Ulum*, 10(1), pp.41-58.
- Muthuraman, G. and Teng, T.T., 2010. Solvent Extraction of Methyl Violet with Salicylic Acid from Aqueous Acidic Solutions. *Desalination*, 263(1-3), pp.113-117.
- Naeem, K. and Feng, O., 2009, January. Effect of Calcination on Photocatalytic Activity of Fe³⁺ Doped TiO₂ Nanoparticles for Degradation of Phenol Under UV Irradiation. In *2009 4th IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems* (pp. 348-352). IEEE.
- Naimah, S., Jati, B.N., Aidha, N.N. and Cahyaningtyas, A.A., 2014. Degradasi Zat Warna Pada Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Fotokatalitik Menggunakan Nanokomposit TiO₂-Zeolit. *Jurnal Kimia dan Kemasan*, 36(2), pp.225-236.
- Namasivayam, C., Muniasamy, N., Gayatri, K., Rani, M., & Ranganathan, K. 1996. Removal of Dyes from Aqueous Solutions by Cellulosic Waste Orange Peel. *Bioresource Technology*, 57(1), 37-43.
- Nandiyanto, A.B.D., Oktiani, R. and Ragadhita, R., 2019. How to Read And Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*, 4(1), pp.97-118.
- Nasralla, N., Yeganeh, M., Astuti, Y., Piticharoenphun, S., Shahtahmasebi, N., Kompany, A., Karimipour, M., Mendis, B.G., Poolton, N.R.J. and Šiller, L., 2013. Structural and Spectroscopic Study of Fe-Doped TiO₂ Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Method. *Scientia Iranica*, 20(3), pp.1018-1022.
- Ningsih, S.K.W., 2016. *Sintesis Anorganik*. Universitas Negeri Padang: UNP Press.
- Nishikida, K., Nishio, E. and Hannah, R.W., 2019. *Selected Applications of Modern FT-IR techniques*. CRC Press.
- Nogueira, R. F. P and Jardim, W. F. 1993. Photodegradation of Methylene Blue Using Solar light and Semiconductor (TiO₂). *Journal of Chemical Education*, 70. p. 861-862.

- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor: Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, IPB.
- Patty, D.J., 2013. Penentuan Unsur dalam Rambut Berdasarkan Karakteristik Pola Fluoresensi Sinar X (XRF). *Prosiding FMIPA Universitas Pattimura*, pp.219-25.
- Pennington, A.M., 2015. *Increased Visible-Light Photocatalytic Activity of TiO₂ Via Band Gap Manipulation*. Rutgers The State University of New Jersey-New Brunswick.
- Petit, S. and Madejova, J., 2013. Fourier Transform Infrared Spectroscopy. In *Developments in Clay Science* (Vol. 5, pp. 213-231). Elsevier.
- Prasad, K., Pinjari, D.V., Pandit, A.B. and Mhaske, S.T., 2010. Phase Transformation of Nanostructured Titanium Dioxide from Anatase to Rutile via Combined Ultrasound Assisted Sol-Gel Technique. *Ultrasonics sonochemistry*, 17(2), pp.409-415.
- Pratiwi, E., Harlia, H. dan Aritonang, A.B., 2020. Sintesis TiO₂ Terdoping Fe³⁺ untuk Degradasi Rhodamin B Secara Fotokatalisis dengan Bantuan Sinar Tampak. *POSITRON*, 10(1), pp.57-63.
- Priyono, B., Juliadi, J., Syahrial, A.Z. and Kartini, E., 2018. Sintesis Lithium Titanat dengan Metode Hidrotermal dan Efek Suhu Sintering Pada Karakteristik Nano Strukturnya. *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 17(1), pp.1-9.
- Putri, D.F., Ritonga, H.M., Murdiati, V. and Zainul, R., 2018. *A Review What Is Hydrothermal*. Padang: Universitas Negeri Padang.
- Putri, F.A., 2015. Analisis Vibrasi Molekul Pada Gas Rumah Kaca. *Berita Dirgantara*, 16(1).
- Rashed, M.N. and El-Amin, A.A., 2007. Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous TiO₂ Under Different Solar Irradiation Sources. *International Journal of Physical Sciences*, 2(3), pp.73-81.
- Rismiarti, Zuri, Yuyun Yuniati dan Rokiy Alfanaar. 2016. Penerapan Metode Sonikasi terhadap Adsorpsi Fe(III) pada Zeolit Alam Teraktivasi. *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 5 : 2 63-68.
- Rohman, A., 2015. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Malang.

- Rusdiana, I.A., Hambali, E. and Rahayuningsih, M., 2018. Pengaruh Sonikasi Terhadap Sifat Fisik Formula Herbisida yang Ditambahkan Surfaktan Dietanolamida. *AGRORADIX: Jurnal Ilmu Pertanian*, 1(2), pp.34-41.
- Saeed, K., Khan, I., Gul, T. and Sadiq, M., 2017. Efficient Photodegradation of Methyl Violet Dye Using TiO_2/Pt And TiO_2/Pd Photocatalysts. *Applied Water Science*, 7(7), pp.3841-3848.
- Safari, M., Nikazar, M. and Dadvar, M., 2013. Photocatalytic Degradation of Methyl Tert-Butyl Ether (MTBE) by Fe- TiO_2 Nanoparticles. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19(5), pp.1697-1702.
- Safety Data Sheet, 2015. *Methyl Violet, 2B*, www.fisherici.com, 08 November 2020.
- Safety Data Sheet. 2021. *Crystal Violet*, www.sigmaaldrich.com, 24 Juni 2021.
- Saquib, M. and Muneer, M., 2003. TiO_2 -Mediated Photocatalytic Degradation of A Triphenylmethane Dye (Gentian Violet), In Aqueous Suspensions. *Dyes and Pigments*, 56(1), pp.37-49.
- Sari, D.K., Lestiani, D.D., Atmodjo, D.P.D. and Adventini, N., 2015. Pengaruh Efek Scattering Penggunaan Inserted Sample Holder pada EDXRF Epsilon5. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir 2015*.
- Sawaluddin, S., 2018. Air dalam Persepektif Al-Qur'an dan Sains. *Jurnal Tarbiyah: Jurnal Ilmiah Kependidikan*, 7(2), pp.109-122.
- Saxena, V., Shukla, I., & Pandey, L. M. 2019. Hydroxyapatite: An Inorganic Ceramic for Biomedical Applications. *Materials for Biomedical Engineering* (pp. 205-249). Elsevier.
- Sayed, M., Pingfeng, F., Khan, H.M. and Zhang, P., 2014. Effect of Isopropanol on Microstructure and Activity Of TiO_2 Films 2ith Dominant {001} Facets for Photocatalytic Degradation of Bezaifibrate. *International Journal of Photoenergy*, 2014.
- Shihab, M. Quraish. 1992. *Membumikan Al-Qur'an*. Bandung: Mizan.
- Shihab, M. Quraish. 2000. *Tafsir Al-Mishbah, Pesan Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Volume I. Jakarta: Lentera Hati.
- Shihab, M. Quraish. 2009. *Tafsir Al-Misbah. (Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an)*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shirsath, S.R., Pinjari, D.V., Gogate, P.R., Sonawane, S.H. and Pandit, A.B., 2013. Ultrasound Assisted Synthesis of Doped TiO_2 Nano-Particles: Characterization and Comparison of Effectiveness for Photocatalytic Oxidation of Dyestuff Effluent. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(1), pp.277-286.

- Sklar, L.R., Almutawa, F., Lim, H.W. and Hamzavi, I., 2013. Effects of Ultraviolet Radiation, Visible Light, and Infrared Radiation on Erythema and Pigmentation: a review. *Photochemical & Photobiological Sciences*, 12(1), pp.54-64.
- Socrates, G. 2001. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies, Table and Charts, Third Edition*. Singapore: John Wiley & Sons, Ltd.
- Solano, R.A., Herrera, A.P., Maestre, D. and Cremades, A., 2019. Fe-TiO₂ Nanoparticles Synthesized by Green Chemistry for Potential Application in Waste Water Photocatalytic Treatment. *Journal of Nanotechnology*, 2019.
- Sood, S., Umar, A., Mehta, S.K. and Kansal, S.K., 2015. Highly Effective Fe-Doped TiO₂ Nanoparticles Photocatalysts for Visible-Light Driven Photocatalytic Degradation of Toxic Organic Compounds. *Journal of Colloid and Interface Science*, 450, pp.213-223.
- Sreethawong, T. & Yoshikawa, S. 2006. Enhanced Photocatalytic Hydrogen Evolution Over Pt Supported on Mesoporous TiO₂ Prepared by Single-Step Sol-Gel Process with Surfactant Template. *International Journal of Hydrogen Energy*, 31: 786-796.
- Sugiarti, M. 2012. Sintesis Hidrotermal dan Karakterisasi Kristal Titanium Dioksida (TiO₂). *Skripsi*. Bogor: Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, IPB.
- Suhartati, T., 2017. Dasar-Dasar Spektrofotometri UV-Vis dan Spektrometri Massa untuk Penentuan Struktur Senyawa Organik. Bandar Lampung: AURA.
- Suryanarayana, C and M. Grant Norton. 2013. *X-Ray Diffraction*. New York: Springer Science and Business Media.
- Sutardjo, F.S.W., Wildan, A. and Handyanaputri, E.S., 2016. Pengolahan Limbah Organik dan Anorganik Menggunakan Kombinasi Fotokatalis TiO₂ dan Senyawa Ethylenediaminetetraacetic Acid (EDTA). *METANA*, 11(02).
- Teng, H., Xu, S., Sun, D. and Zhang, Y., 2013. Preparation of Fe-Doped Nanotubes and Their Photocatalytic Activities Under Visible Light. *International Journal of Photoenergy*, 2013.
- Tiwari, Ratnesh, Vikas Dubey, Sanjay J. Dhoble. 2018. *Emerging Synthesis Techniques for Luminescent Materials*. India: IGI Global.
- Trang, T.N.Q., Tu, L.T.N., Man, T.V., Mathesh, M., Nam, N.D. and Thu, V.T.H., 2019. A High-Efficiency Photoelectrochemistry of Cu₂O/TiO₂ Nanotubes Based Composite for Hydrogen Evolution Under Sunlight. *Composites Part B: Engineering*, 174, p.106969.

- Trisunaryanti, Wega. 2018. *Material Katalis dan Karakternya*. Yogyakarta: UGM Press.
- Tryba, B., Inagaki, M., Toyoda, M. and Morawski, A.W., 2007. FTIR Studies of The Surface of TiO₂, Fe-TiO₂ and Fe-C-TiO₂ Photocatalysts in Phenol Oxidation via The Photo-Fenton Process. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*, 10(1), pp.25-30.
- Undang-Undang RI Nomor 23 Tahun 1997 tentang Pengelolaan Lingkungan Hidup.
- Van Vlack, L.H., 1992. *Ilmu dan Teknologi Bahan*, terjemahan Sriati Djaprie. Jakarta: Erlangga.
- Vargas, X.M., Marin, J.M. and Restrepo, G., 2015. Characterization and Photocatalytic Evaluation (Uv-Visible) of Fe-Doped TiO₂ Systems Calcined at Different Temperatures. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*, 18(1), pp.129-138.
- Wahyuni, Desi Sri. 2020. Urgensi Belajar Dalam Perspektif Islam (Kajian Tafsir Qur'An Surat Al-Mujadalah Ayat 11). *Skripsi*. Palembang: Universitas Muhammadiyah Palembang.
- Wahyuningsih, S., Ramelan, A.H. and Saputri, L.N.M.Z., 2017, July. A Study on Structure/Phase Transformation of TiO₂ Nanorods at Various Annealing Temperatures. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 75, No. 1, p. 012002). IOP Publishing.
- Wang, D.Y., Lin, H.C., & Yen, C.C. 2006. Influence of Metal Plasma Ion Implantation on Photo-Sensitivity of Anatase TiO₂ Thin Films. *Thin Solid Film*, 515: 1047-1052.
- Wang, L., & Egerton, T. 2012. The Effect of Transition Metal on The Optical Properties and Photoactivity of Nano-Particulate Titanium Dioxide. *Journal of Materials Science Research*, 1(4), 19.
- Wang, X., Li, Z., Jia, L., & Xing, X. 2018. Synthesis and Characterization of The Nano-TiO₂ Visible Light Photocatalysts: Vanadium Surface Doping Modification. *Journal of the Korean Physical Society*, 72(10), 1214-1220.
- Wardhani, S., Purwonugroho, D., Fitri, C.W. and Prananto, Y.P., 2018, October. Effect of pH and Irradiation Time on TiO₂-Chitosan Activity for Phenol Photo-Degradation. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 2021, No. 1, p. 050009). AIP Publishing LLC.
- Wardhani, Sri, Akhmad Bahari, dan M. Misbah Khunur. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO₂-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). *Journal*

of Environmental Engineering & Sustainable Technology, Vol. 03, No. 4, (78-84).

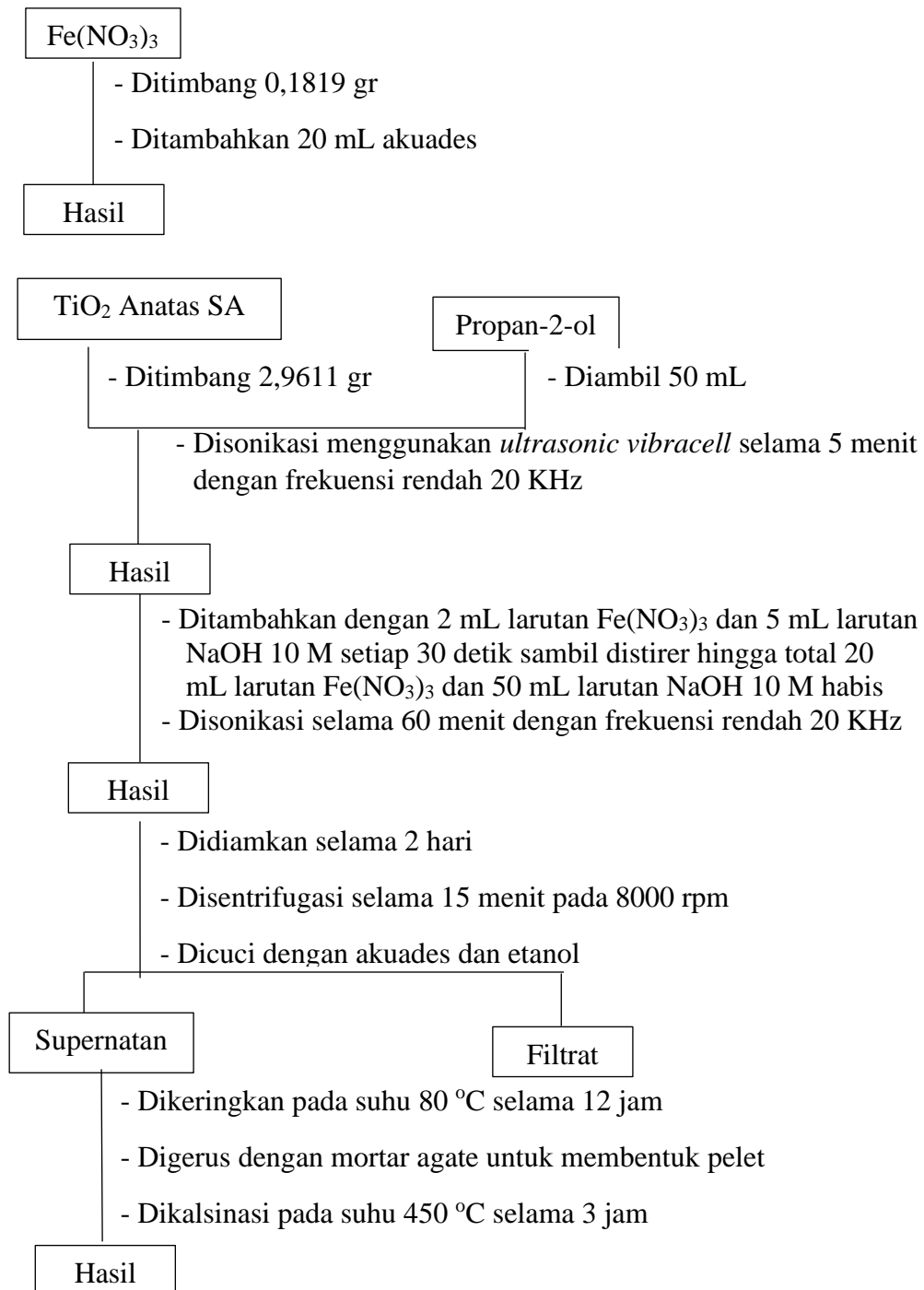
- Werapun, U. and Pechwang, J., 2019. Synthesis and Antimicrobial Activity of Fe: TiO₂ Particles. In *Journal of Nano Research* (Vol. 56, pp. 28-38). Trans Tech Publications Ltd.
- Widiyandari, H. and Budiman, M., 2004. Pengaruh Laju Aliran Gas N₂ Terhadap Sifat Optik Film Tipis GaN yang Ditumbuhkan dengan Teknik Pulsed Laser Deposition (PLD). *BERKALA FISIKA*, 7(1), pp.28-34.
- Widjanarko, P. I., Widianoro, L. F. E. S., & Ismadji, S. 2006. dkk. Kinetika Adsorpsi Zat Warna Congo Red dan Rhodamine B dengan Menggunakan Serabut Kelapa dan Ampas Tebu. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 5.
- Wijaya, K., Sugiharto, E., Fatimah, I., Sudiono, S. and Kurniaysih, D., 2006. Utilisasi TiO₂-Zeolit dan Sinar UV untuk Fotodegradasi Zat Warna Congo Red. *Teknoin*, 11(3).
- Wildan, A., Pramitaningastuti, A.S. dan Anggraeny, E.N., 2018. Pengolahan Limbah Batik dengan Metode Fotokatalitik di Desa Gemawang Kabupaten Semarang. *Proceeding of The URECOL*, pp.135-141.
- Wiranwetchayan, O., Promnopas, S., Thongtem, T., Chaipanich, A. and Thongtem, S., 2017. Effect of Alcohol Solvents on TiO₂ Films Prepared by Sol-Gel Method. *Surface and Coatings Technology*, 326, pp.310-315.
- Wu, J. C. S., & Chen, C. H. 2004. A Visible-Light Response Vanadium-Doped Titania Nanocatalyst By Sol-Gel Method. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 163(3), 509-515.
- Wu, Q., Zheng, Q. and van de Krol, R., 2012. Creating Oxygen Vacancies as a Novel Strategy to Form Tetrahedrally Coordinated Ti⁴⁺ in Fe/TiO₂ Nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(12), pp.7219-7226.
- Xie, E., Zheng, L., Li, X., Wang, Y., Dou, J., Ding, A. and Zhang, D., 2019. One-Step Synthesis of Magnetic-TiO₂-Nanocomposites with High Iron Oxide-Composing Ratio for Photocatalysis of Rhodamine 6G. *PloS one*, 14(8), p.e0221221.
- Yu, H., Li, X.J., Zheng, S.J., & Xu, W. 2006. Photocatalytic Activity of TiO₂ Thin Film Non-Uniformly Doped by Ni. *Material Chemistry and Physics*, 97: 59-63.
- Zaleska, A., 2008. Doped-TiO₂: a Review. *Recent Patents on Engineering*, 2(3), pp.157-164.

- Zhang, J. and Nosaka, Y., 2014. Mechanism of The OH Radical Generation in Photocatalysis with TiO₂ of Different Crystalline Types. *The Journal of Physical Chemistry C*, 118(20), pp.10824-10832.
- Zhou, J., Zhang, Y., Zhao, X.S. and Ray, A.K., 2006. Photodegradation of Benzoic Acid Over Metal-Doped TiO₂. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 45(10), pp.3503-3511.

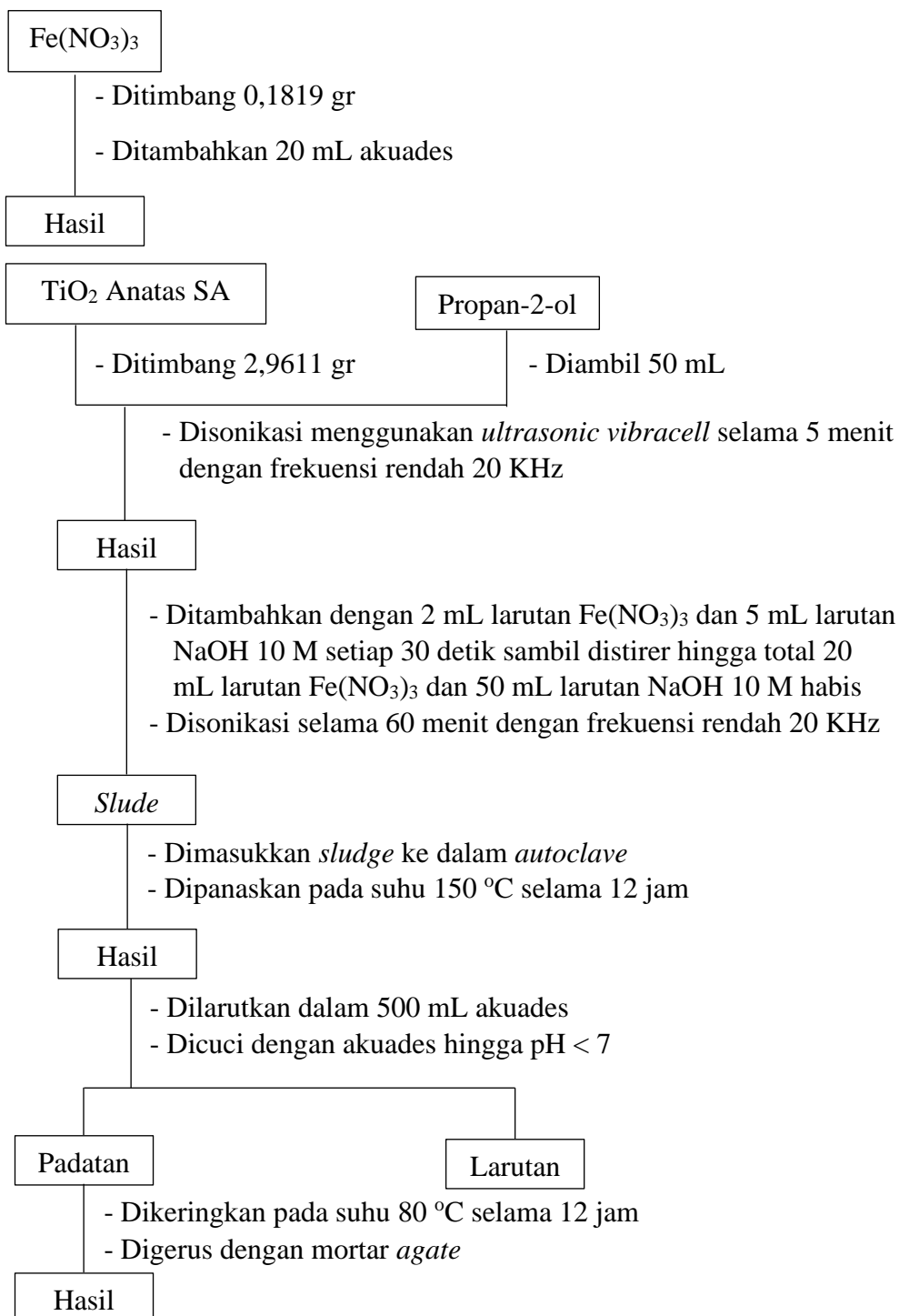
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

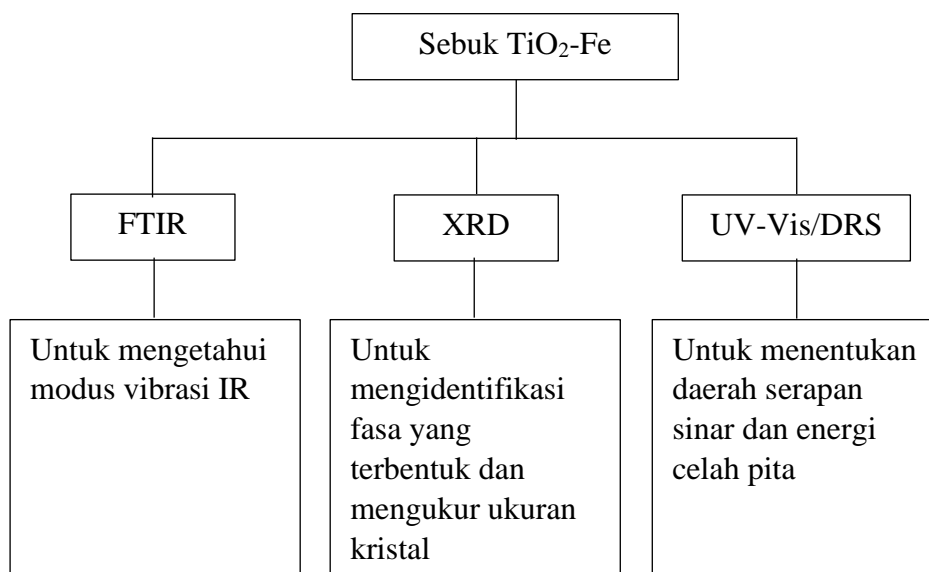
L.1.1 Sintesis Material Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ dengan Metode Sonikasi



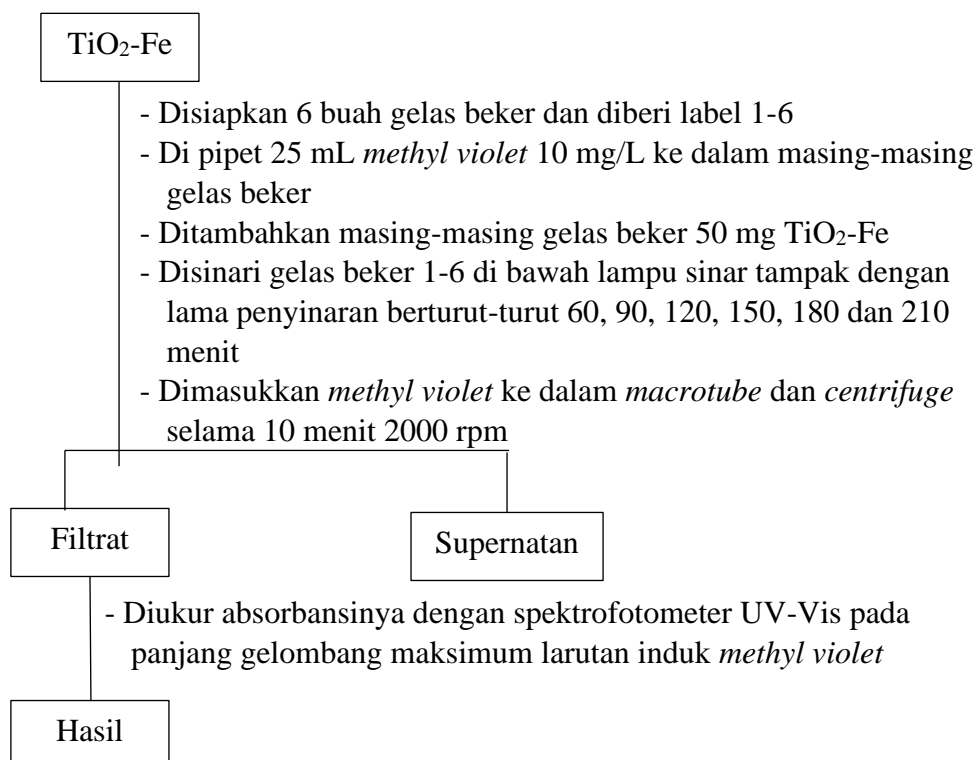
L.1.2 Sintesis Material Fotokatalis TiO₂-Fe dengan Metode Sonikasi-Hidrotermal



L.1.3 Karakterisasi Fotokatalis



L.1.4 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO₂-Fe terhadap Degradasi Larutan *Methyl Violet* di bawah Iradiasi Sinar Tampak



Lampiran 2. Perhitungan Massa Hasil Sintesis dan Material TiO₂-Fe pada Konsentrasi Besi (III) 1,2 %

Diketahui:

Mr TiO₂ : 79,8788 gr/mol

Ar Ti : 47,867 gr/mol

Mr Fe(NO₃)₃ : 403,999 gr/mol

Ar Fe : 55,845 gr/mol

Target sintesis : 3 gr

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,988 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,988}\text{Fe}_{0,012}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,988 \times 47,867}{(0,988 \times 47,867) + (0,012 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{79,8788}{47,867} \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{47,2925}{47,2925 + 0,6701 + 32} \times 1,6687 \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{47,2925}{79,9626} \times 5,0061 = 2,9611 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa Fe(NO}_3)_3 &= \frac{0,012 \times \text{Ar Fe}}{\text{Mr Ti}_{0,988}\text{Fe}_{0,012}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr Fe(NO}_3)_3}{\text{Ar Fe}} \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,012 \times 55,845}{(0,988 \times 27,867) + (0,012 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{403,999}{55,845} \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,6701}{47,2925 + 0,6701 + 32} \times 7,2343 \times 3 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,6701}{79,9626} \times 21,7029 = 0,1819 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

Lampiran 3. Dokumentasi Proses Sintesis dan Uji Efektivitas Material

L.3.1 Metode Sonikasi



(a)



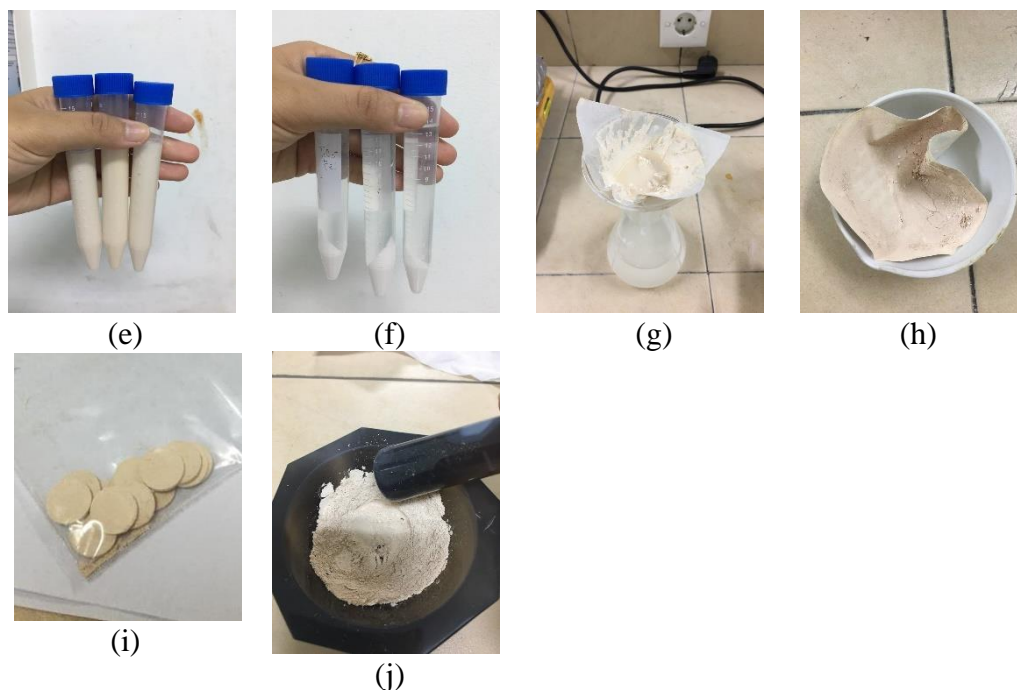
(b)



(c)

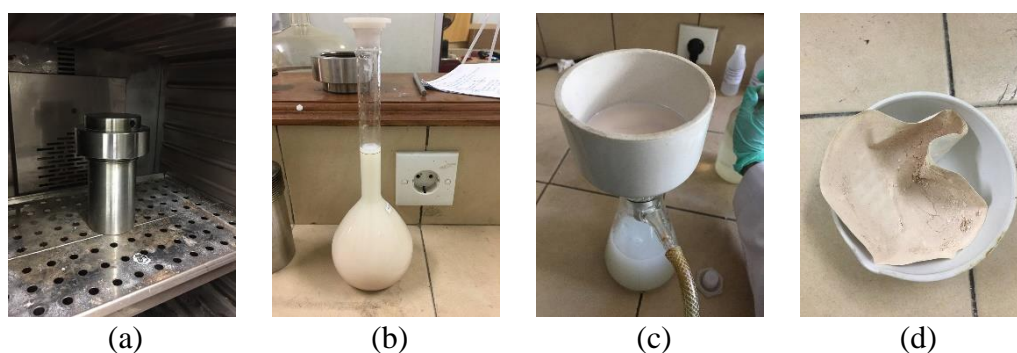


(d)

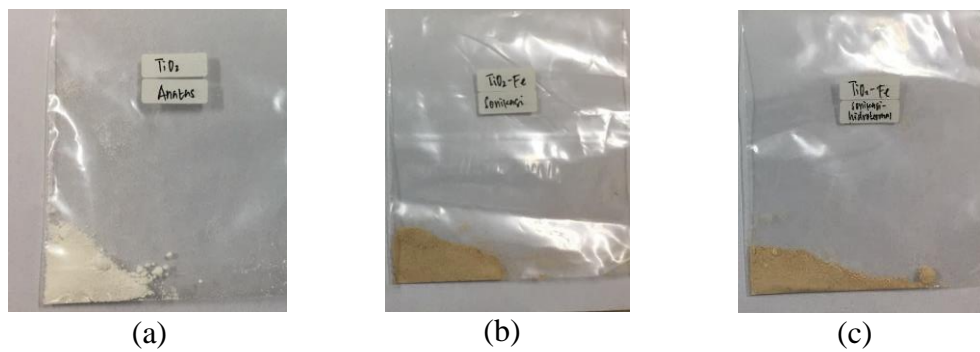


Gambar L.3.1 Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi (a) stirer TiO_2 , larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$, isoproponol, dan NaOH 10 M, (b) proses sonikasi, (c) sebelum pendiaman, (d) setelah pendiaman, (e) sebelum sentrifugasi, (f) setelah sentrifugasi, (g) proses pencucian dengan akuades dan etanol, (h) setelah pengeringan dalam oven, (i) pembuatan pelet sebelum kalsinasi, (j) hasil penggerusan padatan setelah kalsinasi

L.3.2 Metode Sonikasi-Hidrotermal



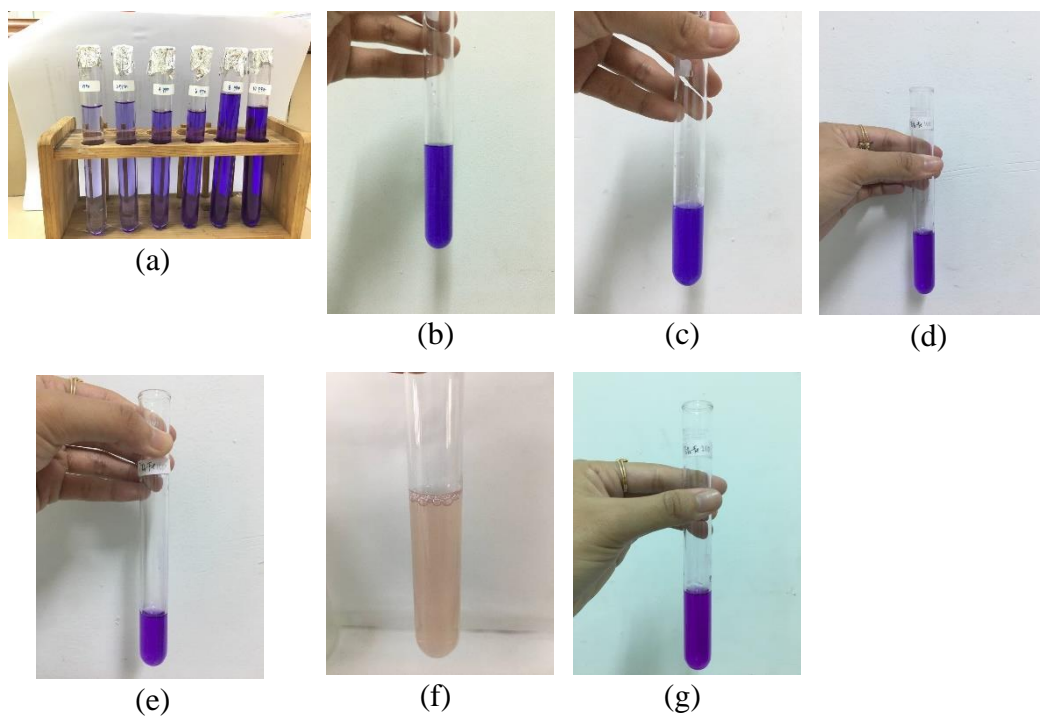
Gambar L.3.2 Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi-hidrotermal (a) Proses pemanasan hidrotermal, (b) hasil hidrotermal diencerkan dengan akuades, (c) proses penyaringan dengan corong buchner, (d) hasil setelah pengeringan



Gambar L.3.3 (a) TiO_2 anatas SA dan hasil sintesis (b) $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi, (c) $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi-hidrotermal

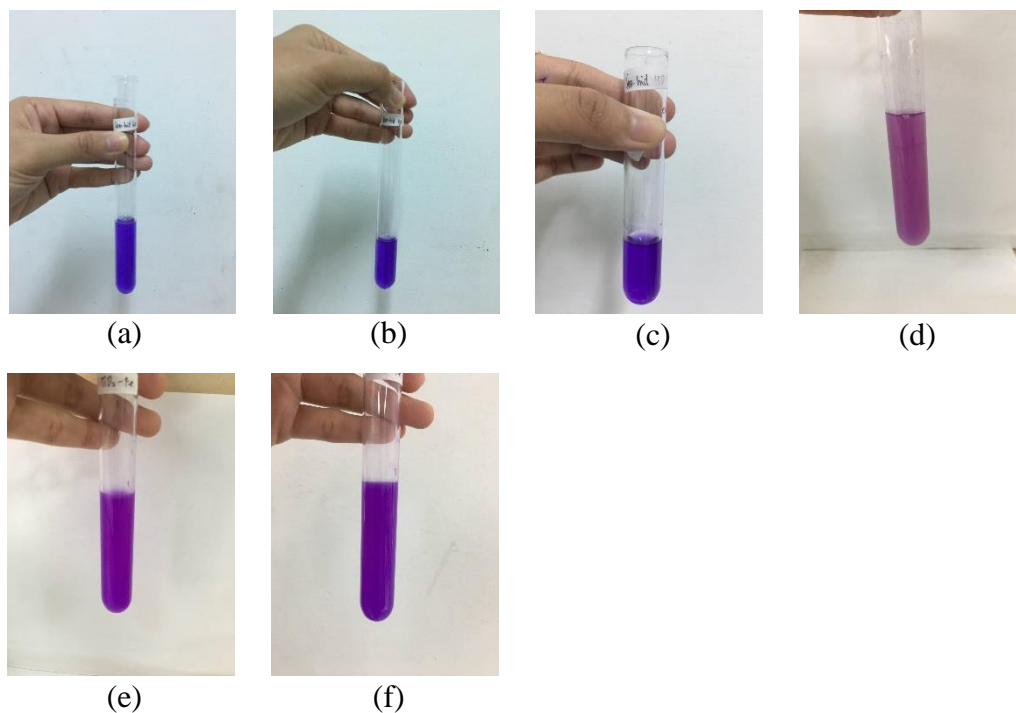
L.3.3 Uji Efektivitas $\text{TiO}_2\text{-Fe}$

L.3.3.1 $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ Sonikasi



Gambar L.3.4 Proses uji efektivitas $\text{TiO}_2\text{-Fe}$ sonikasi (a) pembuatan larutan standar, hasil degradasi *methyl violet* pada (b) 60 menit, (c) 90 menit, (d) 120 menit, (e) 150 menit, (d)180 menit, dan (g) 210 menit.

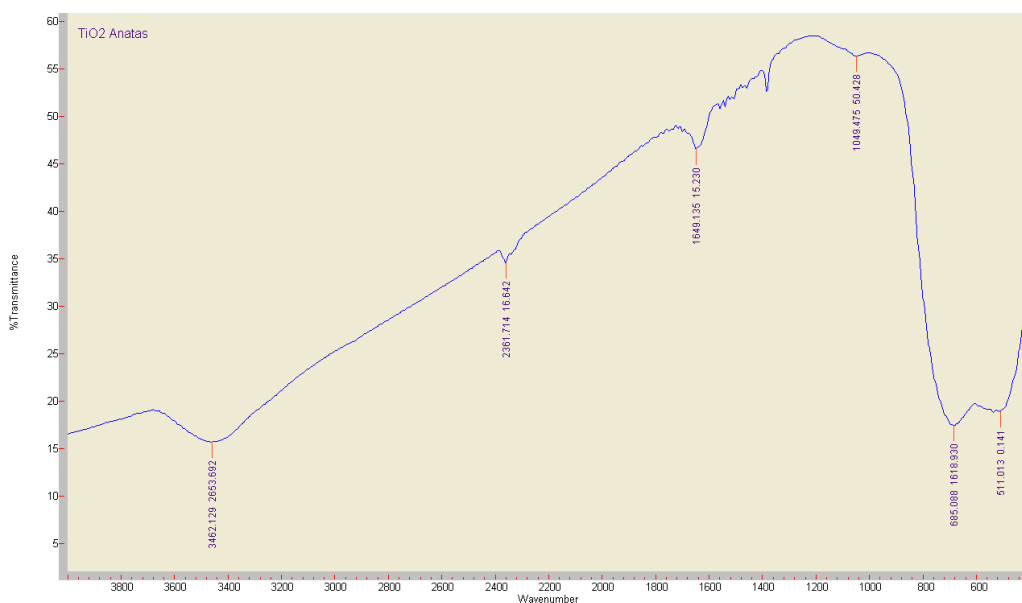
L.3.3.2 TiO₂-Fe Sonikasi-Hidrotermal



Gambar L.3.5 Proses uji efektivitas TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal (a) 60 menit, (b) 90 menit, (c) 120 menit, (d) 150 menit, (e) 180 menit, dan (f) 210 menit

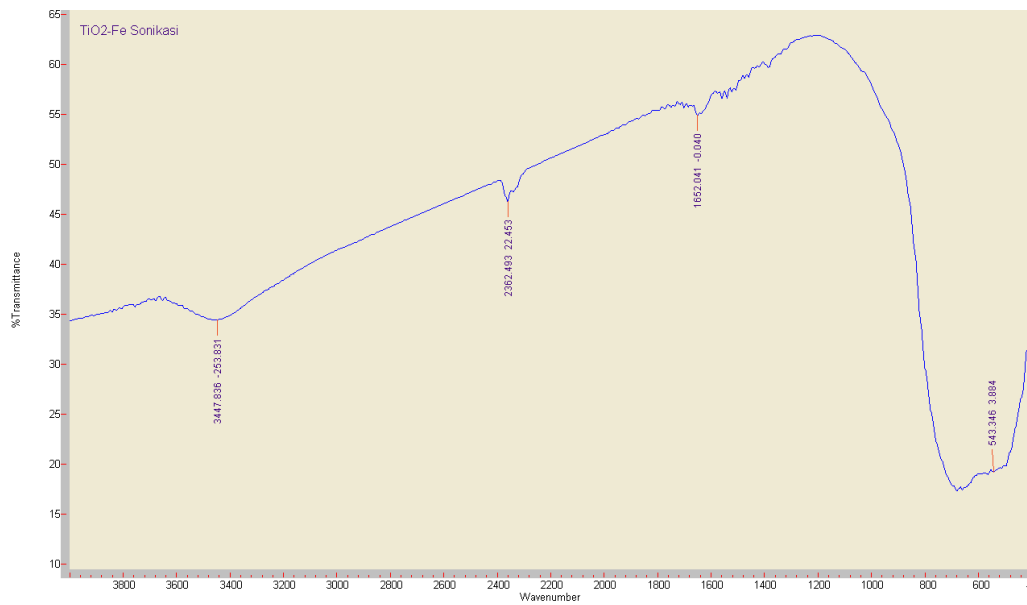
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR

L.4.1 TiO₂ Anatas SA



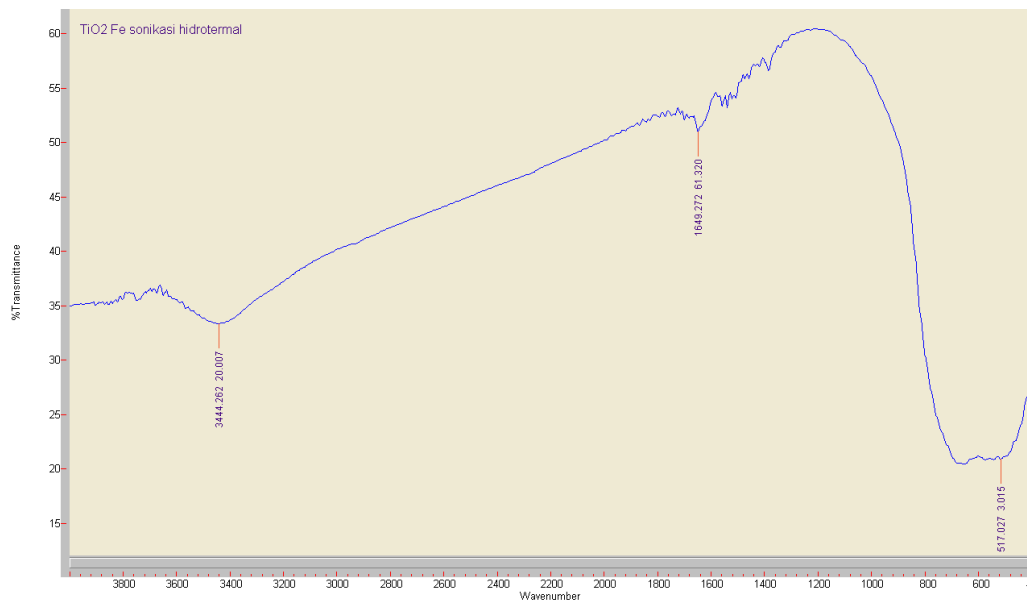
Gambar L.4.1 Gambar spektrum IR TiO₂ anatas SA

L.4.2 TiO₂-Fe Sonikasi



Gambar L.4.2 Gambar spektrum IR TiO₂-Fe sonikasi

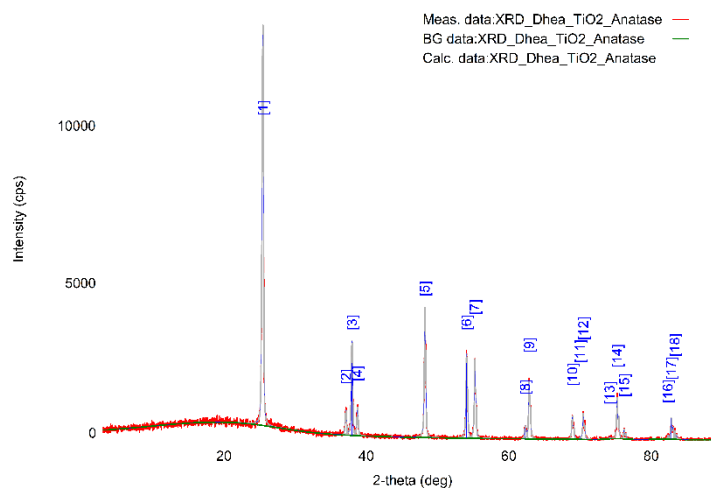
L.4.3 TiO₂-Fe Sonikasi-Hidrotermal



Gambar L.4.3 Gambar spektrum IR TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

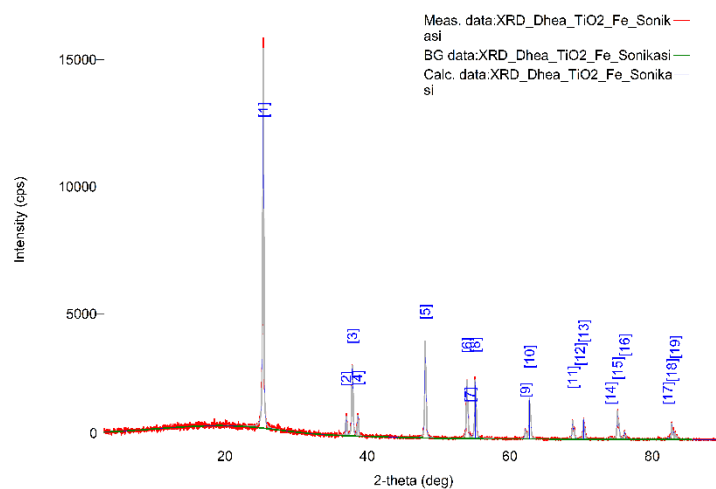
L.5.1 TiO₂ Anatas SA



Gambar L.5.1 Difraktogram TiO₂ anatas SA

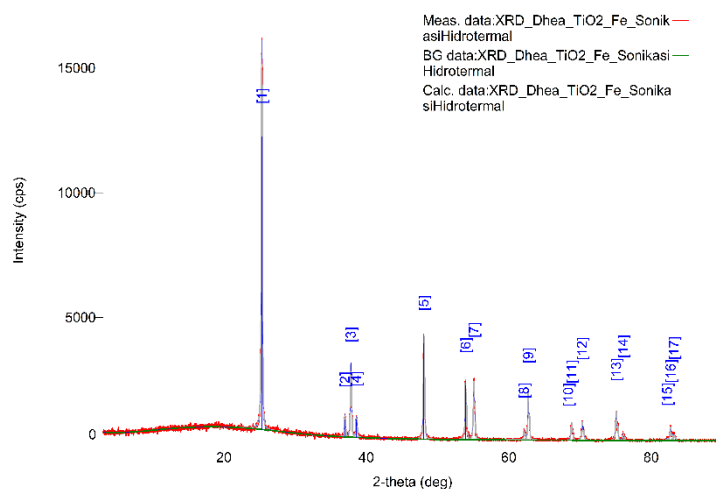
Tabel L.5.1 Data XRD TiO₂ anatas

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
25.462(4)	3.4955(5)	8806(271)	0.242(3)
37.125(16)	2.4197(10)	586(70)	0.194(17)
37.957(9)	2.3686(5)	2308(139)	0.181(9)
38.737(14)	2.3227(8)	701(76)	0.17(2)
48.203(5)	1.88633(18)	3452(170)	0.173(6)
54.032(4)	1.69580(11)	2400(141)	0.134(6)
55.208(6)	1.66243(16)	2325(139)	0.138(7)
62.291(11)	1.4893(2)	361(55)	0.19(2)
62.847(7)	1.47748(14)	1699(119)	0.160(7)
68.923(12)	1.3613(2)	650(74)	0.194(14)
69.98(2)	1.3434(4)	43(19)	0.09(6)
70.435(11)	1.33575(18)	780(81)	0.170(11)
74.146(16)	1.2778(2)	53(21)	0.11(5)
75.203(8)	1.26244(11)	1227(101)	0.161(10)
76.190(16)	1.2485(2)	305(50)	0.149(19)
82.294(11)	1.17068(12)	117(31)	0.12(3)
82.780(4)	1.16503(4)	660(74)	0.143(13)
83.285(6)	1.15925(6)	265(47)	0.103(17)

Tabel L.5.2 TiO₂-Fe SonikasiGambar L.5.2 Difraktogram TiO₂-Fe sonikasiTabel L.5.2 Data XRD TiO₂-Fe sonikasi

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
25.370(4)	3.5079(5)	10944(302)	0.155(3)
36.988(14)	2.4284(9)	663(74)	0.145(19)
37.853(7)	2.3749(4)	2344(140)	0.147(9)
38.616(14)	2.3297(8)	717(77)	0.147(16)
48.093(5)	1.89042(17)	3387(168)	0.149(5)
53.952(6)	1.69812(17)	2092(132)	0.145(7)
54.376(8)	1.6859(2)	151(35)	0.024(15)
55.122(6)	1.66480(17)	2113(133)	0.136(7)
62.165(10)	1.4920(2)	338(53)	0.18(2)
62.739(6)	1.47975(13)	1502(112)	0.155(7)
68.810(10)	1.36326(18)	706(77)	0.140(14)
69.84(3)	1.3457(5)	39(18)	0.12(8)
70.344(11)	1.33725(18)	749(79)	0.151(11)
74.13(4)	1.2780(7)	82(26)	0.18(4)
75.108(10)	1.26380(14)	1063(94)	0.160(10)
76.092(19)	1.2499(3)	300(50)	0.149(19)
82.192(17)	1.1719(2)	77(25)	0.17(4)
82.696(3)	1.16600(4)	627(72)	0.144(10)
83.179(7)	1.16046(8)	242(45)	0.164(18)

L.5.2 TiO₂-Fe Sonikasi-Hidrotermal



Gambar L.5.3 Difraktogram TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal

Tabel L.5.3 Data XRD TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal

2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)
25.305(4)	3.5167(5)	11756(313)	0.145(3)
36.977(14)	2.4291(9)	679(75)	0.155(15)
37.807(6)	2.3776(4)	2491(144)	0.141(8)
38.572(11)	2.3322(6)	728(78)	0.126(17)
48.044(4)	1.89222(15)	3846(179)	0.124(5)
53.899(6)	1.69966(18)	2166(134)	0.140(7)
55.074(6)	1.66615(16)	2117(133)	0.153(7)
62.119(9)	1.4930(2)	365(55)	0.149(17)
62.699(6)	1.48060(14)	1776(122)	0.129(6)
68.33(2)	1.3716(4)	48(20)	0.09(5)
68.776(11)	1.3639(2)	682(75)	0.152(10)
70.298(12)	1.3380(2)	692(76)	0.153(15)
75.058(10)	1.26452(14)	1079(95)	0.157(12)
76.04(2)	1.2506(3)	286(49)	0.16(2)
82.20(2)	1.1718(3)	79(26)	0.18(5)
82.696(12)	1.16600(14)	515(66)	0.179(13)
83.17(2)	1.1605(2)	194(40)	0.27(5)
25.305(4)	3.5167(5)	11756(313)	0.145(3)
36.977(14)	2.4291(9)	679(75)	0.155(15)

L.5.3 Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Debye-Scherrer

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Di mana D = ukuran partikel (nm), K = Konstanta (0,9), β = Integrasi luas puncak reflektansi (FWHM, rad), λ = Panjang gelombang radiasi (nm), θ = Sudut difraksi dengan intensitas tertinggi.

1. TiO₂ anatas

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) \quad : 1.54059 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) \quad : 0,242^\circ \rightarrow = \frac{0,242}{180} \times 3,17 = 0,004262$$

$$2\theta \quad : 25,462 \rightarrow \theta = \frac{25,462}{2} = 12,731$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,9754$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54059}{0,004262 \times 0,9754} = 333,5288 \text{ \AA} = 33,35 \text{ nm}$$

2. TiO₂-Fe sonikasi

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) \quad : 1.54059 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) \quad : 0,155^\circ \rightarrow = \frac{0,155}{180} \times 3,00 = 0,002583$$

$$2\theta \quad : 25,370 \rightarrow \theta = \frac{25,370}{2} = 12,685$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,9756$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54059}{0,002583 \times 0,9756} = 550,2162 \text{ \AA} = 55,02 \text{ nm}$$

3. TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) \quad : 1.54059 \text{ \AA}$$

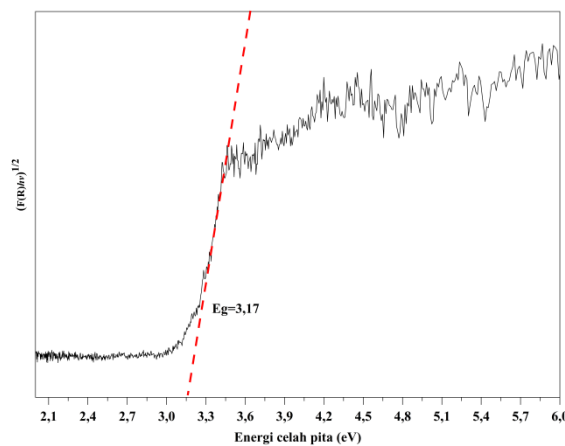
$$\beta (\text{FWHM}) \quad : 0,145^\circ \rightarrow = \frac{0,145}{180} \times 2,96 = 0,002384$$

$$2\theta \quad : 25,305 \rightarrow \theta = \frac{25,305}{2} = 12,6525$$

$$\text{Cos } \theta \quad : 0,9757$$

Ditanya : D?

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54059}{0,002384 \times 0,9757} = 596,083 \text{ \AA} = 59,60 \text{ nm}$$

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis/DRS**L.6.1 TiO₂ Anatas SA**Gambar L.6.1 Nilai energi celah pita TiO₂ anatas SA

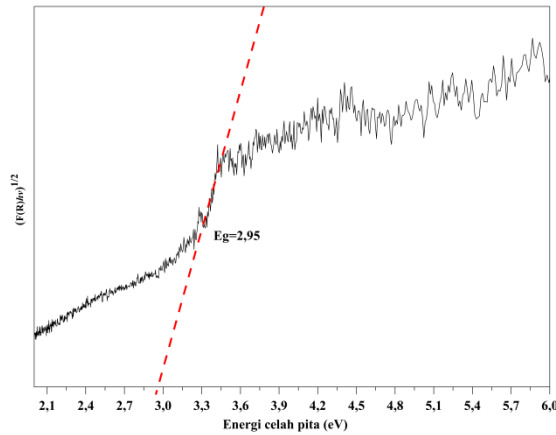
$$E_g = 3,17 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,136 \times 10^{-15} \text{ eV} \cdot \text{s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ J.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{3,17 \text{ eV}} = 391,42 \text{ nm}$$

L.6.2 TiO₂-Fe Sonikasi



Gambar L.6.2 Nilai energi celah pita TiO₂-Fe sonikasi

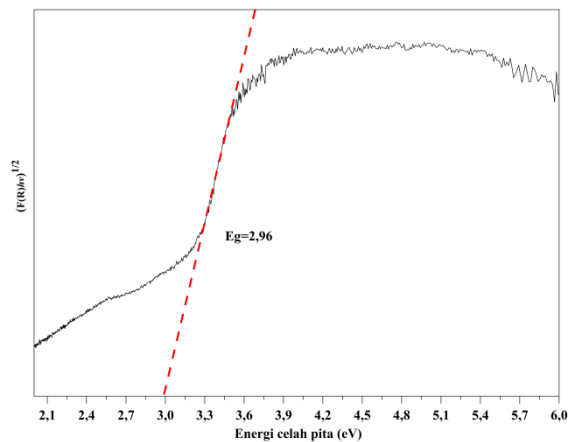
$$E_g = 2,95 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ J.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmps}}{2,95 \text{ eV}} = 420,6 \text{ nm}$$

L.6.3 TiO₂-Fe Sonikasi-Hidrotermal



Gambar L.6.3 Nilai energi celah pita TiO₂-Fe sonikasi-hidrotermal

$$E_g = 2,96 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}}{1,602 \times 10^{-19}} \times 1 \text{ eV} = 4,136 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai *band gap* pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,136 \times 10^{-15} \text{ J.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{2,96 \text{ eV}} = 419,19 \text{ nm}$$