

**PENENTUAN KOMPOSISI  $\text{TiO}_2\text{-N}$  DAN LAMA PENYINARAN  
OPTIMUM PADA FOTODEGRADASI *NAPHTHOL BLUE BLACK*  
DENGAN FOTOKATALIS  $\text{TiO}_2\text{-N}$**

**SKRIPSI**

**Oleh :  
NIDATUL SYARIFAH  
NIM. 18630068**



**PROGAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**PENENTUAN KOMPOSISI TiO<sub>2</sub>-N DAN LAMA PENYINARAN  
OPTIMUM PADA FOTODEGRADASI *NAPHTHOL BLUE BLACK*  
DENGAN FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub>-N**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NIDATUL SYARIFAH  
18630068**

**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  
2022**

**PENENTUAN KOMPOSISI TiO<sub>2</sub>-N DAN LAMA PENYINARAN  
OPTIMUM PADA FOTODEGRADASI *NAPHTHOL BLUE BLACK*  
DENGAN FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub>-N**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**NIDATUL SYARIFAH**  
NIM. 18630068

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal : 20 Desember 2022

**Pembimbing I**



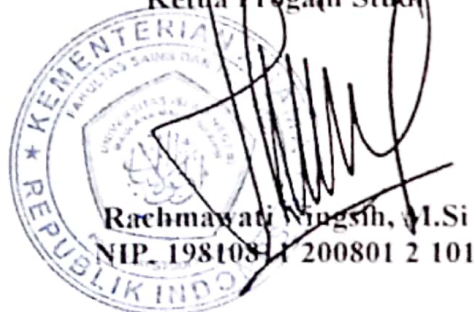
**Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc**  
NIDT. 19900906 20180201 2 239

**Pembimbing II**



**Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si**  
NIP. 19831226 201903 2 008

Mengetahui,  
Ketua Program Studi



**Rachmawati Ningsih, M.Si**  
NIP. 19810811 200801 2 101

**PENENTUAN KOMPOSISI TiO<sub>2</sub>-N DAN LAMA PENYINARAN PADA  
FOTODEGRADASI NAPHTHOL BLUE BLACK DENGAN  
FOTOKATALIS TiO<sub>2</sub>-N**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
NIDATUL SYARIFAH  
NIM. 18630068**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 20 Desember 2022**

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001</b>	
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Vina Nurul Istighfarini, M.Si LB. 63025</b>	
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239</b>	
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si NIP. 19831226 201903 2 008</b>	

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi**

  
**Rachmawati Yingsih, M.Si  
NIP. 19810811 200801 2 101**

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nidatul Syarifah

NIM : 18630068

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian: Penentuan Komposisi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dan Lama Penyinaran Optimum pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$

Menyatakan dengan sebenarnya 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 mempertanggung jawabkan sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 20 Desember 2022  
Yang membuat pernyataan



Nidatul Syarifah  
NIM. 18630068

## **MOTTO**

"Ilmu itu kehidupan hati daripada kebutaan, sinar penglihatan daripada kezaliman, dan tenaga badan daripada kelemahan."

- Imam Al Ghazali

“Tidak perlu berlari, Jalani saja dengan sepenuh hati dan jangan berhenti.

Teruslah berusaha, berdoa dan nikmati prosesnya, hingga Tuhan berkata: Inilah waktunya"

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah segala puji bagi Allah SWT yang telah memberikan nikmat, hidayah, dan kasih sayang sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. *I have faith in You God*, rencana dan takdir-Mu akan selalu lebih indah dari dugaanku dan akan datang tepat pada waktunya *and I still am waiting for Your other beautiful plan for me*.

Pertama, saya persembahkan untuk kedua orang tua saya, bapak dan ibu dirumah yang senantiasa selalu memberikan saya dukungan, semangat, nasehat, dan tak lupa doa tulus yang tak pernah putus yang selalu engkau panjatkan untuk kebaikan anak-anaknya. Merekalah yang selalu mengajarkan kepada penulis untuk selalu berusaha, *survive*, sabar, dan tawakal dalam segala hal.

Kedua, saya persembahkan untuk saudara-saudara saya Mbak Usna, Mas Faiz, Mbak Rina, Mbak Nila, Mas Niam, Mas Wildan, Mas Rifqi, Mas Haqi, Nala, dan Mizan. Terimakasih untuk kasih sayang, nasihat, saran, serta selalu mengingatkan penulis untuk tetap mandiri dan berjuang untuk menjalani kehidupan di perantauan.

Terimakasih untuk sahabat-sahabat saya Ipit, Rustika, Nonong, Della, Dita, Odelia, Bunga, Bella, Dan Mahmudah serta teman-teman lain yang selalu memberikan *positive vibes*, semangat, warna-warni kehidupan, canda tawa, tempat untuk aku pulang, dan selalu setia menemani penulis selama kuliah hingga dapat menyelesaikan skripsi ini. Thanks a lot gaes aku sayang kalian.

*Last but not least, I wanna thank me. I wanna thank me for believing in me, for doing all this hard work, for having no days off, for never quitting, for trying the best and always struggling, no matter what situation you are. Thanks for smiles, tears, and laugh that always paint my life, for the prayers, encouragement, support that has been given, as well as the ups and downs that have been passed.* Tidak akan tersesat ketika masih tau arah kiblat, dan memang prosesnya tidak mudah, tapi insyaallah akan terlewati dengan Allah memberikan kemudahan dan endingnya selalu dibuat untuk tak henti mengucapkan Alhamdulillah, *and yes I know, You worth it !!!*

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah Swt. yang telah melimpahkan berkah rahmat, taufik, serta hidayahnya kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul **“Penentuan Komposisi TiO<sub>2</sub>-N dan Lama Penyinaran Optimum pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N”** ini. Selawat serta salam dihaturkan untuk Nabi Muhammad saw. sebagai suri tauladan yang telah membimbing kami menuju jalan yang benar dan diridhoi oleh Allah Swt. Skripsi ini dapat disusun atas kontribusi, dukungan, motivasi, dan bimbingan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, M.A selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku ketua Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, saran, dan motivasi kepada penulis.
5. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen pembimbing agama yang selalu sabar untuk meluangkan waktu dalam memberikan bimbingan, pengarahan, saran, dan motivasi kepada penulis.
6. Ibu Diana Chandra dewi, M.Si dan Ibu Vina Nurul Istighfarini, M.Si selaku

- penguji yang telah memberikan saran, wawasan, dan masukan kepada penulis.
7. Ibu Anik Maunatin, M.P selaku dosen wali yang telah memberikan bimbingan, semangat, saran, nasihat, dan motivasi untuk penulis.
  8. Seluruh dosen Program Studi Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan pengetahuan sebagai dasar dan pedoman bagi penulis.
  9. Seluruh Laboran Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
  10. Ayah dan Ibu tersayang yang selalu memberikan doa, semangat, dan restu kepada penulis serta Kakak, Adik dan seluruh keluarga yang selalu memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis dalam menuntut ilmu.
  11. Seluruh teman seperjuangan tim anorganik (Della, Dita, Selvia, dan Icha) yang selalu memberi semangat, motivasi, dan doa selama penyusunan skripsi penelitian ini.
  12. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan skripsi penelitian ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa naskah skripsi ini jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu penulis menerima kritik dan saran serta memohon maaf kepada segala pihak apabila ada kesalahan dalam penulisan skripsi ini. Demikian skripsi ini penulis susun, semoga tulisan ini dapat bermanfaat dan menambah ilmu pengetahuan, Aamiin.

Malang, 11 November 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
PEHALAMAN PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN .....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiv
ABSTRAK .....	xv
ABSTRACT .....	xvi
مستخلص البحث .....	xvii
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	7
1.3 Tujuan .....	8
1.4 Batasan Penelitian .....	8
1.5 Manfaat Penelitian .....	9
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>10</b>
2.1 <i>Naphthol Blue Black</i> .....	10
2.2 Semikonduktor TiO <sub>2</sub> .....	11
2.3 <i>Doping</i> Nitrogen dalam TiO <sub>2</sub> .....	15
2.4 Sintesis TiO <sub>2</sub> -N dengan Metode Sonikasi .....	20
2.5 Proses Fotokatalis Semikonduktor TiO <sub>2</sub> .....	22
2.6 Pandangan Islam tentang Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N untuk Pengolahan <i>Naphthol Blue Black</i> .....	24
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>28</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	28
3.2 Alat dan Bahan .....	28
3.2.1 Alat .....	28
3.2.2. Bahan .....	28
3.3 Rancangan Penelitian .....	28
3.4 Tahapan Penelitian .....	29
3.5 Prosedur Penelitian .....	29
3.5.1 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N .....	29
3.5.1.1 Sintesis Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N .....	29
3.5.1.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N dengan XRD .....	30
3.5.1.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N dengan Spektrofotometer FTIR .....	30

3.5.1.4 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N dengan Spektrofotometer UV-Vis DRS .....	31
3.5.2 Pembuatan Kurva Standar dan Pembuatan Sampel <i>Naphthol Blue Black</i> .....	31
3.5.2.1 Pembuatan Larutan Induk <i>Naphthol Blue Black</i> 100 ppm.....	31
3.5.2.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Naphthol Blue Black</i> .....	31
3.5.2.3 Penentuan Kestabilan pH <i>Naphthol Blue Black</i> .....	32
3.5.2.4 Pembuatan Kurva Standar <i>Naphthol Blue Black</i> .....	32
3.5.2.5 Pembuatan larutan sampel <i>Naphthol Blue Black</i> 10 ppm.....	33
3.5.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N pada Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> .....	33
3.5.3.1 Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> Menggunakan Variasi Komposisi N pada Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N .....	33
3.5.3.2 Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> Menggunakan Variasi Lama Waktu Penyinaran .....	34
3.5.3.3 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N untuk Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> .....	34
3.6 Analisis Data .....	35
3.6.1 Analisis XRD .....	35
3.6.2 Analisis FTIR.....	35
3.6.3 Analisis UV-Vis DRS.....	36
3.6.4 Analisis Hasil Fotodegradasi .....	36
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>37</b>
4.1 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N.....	37
4.1.1 Sintesis Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N .....	37
4.1.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N .....	38
4.1.2.1 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N Menggunakan <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> .....	38
4.1.2.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N Menggunakan FTIR .....	40
4.1.2.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N Menggunakan UV-Vis DRS .....	42
4.2 Pembuatan Larutan dan Uji Kestabilan pH <i>Naphthol Blue Black</i> .....	46
4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum <i>Naphthol Blue Black</i> ..	46
4.2.2 Uji Kestabilan pH <i>Naphthol Blue Black</i> .....	47
4.2.3 Pengukuran Kurva standar <i>Naphthol Blue Black</i> .....	48
4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N pada Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> .....	49
4.3.1 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N pada Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> dengan Variasi Komposisi TiO <sub>2</sub> -N .....	49
4.3.2 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N pada Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> dengan Variasi Lama Penyinaran .....	53
4.3.3 Uji Efektivitas Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N pada Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> .....	55
4.4 Fotodegradasi <i>Naphthol blue black</i> dengan Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N dalam Perspektif Islam.....	57

<b>BAB V PENUTUP .....</b>	<b>61</b>
5.1 Kesimpulan .....	61
5.2 Saran .....	61
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>63</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>70</b>

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Hasil nilai energi <i>band gap</i> berdasarkan variasi N pada TiO <sub>2</sub> .....	18
Tabel 4.1 Ukuran kristal TiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> -N (95:5), (90:10) dan (85:15) .....	40
Tabel 4.2 Identifikasi spektra IR .....	42
Tabel 4.3 Hasil nilai energi celah pita .....	45

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur <i>naphthol blue black</i> .....	10
Gambar 2.2 Eksitasi elektron pada material semikonduktor.....	12
Gambar 2.3 Energi celah pita, posisi pita valensi, konduksi, dan potensial redoks dari berbagai semikonduktor. ....	13
Gambar 2.4 Struktur a) rutil; b) anatase; dan c) brookit.....	14
Gambar 2.5 Model ikatan substitusi nitrogen terhadap TiO <sub>2</sub> .....	17
Gambar 2. 6 Reaksi antara TiO <sub>2</sub> dengan CO(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> .....	17
Gambar 2. 7 Perbandingan Energi band gap pada TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> substitusi N	18
Gambar 2. 8 Hasil karakterisasi UV-Vis DRS .....	18
Gambar 2. 9 Hasil karakterisasi XRD.....	19
Gambar 2. 10 Hasil spektra FTIR TiO <sub>2</sub> -N dengan variasi rasio molar N:TiO <sub>2</sub> : (a) 1:1; (b) 1:2; (c) 3:2; dan (d) 2:1 .....	20
Gambar 2. 11 Proses kativasi akustik .....	21
Gambar 2. 12 Proses fotokatalisis TiO <sub>2</sub> .....	23
Gambar 4. 1 Material hasil fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N dengan variasi komposisi .....	38
Gambar 4. 2 (a) Hasil difaktrogram dari senyawa hasil sintesis (b) Pergeseran posisi 2θ (a) TiO <sub>2</sub> anatase, (b) TiO <sub>2</sub> -N (95:5), (c) TiO <sub>2</sub> -N (90:10).....	39
Gambar 4. 3 Hasil Spektra FTIR .....	42
Gambar 4. 4 Grafik hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang ...	43
Gambar 4. 5 Grafik hubungan nilai F(R) dengan panjang gelombang.....	44
Gambar 4. 6 Grafik hubungan antara hv (eV) dengan (F(R)×hv) <sup>1/2</sup> . ....	45
Gambar 4. 7 Panjang gelombang maksimum <i>Naphthol blue black</i> .....	46
Gambar 4. 8 Kestabilan pH <i>naphthol blue black</i> .....	47
Gambar 4. 9 Kurva standar <i>naphthol blue black</i> .....	48
Gambar 4. 10 Hasil fotodegradasi <i>naphthol blue black</i> .....	50
Gambar 4. 11 Reaksi fotodegradasi <i>naphthol blue black</i> .....	52
Gambar 4. 12 Hasil fotodegradasi <i>naphthol blue black</i> dengan variasi lama penyinaran .....	54
Gambar 4. 13 Hasil % Fotodegradasi uji efektivitas fotokatalis TiO <sub>2</sub> -N.....	55

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	70
Lampiran 2. Diagram Alir .....	71
Lampiran 3. Perhitungan .....	76
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi dengan XRD .....	81
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi dengan FTIR .....	87
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi UV-Vis DRS .....	89
Lampiran 7. Pembuatan Larutan dan Kurva standar <i>Naphthol Blue Black</i> .....	92
Lampiran 8. Perhitungan Persen Fotodegradasi <i>Naphthol Blue Black</i> .....	96
Lampiran 9 Hasil Dokumentasi .....	105

## ABSTRAK

Syarifah, N. 2022. **Penentuan Komposisi TiO<sub>2</sub>-N dan Lama Penyinaran Optimum pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang. Pembimbing : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Pembimbing II: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

---

**Kata kunci:** Fotodegradasi, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>-Nitrogen, *Naphthol blue black*, Sonikasi

*Naphthol blue black* merupakan salah satu jenis limbah zat warna azo pada industri tekstil. Limbah ini bersifat *non-biodegradable*, toksik, mutagenik, dan karsinogenik. Metode fotodegradasi mampu mengubah zat warna menjadi senyawa yang lebih sederhana dan aman bagi lingkungan menggunakan material fotokatalis semikonduktor dengan bantuan sinar UV. Material semikonduktor TiO<sub>2</sub> telah banyak dilaporkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik dan dapat ditingkatkan aktivitasnya dengan menambah dopan atom N.

Pada penelitian ini Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N disintesis dengan metode sonikasi dengan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N yaitu 95:5, 90:10, dan 85:15. Hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan Spektrofotometer XRD, FTIR, dan UV-Vis DRS. Uji aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dilakukan untuk fotodegradasi *naphthol blue black* dengan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N dan lama penyinaran sinar UV. Selanjutnya uji efektifitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dalam fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*.

Hasil difraktogram XRD menunjukkan fasa yang terbentuk pada TiO<sub>2</sub>-N adalah anatase. Spektra FTIR menunjukkan adanya dopan nitrogen memunculkan *peak* khas pada bilangan gelombang 658-704 cm<sup>-1</sup> dan 1390-1388 cm<sup>-1</sup>. Data UV-Vis DRS menunjukkan nilai energi celah pita yang dihasilkan pada TiO<sub>2</sub>-N 95:5 = 3,14 eV, 90:10 = 3,13 eV, 85:15 = 3.079 eV. Hasil uji aktivitas menunjukkan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N optimum untuk fotodegradasi *naphthol blue black* pada komposisi TiO<sub>2</sub>-N 90:10 yang disinari dengan sinar UV selama 120 menit dengan persen fotodegradasi sebesar 91,34%.

## ABSTRACT

Syarifah, N. 2022. **Determination of TiO<sub>2</sub>-N Composition and Irradiation Time Optimum on Photodegradation of Naphthol Blue Black with TiO<sub>2</sub>-N Photocatalyst**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Supervisor II: Lilik Miftahul Khoiro, M.Si

---

---

**Keywords:** Photodegradation, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>-N, Naphthol blue black, Sonication

Naphthol blue black is one type of azo dye waste in the textile industry. This waste is non-biodegradable, toxic, mutagenic, and carcinogenic. The photodegradation method is able to convert dyes into simpler and safer compounds for the environment using semiconductor photocatalyst materials with the help of UV light. The TiO<sub>2</sub> semiconductor material has been reported to have good photocatalytic activity and its activity can be increased by adding N atom dopants.

TiO<sub>2</sub>-N photocatalyst was synthesized by sonication method. In this study, variations in the composition of TiO<sub>2</sub>-N used were 100:0, 95:5, 90:10, and 85:15. The results of the synthesis will be characterized by XRD Spectrophotometer, FTIR, and UV-Vis DRS. After that, the activity of TiO<sub>2</sub>-N photocatalyst was tested to degrade naphthol blue black using UV-Vis Spectrophotometry method with variations in TiO<sub>2</sub>-N composition and UV irradiation time at 30, 60, 90, 120, and 150 minutes. Next, test the effectiveness of TiO<sub>2</sub>-N photocatalyst in photodegradation of naphthol blue black dye.

The results of the XRD diffractogram showed that the phase formed in TiO<sub>2</sub>-N was anatase. The FTIR spectra showed that the presence of nitrogen dopant gave rise to typical peaks at wave numbers 658-704 cm<sup>-1</sup> and 1390-1388 cm<sup>-1</sup>. The UV-Vis DRS data showed that the band gap energy values produced at TiO<sub>2</sub>-N 95:5 = 3.14 eV, 90:10 = 3.13 eV, 85:15 = 3.079 eV. The activity test results showed that the optimum TiO<sub>2</sub>-N photocatalyst composition for photodegradation of naphthol blue black was 90:10. The optimum irradiation time at 120 minutes and the effectiveness of TiO<sub>2</sub>-N with a composition of 90:10 which was irradiated with UV light for 120 minutes resulted in a higher with a percent photodegradation of 91.34%.

## مستخلص البحث

شريفة، ن. ٢٠٢٢. تعيين تركيب نتروجي- $TiO_2$  وطول التنور المناسب في التحلل الضوئي للنفثول الأزرق الأسود مع المحفز الضوئي نتروجي- $TiO_2$ . قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: لؤلؤة الحميدة العليا، الماجستير. المشرفة ٢: ليليك مفتاح الخيرة، الماجستير.

---

---

الكلمة الأساسية: التحلل الضوئي،  $TiO_2$ ، نتروجي- $TiO_2$ ، النفثول الأزرق الأسود، الصوتنة.

النفثول الأزرق الأسود هو نوع من نفايات صبغة الديازو في المادة اللوني النسيج. هذه النفايات غير قابلة للتحلل البيولوجي، وسامة، ومسببة للطفرات ومسببة للسرطان. طريقة التحلل الضوئي قادرة على تحويل نفايات الأصباغ إلى مركبات أبسط وأكثر أماناً للبيئة باستخدام مادة محفز ضوئي أشباه الموصلات بمساعدة ضوء الأشعة فوق البنفسجية. مواد أشباه الموصلات، تم الإبلاغ عن  $TiO_2$  على نطاق واسع أن له نشاط تحفيز ضوئي جيد ويمكن زيادته عن طريق إضافة ذرات N. في هذا البحث، تم تصنيع المحفز الضوئي نتروجي- $TiO_2$  بطريقة الصوتنة مع تركيبات مختلفة من نتروجي- $TiO_2$ ، وهي ٩٥:٥، ٩٠:١٠، و ٨٥:١٥. سوف تتميز نتائج التوليف بمقاييس الطيف الضوئي XRD و FTIR و UV-Vis DRS. تم إجراء تجربة نشاط المحفز الضوئي نتروجي- $TiO_2$  من أجل التحلل الضوئي للنفثول الأزرق الأسود مع اختلافات في تكوين نتروجي- $TiO_2$  ووقت تشعيع الأشعة فوق البنفسجية. ثم اختبر فعالية المحفز الضوئي نتروجي- $TiO_2$  في التحلل الضوئي لصبغة النفثول الأزرق الأسود.

أظهرت نتائج مخطط XRD أن الطور المتكون على نتروجي- $TiO_2$  كان أناتيس. تُظهر أطياف FTIR وجود النيتروجين المشوب مما يؤدي إلى قمم نموذجية عند أرقام الموجات ٦٥٨-٧٠٤ سم<sup>-١</sup> و ١٣٩٠-١٣٨٨ سم<sup>-١</sup>، تُظهر بيانات UV-Vis DRS قيمة طاقة فجوة النطاق المتولدة عند  $TiO_2$ -N ٩٥:٥ = 3.14 eV، ٩٠:١٠ = 3.13 eV، ٨٥:١٥ = 3.079 eV. تظهر نتائج اختبار النشاط التركيب المحفز الضوئي الأمثل نتروجي- $TiO_2$  للتحلل الضوئي للنفثول الأزرق الأسود هو ٩٠:١٠. أدى وقت التشعيع الأمثل عند ١٢٠ دقيقة وفعالية نتروجي- $TiO_2$  بتريكية ٩٠:١٠ والتي تم تشعيها بضوء UV لمدة ١٢٠ دقيقة إلى تحلل ضوئي أعلى بنسبة ٩١,٣٤٪.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Perkembangan ilmu dan teknologi yang pesat mendorong pertumbuhan industri di Indonesia semakin maju. Industri tekstil merupakan salah satu industri yang berkembang cukup pesat karena produk yang dihasilkan selalu mengikuti perkembangan gaya modern. Semakin berkembangnya industri tekstil akan menyebabkan semakin tinggi produk-produk yang dihasilkan sehingga banyak menghasilkan produk samping berupa limbah cair. Limbah cair yang dihasilkan disebabkan karena adanya proses pewarnaan menggunakan pewarna tekstil. Limbah cair zat warna ini umumnya berwarna keruh dan pekat. Limbah pewarna tekstil memiliki kandungan zat warna yang tinggi, bahan-bahan sintetik yang sukar larut atau sukar diuraikan (*non biodegradable*) serta bersifat resisten, dan toksik. Biasanya warna air limbah tergantung pada zat warna yang digunakan (Wildan dkk., 2017). Limbah cair dari industri tekstil yang berwarna-warni ini dapat menyebabkan masalah terhadap lingkungan (Suprihatin, 2014). Jika limbah tersebut dibuang langsung di perairan sungai tanpa diolah dengan baik maka dapat menghalangi sinar matahari untuk masuk ke dalam perairan tersebut dan akan menghambat proses fotosintesis pada tanaman air yang dapat menyebabkan kematian makhluk hidup di ekosistem sungai.

Di antara berbagai jenis pewarna yang digunakan dalam industri tekstil, 60-70% adalah senyawa azo. Zat warna ini memiliki unit kromofor N=N dalam struktur molekulnya (Kirupavasam and Raj, 2012). *Naphthol blue black* adalah salah satu contoh zat warna azo yang banyak digunakan oleh industri tekstil.

*naphthol blue black* dapat digunakan sebagai pewarna tekstil, cat, tinta, plastik dan kulit. *Naphthol blue black* merupakan pewarna yang memiliki kestabilan tinggi serta mudah digunakan untuk mencelupkan kain saat proses pewarnaan (Ferkous *et al.*, 2015). Pewarna ini disukai oleh banyak industri tekstil karena cara pemakaiannya mudah dan memiliki ketahanan yang baik. Bahan pewarna ini bersifat toksik, karsinogenik dan mutagenik yang dapat mengakibatkan terganggunya ekosistem perairan jika dibuang bebas ke perairan karena senyawa ini membutuhkan waktu yang lama untuk terdegradasi.

Pembuangan limbah zat warna oleh industri tekstil di lingkungan perairan tanpa adanya pengolahan yang baik dapat menyebabkan permasalahan lingkungan. Menurut pandangan Islam permasalahan yang terjadi pada lingkungan hidup baik di darat maupun di laut umumnya disebabkan oleh perbuatan manusia itu sendiri. Allah Swt. berfirman dalam Q.S 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)."

Menurut tafsir Ibnu Katsir kata (*dzaharal fasaad*) memiliki arti bahwa kerusakan itu tampak ada dan telah terjadi. Kerusakan ini disebabkan oleh tangan manusia itu sendiri dan kata (*laa'llahum yarjiu'un*) memiliki arti agar manusia sadar dan mampu untuk kembali melestarikan alam berdasarkan tuntunan agama. Salah satu bentuk kerusakan yang terjadi adalah pencemaran lingkungan

akibat limbah pewarna tekstil yang tidak diolah dengan baik. Permasalahan pencemaran tersebut dapat diatasi dengan mengubah pola pikir manusia dan perilakunya. Oleh karena itu sebagai manusia yang memiliki ilmu dan akal hendaknya selalu berfikir dan berusaha untuk mencari bentuk pengolahan dari limbah tersebut agar tidak mencemari lingkungan yang dapat berdampak buruk bagi makhluk hidup.

Berbagai metode telah banyak dilakukan oleh peneliti untuk meminimalkan cemaran dari limbah industri tekstil terhadap lingkungan. Salah satu bentuk penanggulangannya adalah dengan metode kimia menggunakan koagulan, metode fisika menggunakan sedimentasi maupun adsorpsi, dan metode biologi juga telah dilakukan. Metode fotodegradasi merupakan metode baru yang mudah diterapkan dengan harga yang relatif murah dan relatif sederhana menggunakan bantuan sinar. Metode tersebut efisien dalam mendegradasi senyawa organik dalam fasa cair menjadi senyawa yang lebih sederhana. Proses degradasi yang sempurna akan menghasilkan  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  dan garam mineral sebagai produk akhir dari proses degradasinya di mana senyawa tersebut aman untuk lingkungan sehingga dapat mengurangi faktor regenerasi (Qodri, 2011). Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor (Nurillahi dkk., 2018).

Bahan semikonduktor yang umumnya digunakan sebagai fotokatalis adalah  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{WO}_3$ ,  $\text{ZnO}$ , dan  $\text{SnO}_3$ . Proses fotokatalitik yang melibatkan partikel semikonduktor  $\text{TiO}_2$  di bawah penerangan sinar UV telah terbukti berpotensi menguntungkan dan berguna dalam pengolahan polutan air limbah (Qamar *et al.*, 2005). Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) memiliki stabilitas termal cukup tinggi, harga

yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, aktivitas fotokatalitik yang baik (Choi *et al.*, 2010).  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brookite. Struktur anatase memiliki aktifitas fotokatalis yang lebih tinggi dibandingkan dengan struktur yang lainnya.  $\text{TiO}_2$  memiliki energi *band gap* sebesar 3,2 eV dan merupakan semikonduktor yang baik sebagai fotokatalis UV. Safni dkk. (2007) telah melaporkan bahwa fotolisis dengan penambahan 0,1 g  $\text{TiO}_2$  anatase mampu mendegradasi methanil yellow 6 mg/L sebesar 80,99% sedangkan secara sonolisis hanya diperoleh persentase degradasi sebesar 26,86% selama 90 menit.

Aktivitas fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$  dapat ditingkatkan dengan penambahan suatu dopan. Dopan yang dapat digunakan  $\text{TiO}_2$  untuk menurunkan *band gap*  $\text{TiO}_2$ , yaitu seperti Cr, Fe, Co, Mo, N dan C. Dopan N merupakan dopan yang efektif untuk menggantikan posisi atom O pada kisi kristal  $\text{TiO}_2$  karena ukuran atom nitrogen yang hampir mirip dengan atom O dan memiliki energi ionisasi yang kecil. Adanya dopan N ini dapat menurunkan energi *band gap* pada  $\text{TiO}_2$  (Viswanathan and Krishanmurthy, 2012). Karim dkk. (2016) telah melaporkan bahwa saat mensintesis  $\text{TiO}_2$ -N dengan variasi penambahan komposisi N mengakibatkan penurunan energi celah pita, pada variasi 20 g sebesar 3,12 eV, 30 g sebesar 3,09 eV, 40 g sebesar 3,082 eV, dan 50 g sebesar 3,08 eV.

Para peneliti menyebutkan bahwa nitrogen yang digunakan untuk doping dapat bersumber dari  $\text{NH}_4\text{COOCH}_3$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$ , dan  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  (Apriani dan Gunlazuardi, 2021). Salah satu senyawa dengan kandungan nitrogen yang tinggi yaitu  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  atau dikenal sebagai urea. Urea ini mudah didapat serta relatif murah, mudah ditemukan dan mengandung atom N sekitar 46%

sehingga cukup potensial digunakan sebagai sumber nitrogen untuk pembuatan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (Zsolt, 2011). Pendopongan atom N pada  $\text{TiO}_2$  diharapkan bahwa elektron-elektron pada urea lebih leluasa bergerak dari satu atom ke atom yang lain sehingga berhasil mempersempit energi *band gap* lebih signifikan dan dapat mendegradasi pewarna *naphthol blue black* dengan lebih optimal (Karim dkk., 2016).

Berdasarkan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Fraditasari dkk. (2015) di mana dopan N pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  mampu menurunkan energi *band gap* sebesar 0.1 eV Dari  $\text{TiO}_2$  Murni.  $\text{TiO}_2\text{-N}$  mampu mendegradasi *methyl orange* dengan persentase 93,93% di bawah sinar tampak. Pada penelitian Permatasari dkk. (2015) menyebutkan bahwa dopan N pada  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan ukuran partikel dan mampu menurunkan energi *band gap* sebesar 0,02 eV. Indriyani dkk. (2017) Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  lebih efektif untuk mendegradasi senyawa *Direct Blue 71* dari pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan N dengan hasil presentase degradasi sebesar 33,54% di bawah sinar matahari dan 58,13% dibawah sinar UV. Pada penelitian ini Fotokatalis dengan semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dengan dopan N diharapkan dapat mendegradasi pewarna *naphthol blue black* lebih optimal di bawah sinar UV.

Sebelumnya  $\text{TiO}_2\text{-N}$  telah disintesis oleh para peneliti dengan beberapa metode yaitu sonikasi (Riyani dkk., 2012), sol gel (Karim dkk., 2016), hidrotermal (Lukman dan Kusumawardani, 2020) dan anodisasi (Apriani dan Gunlazuardi, 2021). Penelitian ini menggunakan metode sonikasi untuk selanjutnya diuji fotokataliknya dengan degradasi pada pewarna sintesis *naphthol blue black*. Menurut Awati *et al.* (2003), sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan metode sonikasi

dapat menciptakan stabilitas termal yang baik, distribusi atau dispersi nanopartikel yang lebih seragam, memiliki luas permukaan serta kemurnian fasa yang tinggi

Sintesis variasi komposisi dopan Nitrogen digunakan pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh dopan N terhadap perubahan struktur, ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  dan aktivitas degradasi terhadap *naphthol blue black*. Gurkan *et al.* (2012). telah melakukan sintesis  $\text{TiO}_2$ -N dengan menggunakan metode impregnasi  $\text{TiO}_2$  P25 degusa dengan urea sebagai sumber nitrogen untuk degradasi sefazolin. Material  $\text{TiO}_2$ -N hasil sintesis memiliki energi celah pita sebesar 2,90; 2,88 dan 2,79 eV untuk kadar nitrogen 0,10; 0,25 dan 0,50 b/b. Keberadaan dopan nitrogen tidak hanya menurunkan energi celah pita, tetapi juga meningkatkan efisiensi reaksi fotodegradasi sefazolin jika dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan. Selain itu uji pengaruh sinar dapat mempengaruhi efektifitas degradasi suatu senyawa. Sinar UV akan membantu proses fotodegradasi karena adanya energi atau foton yang diserap sehingga akan semakin banyak  $\bullet\text{OH}^-$  dan  $\bullet\text{O}_2^-$  yang dihasilkan untuk mendegradasi zat warna. Sedangkan dalam kondisi gelap tidak adanya energi atau foton yang diserap sehingga tidak dapat memicu efek fotokatalis.

Waktu penyinaran menggunakan sinar UV dapat mempengaruhi konsentrasi dari zat warna. Pada awalnya, semakin lama waktu radiasi sinar UV maka semakin banyak foton yang mengenai  $\text{TiO}_2$ , sehingga meningkatkan jumlah terbentuknya radikal hidroksil dan ion superoksida. Kedua spesies ini yang nantinya menyerang *naphthol blue black* sehingga semakin banyak *naphthol blue black* yang terdegradasi (Suprihatin dkk., 2021). Semakin lama waktu penyinaran akan semakin tinggi degradasi suatu zat warna hingga mencapai kondisi

optimumnya (Lestari dkk., 2015). Penelitian Lubis dkk. (2018) melaporkan bahwa waktu optimum yang dibutuhkan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Bentonit untuk mendegradasi *naphthol blue black* adalah 120 menit di bawah sinar UV dan mampu mendegradasi hingga 99,83%.

Pada penelitian ini TiO<sub>2</sub>-N disintesis menggunakan metode sonikasi dengan variasi komposisi N dan TiO<sub>2</sub>-N dikarakterisasi dengan berbagai instrumen seperti *X-Ray Diffraction* XRD, FTIR, dan UV-Vis DRS. TiO<sub>2</sub>-N dikarakterisasi menggunakan teknik sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur, ukuran, dan fasa senyawa yang dihasilkan. Spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari TiO<sub>2</sub>-N. Karakterisasi UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS) untuk mengetahui nilai energi celah pita material hasil sintesis. Setelah itu dilakukan uji aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N untuk mendegradasi *naphthol blue black* dengan variasi lama penyinaran dan komposisi doping N pada TiO<sub>2</sub>. Selanjutnya dilakukan uji efektifitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dalam mendegradasi pewarna *naphthol blue black*.

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimanakah hasil karakterisasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N?
2. Berapakah komposisi optimum fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N yang dapat digunakan saat proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*?
3. Berapakah lama penyinaran optimum terhadap aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N saat proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*?

4. Bagaimanakah efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*?

### 1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi komposisi  $\text{TiO}_2\text{-N}$ .
2. Untuk mengetahui komposisi optimum fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang dapat digunakan saat proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*.
3. Untuk mengetahui lama penyinaran optimum terhadap aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  saat proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*.
4. Untuk mengetahui efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam proses fotodegradasi pewarna *naphthol blue black*.

### 1.4 Batasan Penelitian

1. Fotokatalis yang digunakan adalah  $\text{TiO}_2\text{-N}$ .
2. Dopan N yang digunakan berasal dari urea.
3. Variasi komposisi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang digunakan adalah 95:5, 90:10 dan 85:15.
4. Karakterisasi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan instrumen XRD, FTIR, dan UV-Vis DRS.
5. Variasi lama penyinaran yang digunakan adalah 30, 60, 90, 120, dan 150 menit.
6. Variasi uji efektivitas yang dilakukan adalah fotodegradasi NBB +  $\text{TiO}_2$  dengan kondisi gelap, NBB +  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (optimum) dengan kondisi gelap, NBB +  $\text{TiO}_2$  dengan sinar UV, dan NBB +  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (optimum) dengan sinar UV

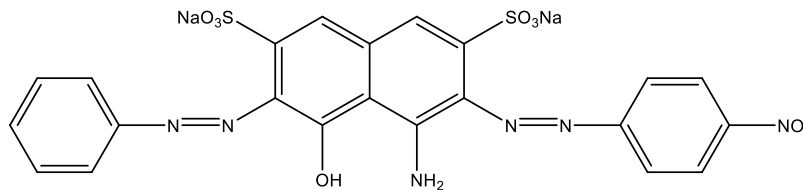
### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat mengatasi permasalahan lingkungan terutama lingkungan air yang tercemari oleh pewarna *naphthol blue black*, memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat tentang fotodegradasi *naphthol blue black* dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ , karakteristik struktur, ukuran partikel, dan aktivitas material fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang disintesis menggunakan metode sonikasi selain itu juga dapat membantu pengembangan ilmu dan teknologi material mengenai karakteristik dan desain material fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  pada reaksi fotodegradasi *naphthol blue black*.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 *Naphthol Blue Black*

*Naphthol blue black* merupakan pewarna yang umumnya digunakan dalam industri tekstil. *Naphthol blue black* merupakan salah satu zat warna golongan azo (N=N) dengan rumus molekul  $C_{22}H_{14}N_6Na_2O_9S_2$ , memiliki berat molekul sebesar  $616,49 \text{ g mol}^{-1}$  (Ferkous *et al.*, 2015) dan memiliki panjang gelombang maksimum pada 618-620 nm (Debnath *et al.*, 2014). Senyawa ini berbentuk serbuk berwarna biru kehitaman, bersifat stabil pada temperatur normal. Struktur molekulnya tertera pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur *naphthol blue black* (Lubis *et al.*, 2018)

*Naphthol blue black* memiliki stabilitas fisikokimia, termal, dan optik yang tinggi karena struktur cincin aromatiknya yang stabil (Luo, 2001). Pewarna tekstil ini tergolong senyawa yang tidak mudah terdegradasi (*non-biodegradable*) dan diklasifikasikan sebagai zat kimia berbahaya karena bersifat toksik, karsinogenik, dan mutagenik. *Naphthol blue black* dengan kelarutan 1-5 g dalam 100 g air maka penyebarannya akan cepat terjadi jika sudah sampai di lingkungan (Safni, 2007). Apabila terlalu lama berada di lingkungan akan menjadi sumber pencemar dan menjadi ancaman kesehatan bagi makhluk hidup karena membutuhkan waktu yang cukup lama untuk terdegradasi (Ferkous *et al.*, 2015).

Berdasarkan uraian di atas maka pengolahan limbah zat warna ini sangat penting untuk dilakukan sebelum dibuang ke lingkungan. Berbagai metode pengolahan limbah zat warna tekstil saat ini telah banyak dikembangkan salah satunya adalah menggunakan metode fotodegradasi dengan bantuan fotokatalis. Kirupavasam dan Raj (2012) melaporkan bahwa fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  mampu mendegradasi 97% *naphthol blue black* di bawah sinar tampak setelah iradiasi 60 menit pada pH 2. Selanjutnya Zilfa dkk. (2021) berhasil mendegradasi *naphthol blue black* menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2/\text{zeolit}$  sebesar 72,70% dengan bantuan sinar UV selama 120 menit dan 14,97% tanpa adanya penyinaran sinar UV.

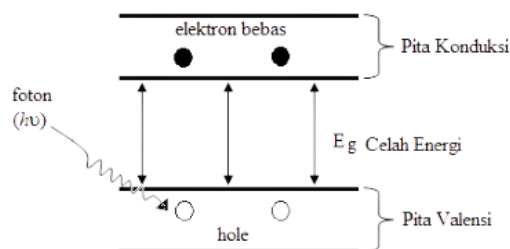
pH awal larutan zat warna merupakan salah satu parameter terpenting dalam aktivitas fotokatalitik. Luo *et al.* (2011) mengatakan bahwa laju degradasi tertinggi *naphthol blue black* ditemukan pada kondisi asam dimana semakin rendah pH maka degradesinya akan semakin meningkat. Surya dkk. (2018) berhasil mendegradasi senyawa *naphthol blue black* dengan  $\text{TiO}_2/\text{Bentonit}$ , persentase degradasi tertinggi terdapat pada pH 3 yaitu 62,30% sedangkan pada pH 11 menghasilkan persentase 12,49% selama 120 menit. Degradasi *naphthol blue black* sebagai pewarna anionik lebih disukai pada pH yang lebih rendah karena terdapat muatan positif  $\text{TiO}_2$  dalam larutan asam (Surya dkk., 2018).

## **2.2 Semikonduktor $\text{TiO}_2$**

Semikonduktor adalah material yang memiliki tingkat konduktivitas listrik di antara isolator dan konduktor. Struktur semikonduktor memiliki struktur elektronik yang dikarakterisasi oleh adanya dua macam pita tingkatan energi elektronik. Pita pertama berkarakter ikatan (*bonding*) yang terisi elektron dan

disebut sebagai pita valensi (*valence band*, vb), sedangkan pita yang kedua berkarakter antiikatan (*anti-bonding*) yang tidak terisi elektron dan disebut sebagai pita konduksi (*conduction band*, cb). Jarak antar kedua pita sering disebut sebagai energi celah pita (*band gap energy*,  $E_g$ ) (Kaneko dan Okura, 2002).

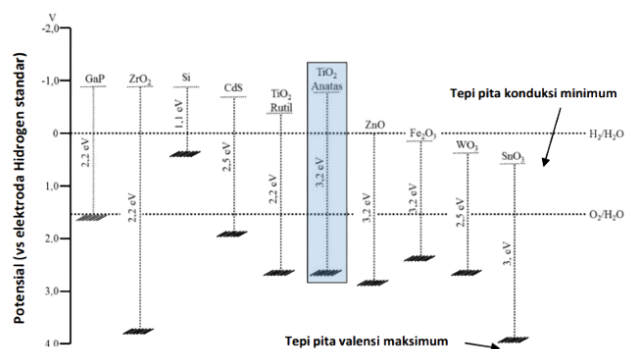
Energi celah pita merupakan energi yang dibutuhkan elektron untuk tereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi, di mana semakin lebar energi celah pita maka akan semakin besar energi yang diperlukan. Jika suatu semikonduktor menyerap suatu energi seperti foton yang sesuai atau lebih besar dari energi *band gap* maka elektron-elektron ( $e^-$ ) pada pita valensi (vb) akan tereksitasi menuju ke pita konduksi (cb) dan *hole* ( $h^+$ ) akan terbentuk pada pita valensi yang ditinggalkan elektron di mana keduanya memiliki peran dalam penghantar arus listrik (Gunlazuardi dan Andayani, 2002). Perpindahan elektron ini dapat terjadi karena pengaruh suhu dan penyinaran (Gambar 2.2). Parameter utama yang membedakan semikonduktor dengan material lainnya adalah energi *band gap*. Semikonduktor memiliki energi *band gap* ( $E_g$ ) antara 0-4 eV sedangkan isolator memiliki energi *band gap* di atas 4 eV dan konduktor memiliki energi *band gap* di bawah 0.5 eV (Huda *et al.*, 2018).



Gambar 2.2 Eksitasi elektron pada material semikonduktor (Kaneko dan Okura, 2002)

Secara termodinamika, tingkat energi pada sisi pita konduksi merupakan ukuran kekuatan reduksi dari elektron, sedangkan energi pada sisi pita valensi

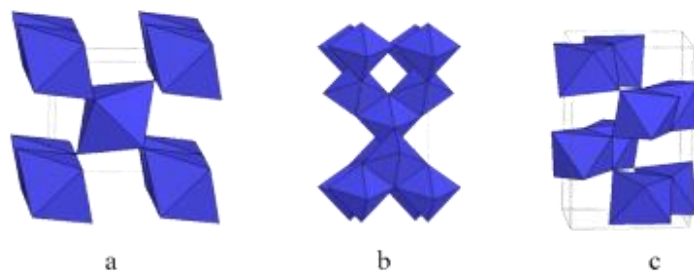
menunjukkan kekuatan *hole* untuk melakukan oksidasi. Semakin positif nilai potensial pada pita konduksi maka semakin besar daya reduksi. Semakin negatif nilai potensial pita valensi maka semakin besar daya oksidasi yang dimiliki oleh lubang (*hole*) (Arutanti dkk., 2009). Beberapa material yang umum digunakan sebagai semikonduktor adalah  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{WO}_3$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZrO}_2$  dan  $\text{ZnS}$ . Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi, konduktifitas, dan potensial redoks yang berbeda. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Energi celah pita, posisi pita valensi, konduksi, dan potensial redoks dari berbagai semikonduktor (Palupi, 2006).

Material semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis saat diberi energi foton yang sesuai atau melebihi energi celah pitanya. Di antara sekian banyak jenis semikonduktor,  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor oksida yang banyak digunakan dalam aplikasi fotokatalis. Serbuk  $\text{TiO}_2$  memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik, kestabilan termal, dan kimia yang tinggi, inert dan tidak beracun (Srinivasan dan Somasundaram, 2003). Menurut Joshi dan Shrivastava (2010)  $\text{TiO}_2$  anatase merupakan katalis yang paling unggul karena memiliki energi *band gap* yang relatif lebih besar yaitu 3,2 eV dengan panjang gelombang 380 nm yang lebih dekat dengan sinar UV. Sedangkan rutil memiliki energi celah pita lebih kecil yaitu sebesar 3,0 eV dengan panjang gelombang 415 nm yang lebih dekat dengan sinar tampak (Gupta dkk., 2013).

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan padatan ionik yang tersusun oleh  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{O}^{2-}$ .  $\text{TiO}_2$  ini memiliki 3 bentuk struktur kristal yaitu rutil, anatas, dan brookit (Gambar 2.4). Anatas dan rutil memiliki struktur kristal tetragonal, sedangkan brookit memiliki struktur kristal ortorombik.  $\text{TiO}_2$  berbentuk tetragonal dan dapat digambarkan sebagai rantai oktahedron  $\text{TiO}_6$  di mana setiap atom  $\text{Ti}^{4+}$  dikelilingi oleh enam atom  $\text{O}^{2-}$ . Setiap oktahedron pada struktur rutil dikelilingi oleh sepuluh oktahedron tetangga, sedangkan pada struktur anatas setiap oktahedron hanya dikelilingi delapan oktahedron tetangga (Hastuti, 2011). Bentuk kristal anatas pada pemanasan  $\text{TiO}_2$  bubuk dapat diamati mulai dari suhu  $120^\circ\text{C}$  dan mencapai sempurna pada suhu  $500^\circ\text{C}$ . Kristal rutil stabil pada suhu lebih tinggi dan mulai terbentuk pada suhu  $700^\circ\text{C}$  dan terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalis (Apriani dan Gunlazuardi, 2021). Sedangkan kristal brookit paling sulit dipreparasi dan diamati karena tidak stabil dan biasanya terdapat dalam mineral.



Gambar 2.4 Struktur a) rutil; b) anatas; dan c) brookit (Gnanasekar *et al.*, 2002)

Bentuk kristal akan mempengaruhi aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  anatas memiliki aktivitas katalitik yang lebih tinggi dibandingkan dengan rutil dan brookit (Wang dkk., 2018).  $\text{TiO}_2$  anatas merupakan kristal yang paling reaktif terhadap cahaya.  $\text{TiO}_2$  anatas ini memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan luas permukaan yang lebih besar sehingga

sifat katalitiknya akan lebih baik (Wardiyati *et al.*, 2014). Safni dkk. (2007) melaporkan bahwa semikonduktor TiO<sub>2</sub> anatas memiliki aktivitas sebagai fotokatalis dan mampu mendegradasi zat warna *naphthol blue black* sebesar 91,51% selama 60 menit di bawah sinar UV. Krishnan dan Mansor (2020) juga membuktikan bahwa penambahan massa fotokatalis TiO<sub>2</sub> dari 1 g menjadi 3 g dapat meningkatkan laju fotodegradasi *methyl blue* dari 0.0276 min<sup>-1</sup> menjadi 0.0547 min<sup>-1</sup> setelah iradiasi UV selama 180 menit. Efisiensi degradasi meningkat ketika meningkatkan dosis fotokatalis TiO<sub>2</sub>. Hal ini disebabkan karena semakin banyak TiO<sub>2</sub> yang bereaksi dengan foton maka dapat meningkatkan produksi radikal hidroksil yang dapat mendegradasi *methyl blue*.

### **2.3 Doping Nitrogen dalam TiO<sub>2</sub>**

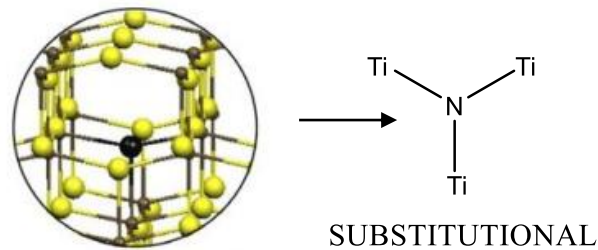
*Doping* merupakan proses memasukan atom lain pada material dengan tujuan untuk memodifikasi karakteristik elektroniknya (Kesumaningrum *et al.*, 2011). Dopan dalam fotokatalis TiO<sub>2</sub> dapat menyebabkan pergeseran penyerapan yang signifikan ke daerah sinar tampak hal ini sangat membantu TiO<sub>2</sub> yang hanya aktif pada panjang gelombang <385 nm. Fungsi dopan sebagai elektron *trapping* yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik, memaksimalkan kerja dan dapat menurunkan energi *band gap* (Afrozi, 2010). Adanya dopan pada material semikonduktor mampu mengurangi rekombinasi muatan *photohole* dan *photoelectron*. Dopan yang digunakan untuk mendoping material semikonduktor dapat berupa dopan logam dan non logam. Dopan non logam yang ditambahkan umumnya seperti N, C, S, P dan F pada TiO<sub>2</sub>. Dari berbagai unsur non logam tersebut, nitrogen adalah dopan yang paling efektif karena ukurannya yang tidak

jauh berbeda dengan oksigen dan energi ionisasinya yang kecil. Kuo dkk. (2019) telah membandingkan pengaruh dopan non logam B, N, dan P untuk mendegradasi larutan *bisphenol A*. Persen degradasi yang dihasilkan adalah 94% untuk dopan N, 88% untuk dopan B, dan 93% untuk dopan P. Hal ini menunjukkan bahwa doping N mampu meningkatkan degradasi zat warna.

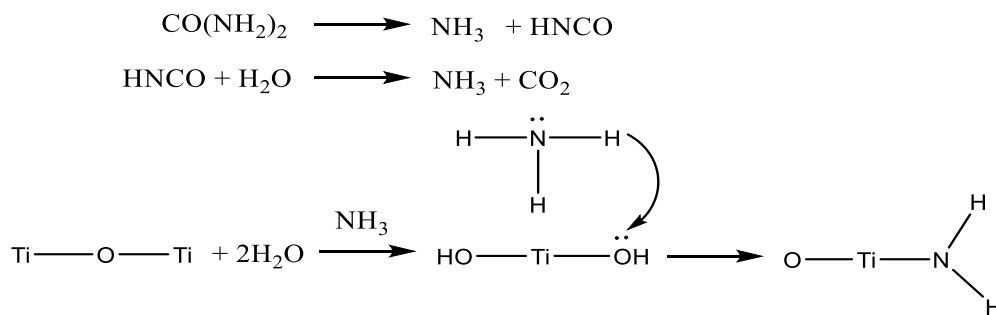
. Penggunaan anion nitrogen (N) sebagai dopan untuk menggantikan posisi atom oksigen (O) pada struktur  $\text{TiO}_2$  membentuk  $\text{TiO}_2\text{-N}$  lebih menjanjikan dibandingkan atom lainnya karena memiliki ukuran atom yang mirip dengan atom O dimana jari-jari ion  $\text{O}^{2-}$  sebesar  $1,4 \text{ \AA}$  dan  $\text{N}^{3-}$  sebesar  $1,71 \text{ \AA}$  serta memiliki energi ionisasi yang kecil yaitu O sebesar  $1313,9 \text{ kJ/mol}$  dan N sebesar  $1402,3 \text{ kJ/mol}$  (Gurkan *et al.*, 2012), serta dimungkinkan terjadinya dapat memperbaiki sifat optik  $\text{TiO}_2$  sehingga dapat meningkatkan kualitas lapisan tipis (Li *et al.*, 2011). Sumber N yang digunakan adalah dari urea yang memiliki rumus kimia  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  untuk didopingkan pada  $\text{TiO}_2$ . Kandungan nitrogen dalam urea cukup tinggi yaitu sekitar 46% (Effendi dan Bilalodin, 2012) dengan harapan bahwa elektron-elektron pada urea lebih leluasa bergerak dari satu atom ke atom yang lain sehingga berhasil mempersempit *energy gap* secara lebih signifikan (Karim dkk., 2016).

Nitrogen dapat disubstitusikan ke dalam material  $\text{TiO}_2$  karena jari-jari ionik dari nitrogen dan oksigen tidak jauh berbeda. Selain itu, orbital 2p dari nitrogen dekat dengan orbital 2p dari oksigen sehingga mampu membentuk level energi baru di atas pita valensi  $\text{TiO}_2$  sehingga energi *band gap* dari  $\text{TiO}_2$  dapat dipersempit sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$  (Rane *et al.*, 2006). (Divalentin *et al.*, 2007) menjelaskan model ikatan nitrogen terhadap  $\text{TiO}_2$

yaitu substitusi (Ns) *impurities* nitrogen dalam struktur anatas (Gambar 2.5). Pada model substitusi (Ti-N-Ti) atom nitrogen terikat dengan tiga atom Ti dan menggantikan oksigen kisi pada TiO<sub>2</sub>. Dugaan reaksi antara TiO<sub>2</sub> dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> ditunjukkan pada Gambar 2.6.

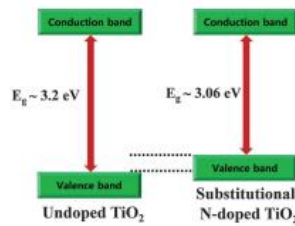


Gambar 2.5 Model ikatan substitusi nitrogen terhadap TiO<sub>2</sub> (Divalentin *et al.*, 2007)



Gambar 2. 6 Reaksi antara TiO<sub>2</sub> dengan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> (Cheng *et al.*, 2012)

Masuknya atom N pada TiO<sub>2</sub> akan terjadi pencampuran orbital antara atom N dan O sehingga dapat meningkatkan absorpsi dan aktivitas fotokatalis pada cahaya tampak dan dapat menurunkan energi *band gap* seperti pada Gambar 2.7 (Divalentin *et al.*, 2007). Hasil penelitian dari Ansari *et al.* (2016) menunjukkan bahwa energi *band gap* TiO<sub>2</sub>-N yang dihasilkan relatif kecil dibandingkan TiO<sub>2</sub> (3,28 eV) seiring dengan penambahan pada variasi komposisi nitrogen. Energi celah pita optimum yang diperoleh pada penelitian ini berkisar sekitar 3,080 eV. Hal ini menunjukkan bahwa adanya doping nitrogen terhadap kristal TiO<sub>2</sub> mengakibatkan penurunan energi celah pitanya.



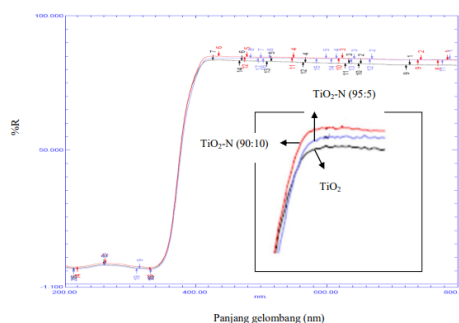
Gambar 2. 7 Perbandingan Energi band gap pada TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub> substitusi N (Ansari et al., 2016)

Riyani dkk. (2012) telah mensintesis TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi komposisi N dimana urea sebagai sumber atom nitrogen menggunakan metode sonikasi. Perbedaan Komposisi N dalam Kristal TiO<sub>2</sub> memberikan hasil energi *band gap* yang berbeda. Hasil penelitian ditunjukkan pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Hasil nilai energi *band gap* berdasarkan variasi N pada TiO<sub>2</sub> (Riyani dkk., 2012)

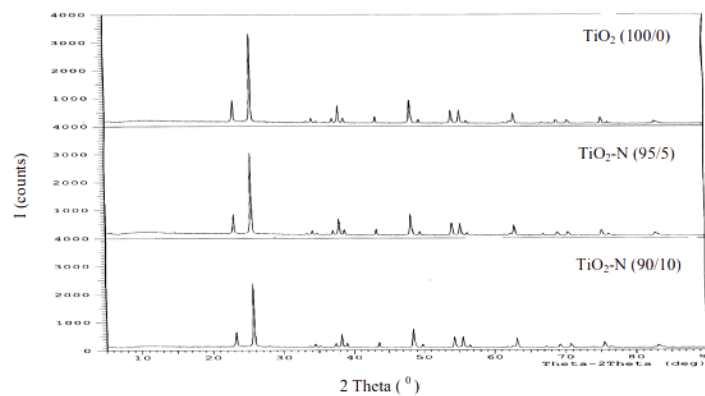
Fotokatalis	Panjang Gelombang (nm)	Energi <i>band gap</i> (eV)
TiO <sub>2</sub> anatas	372	3,342
TiO <sub>2</sub> -N (95:5)	372,58	3,337
TiO <sub>2</sub> - N (90:10)	380,23	3,268

Panjang gelombang yang dihasilkan berbanding terbalik dengan nilai energi celah pita yang dihasilkan di mana semakin besar panjang gelombang yang dihasilkan maka semakin kecil energi celah pitanya. Hal ini menunjukkan bahwa *doping* atom N pada TiO<sub>2</sub> dapat menurunkan energi celah pita seiring dengan penambahan konsentrasi Nitrogen. Hal ini dapat diamati pada Gambar 2.8 untuk hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS.



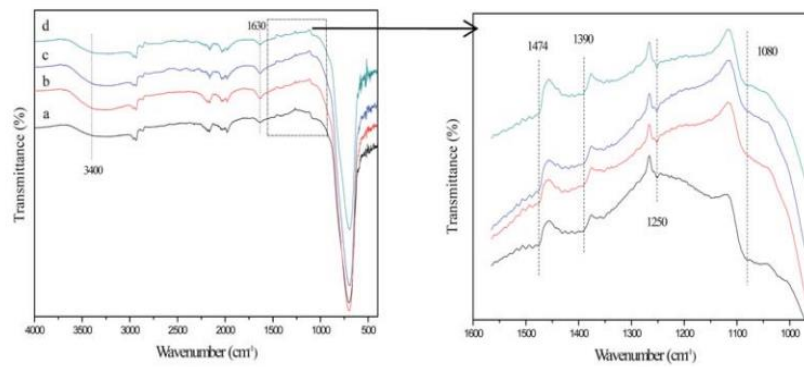
Gambar 2. 8 Hasil karakterisasi UV-Vis DRS (Riyani dkk., 2012)

Pada hasil karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (Gambar 2.9) terlihat bahwa dengan penambahan urea sebagai sumber atom N dapat mempengaruhi pergeseran sudut  $2\theta$  dari  $\text{TiO}_2$  anatas standar. *Peak*  $\text{TiO}_2$  anatas,  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (95:5) dan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10) berturut-turut terlihat pada  $2\theta = 25,5794^\circ$ ,  $2\theta = 25,5398^\circ$ , dan  $2\theta = 25,7286^\circ$ . Pergeseran ini menunjukkan adanya atom N yang telah menggantikan posisi O pada kisi  $\text{TiO}_2$ . Hal ini menunjukkan bahwa urea bisa digunakan sebagai sumber N untuk mensubstitusi sebagian atom O pada  $\text{TiO}_2$ .



Gambar 2. 9 Hasil karakterisasi XRD (Riyani dkk., 2012)

Yang *et al.* (2010) mensintesis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi ratio molar N: $\text{TiO}_2$  yaitu 1:2 (TON-1), 1:1 (TON-2), 3:2 (TON-3), dan 2:1 (TON-4). Hasil spektra FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.10. Serapan tajam pada bilangan gelombang  $\sim 700\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi dari Ti-O stretching dan Ti-O-Ti. Pada bilangan gelombang  $3400\text{ cm}^{-1}$  berasal dari gugus hidroksil permukaan dan molekul air yang diserap oleh  $\text{TiO}_2\text{-N}$ . Bilangan gelombang  $1474\text{ cm}^{-1}$  hingga  $1080\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ikatan Ti-N. serapan di sekitar  $1630\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi dari ikatan O-H. Menurut Nolan *et al.* (2012) pada daerah bilangan gelombang  $1000\text{ cm}^{-1}$ - $1700\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan N-doped  $\text{TiO}_2$  substitusi.



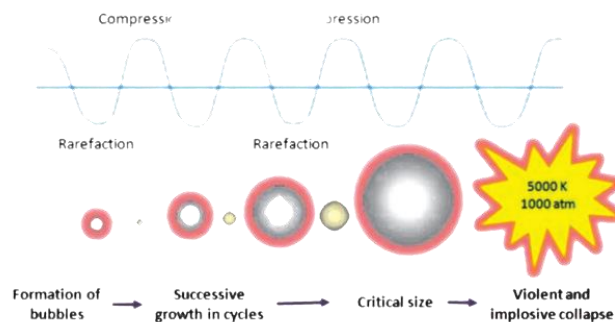
Gambar 2. 10 Hasil spektra FTIR  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi rasio molar  $\text{N}:\text{TiO}_2$  : (a) 1:1; (b) 1:2; (c) 3:2; dan (d) 2:1 (Yang et al., 2010)

## 2.4 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-N}$ dengan Metode Sonikasi

Prinsip metode sonikasi yaitu memanfaatkan energi suara (gelombang ultrasonik) sebagai sumber energi dengan frekuensi tertentu yang diiradiasikan dalam suatu larutan untuk menghasilkan gelembung kavitasi sehingga membuat partikel berukuran lebih kecil hingga skala nano (Suslick dan Price, 1999). Umumnya rentang frekuensi ultrasonik yang sering digunakan dalam metode ini adalah 20 kHz – 2 MHz (Ningsih, 2016). Beberapa kelebihan dari metode ini yaitu mampu memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat yang berukuran lebih kecil hingga berukuran nano, metode ini lebih efektif dan efisien karena waktu yang digunakan relatif lebih singkat, memiliki stabilitas termal yang baik dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang, dapat memberikan luas permukaan komponen reaktan padat yang lebih besar untuk meningkatkan laju reaksi. Selain itu metode ini tergolong aman karena menggunakan frekuensi yang tidak terlalu tinggi (Rismiarti dkk., 2016).

Ultrasonik ditransmisikan melewati medium air melalui gelombang suara mengakibatkan molekul dapat bergetar. Akibatnya molekul tersebut akan mengalami perubahan struktur. Jika intensitas gelombang ultrasonik ditingkatkan

maka akan terjadi kondisi di mana gaya intramolekul tidak lagi bisa menahan struktur awal molekul. Sehingga molekul tersebut akan pecah dan membentuk lubang (*cavity*). Lubang ini di sebut dengan gelembung kavitasi. Kekuatan ultrasonik meningkatkan perubahan kimia dan fisika dalam media cair melalui penghancuran gelembung kavitasi. Pertumbuhan gelembung akan terjadi terus menerus sampai berada pada fase *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung) yaitu pecahnya gelembung kecil akibat kekuatan suara. Setiap gelembung yang pecah akan menjadi “hotspot” lokal yang menghasilkan panas sangat tinggi sekitar 4000 K dan tekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginan bisa sangat cepat yaitu 10<sup>10</sup> K/s (Suslick dan Price, 1999). Proses kavitasi akustik terdapat dalam Gambar 2.10



Gambar 2. 11 Proses kativasi akustik (Halkijevic et al., 2019)

Gelembung yang pecah akibat tekanan dan suhu tinggi maka akan dihasilkan energi kinetik yang sangat besar dan berubah menjadi energi panas. Energi kinetik ini yang berperan memecah partikel menjadi ukuran nano (Rojabiyah, 2017). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Mandzy dkk. (2005) yang menyatakan bahwa 3 macam *nanopowder* TiO<sub>2</sub> komersial (anatase, rutil, dan brookite) teraglomerasi dengan ukuran masing-masing sebesar 1530, 1500, dan 1020 nm diultrasonikasi dengan frekuensi ultrasonik 24 kHz dan

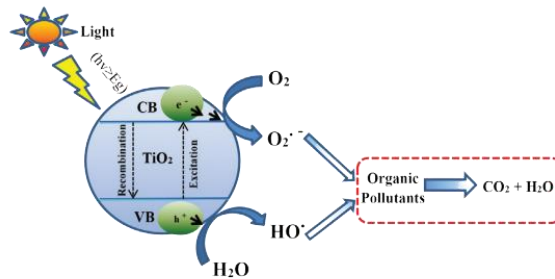
energi spesifik  $5,7 \times 10^6$  KJ/m<sup>3</sup> mampu memperkecil ukuran masing-masing nanopowder sebesar 300, 250, dan 230 nm. Oleh karena itu, energi yang diberikan pada sonikasi mampu memecah ukuran partikel reaktan menjadi lebih kecil. Selanjutnya Zhang dkk. (2015) melaporkan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub>-N dengan metode sonikasi pada frekuensi 28 kHz menghasilkan nanopartikel TiO<sub>2</sub>-N berukuran 20,85 nm.

## 2.5 Proses Fotokatalis Semikonduktor TiO<sub>2</sub>

Fotokatalis secara umum didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan suatu katalis padat (Arutanti dkk., 2009). Katalis merupakan suatu substansi yang dapat mempercepat laju reaksi untuk mencapai keadaan kesetimbangan dalam sistem reaksi kimia. Katalis yang digunakan dalam suatu sistem reaksi fotokimia disebut fotokatalis dimana memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi foton. Adanya proses adsorpsi energi foton ini akan mengaktifkan proses fotokatalisis sehingga substansi radikal hidroksil cepat terbentuk dan akan mendegradasi polutan organik menjadi produk akhir yang lebih ramah lingkungan (Hoffmann *et al.*, 1995).

TiO<sub>2</sub> merupakan material semikonduktor yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis. Mekanisme dasar yang memungkinkan terjadinya proses fotokatalisis pada TiO<sub>2</sub> adalah terbentuknya pasangan *electron-hole* pada permukaan katalis semikonduktor ketika diinduksi oleh energi foton yang sesuai atau melebihi energi celah pita. Tipe anatas paling aktif karena memiliki *band gap* (celah pita energi yang menggambarkan energi cahaya minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron) sebesar 3,2 eV (lebih dekat ke sinar UV, panjang

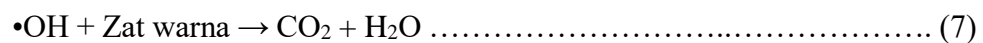
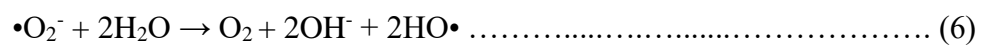
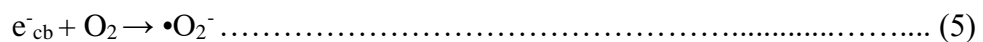
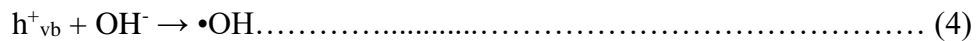
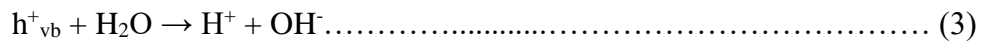
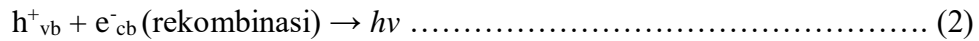
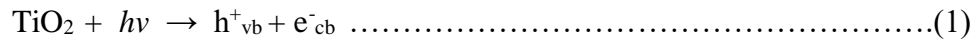
gelombang maksimum 388 nm) (Linsebigler *et al.*, 1995). Gambar 2.11 menunjukkan skema proses fotokatalisis dengan TiO<sub>2</sub>.



Gambar 2. 12 Proses fotokatalisis TiO<sub>2</sub> (Samsudin, 2015)

Mekanisme reaksi fotokatalitik dimulai ketika semikonduktor TiO<sub>2</sub> dikenai cahaya ( $h\nu$ ) dengan energi yang sesuai atau lebih besar dari energi celah pitanya, maka elektron pada pita valensi akan mengabsorpsi foton tersebut dan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi yaitu pita konduksi. sehingga terjadi pembentukan pasangan elektron ( $e^-$ ) dan meninggalkan suatu lubang positif atau *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi. Sebagian pasangan  $e^-$  dan  $h^+$  ini akan berekombinasi kembali baik di permukaan atau di dalam *bulk* partikel dengan melepaskan panas. Sementara itu, sebagian pasangan  $e^-$  dan  $h^+$  lainnya dapat bertahan hingga sampai ke permukaan TiO<sub>2</sub> yang menginisiasi reaksi reduksi-oksidasi, di mana  $e^-$  akan menginisiasi reaksi reduksi dan  $h^+$  akan menginisiasi reaksi oksidasi yang ada di sekitar permukaan TiO<sub>2</sub>. Elektron ( $e^-$ ) akan bereaksi dengan molekul O<sub>2</sub> untuk membentuk anion radikal superoksida ( $\bullet\text{O}_2$ ). Sedangkan  $h^+$  bereaksi dengan H<sub>2</sub>O yang terabsorpsi untuk menghasilkan OH<sup>-</sup> dan bereaksi dengan  $h^+$  membentuk radikal hidroksida ( $\bullet\text{OH}$ ) (Zaleska, 2008) yang merupakan agen pengoksidasi yang sangat reaktif dalam mendegradasi senyawa organik menjadi senyawa yang lebih sederhana seperti CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, dan zat anorganik nontoksik lainnya (Salim dan Sudaryanto, 2016).

Mekanisme proses fotokatalitik semikonduktor TiO<sub>2</sub> pada degradasi zat warna dapat dijelaskan sebagai berikut:



## 2.6 Pandangan Islam tentang Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N untuk Pengolahan *Naphthol Blue Black*

Permasalahan lingkungan yang terjadi saat ini menjadi pusat perhatian bagi publik. Permasalahan tersebut menyangkut beberapa aspek diantaranya yaitu masalah pencemaran air, pencemaran udara, dan pencemaran tanah (Ratnasari dan Chodijah, 2020). Limbah merupakan suatu zat sisa yang dihasilkan dari aktivitas manusia dan tidak digunakan lagi. Pembuangan limbah cair seperti zat warna ke lingkungan oleh industri tekstil menjadi salah satu penyebab tercemarnya lingkungan dan dapat menimbulkan dampak buruk bagi sekitarnya. Hal tersebut mengakibatkan ketidakseimbangan ekosistem dan dapat mengancam keberlangsungan hidup manusia dan makhluk lainnya. Oleh karena itu manusia harus menjaga dan memakmurkan bumi yang telah Allah ciptakan sesuai dengan Firman Allah Swt. pada Q.S. Hud ayat 61:

وَالِي تَمُودَ أَخَاهُمْ صَالِحًا قَالَ يُقَوْمِ اعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُمْ مِنْ إِلَهٍ غَيْرُهُ هُوَ أَنْشَأَكُمْ مِنَ الْأَرْضِ  
وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تَوَلَّوْا إِلَيْهِ وَإِنَّ رَبِّيَ قَرِيبٌ مُجِيبٌ

*Artinya : dan kepada kaum Tsamud (Kami utus) saudara mereka, Shalih. 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)."*

Menurut Tafsir Al-Jawahir Fi At-Tafsir Al-Qur'an Al-Karim, ayat ini menjelaskan keberadaan manusia sebagai pemelihara lingkungan alam. Kalimat "Wasta'marakum fii haa" memiliki makna bahwa manusia merupakan pemelihara muka bumi (alam), lalu Allah Swt. Telah menakdirkan manusia untuk mengelola dan menjaga kelestarian segala hal yang ada di muka bumi dengan sebaik-baiknya. Salah satu ciri khas manusia yang berakal adalah makhluk yang memiliki keunggulan dibanding makhluk lain, yaitu apabila ia memperhatikan sesuatu, selalu memperoleh manfaat dan faedah, ia selalu menggambarkan kebesaran Allah, mengingat dan mengenang banyaknya nikmat yang Allah berikan kepadanya. Manusia sebagai makhluk yang berakal juga dituntut untuk memikirkan solusi untuk mengatasi beberapa permasalahan lingkungan yang terjadi saat ini dengan memanfaatkan kenikmatan yang telah diberikan. Allah berfirman dalam Q.S Al-imran ayat 190-191 menunjukkan bukti kekuasaan dan hikmah dari Allah swt kepada ulul albab dan tidak ada satupun ciptaan-Nya yang sia-sia. Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka."

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ  
اللَّهَ فِيمَا وُقُوعًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا  
سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

*Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka."*

Menurut tafsir kemenag RI (2016) orang-orang berakal yaitu orang-orang yang senantiasa memikirkan, merenungkan, dan menganalisa segala ciptaan Allah Swt. kemudian dapat mengambil manfaat dari ayat-ayat kauniyah yang terbentang di jagat raya ini, seraya berzikir kepada Allah. Kemudian orang yang berakal menyimpulkan bahwa tidaklah Allah menciptakan ini dengan sia-sia". Allah menciptakan segala sesuatu yang ada dilangit dan di bumi tidak sia-sia begitupun Allah menciptakan siang dan malam. Segala ciptaan Allah merupakan bukti kekuasaan dan hikmah dari Allah Swt. Salah satu pemanfaatan ciptaan-Nya adalah melakukan sintesis senyawa fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dimana unsur nitrogen bersumber dari urea. Unsur nitrogen dapat menurunkan energi *band gap* dan sangat bermanfaat pada penelitian ini untuk mendegradasi zat warna *naphthol blue black*. Sinar matahari juga dapat dimanfaatkan sebagai sumber foton/energi untuk aktivitas fotodegradasi zat warna *naphthol blue black* dapat mencemari lingkungan perairan jika tidak dikelola dengan baik. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat banyak pelajaran dan hikmah yang bisa diambil dari semua ciptaan Allah Swt.

Menurut Tafsir Al-Mukhtashar kalimat “Maka jauhkanlah kami dari azab Neraka” memiliki makna dengan cara Engkau bimbing kami kepada perbuatan-perbuatan yang baik dan Engkau lindungi kami dari perbuatan-perbuatan yang buruk. Penelitian fotodegradasi zat pewarna *naphthol blue black* dengan penambahan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang terdoping Nitrogen menggunakan metode sonikasi ini merupakan salah satu langkah awal manusia sebagai makhluk yang berakal untuk berbuat kebaikan dalam pengolahan limbah tekstil demi mengatasi permasalahan yang ada di bumi sehingga dapat menjaga, memakmurkan, dan membangun bumi.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juni – Agustus 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu spatula, gelas arloji, neraca analitik, *beaker gelas* 100 mL, labu ukur 100 mL, pipet ukur 25 mL, pipet ukur 10 mL, bola hisap, batang pengaduk, tanur *furnace*, cawan porselen, mortar *agate*, sonikator, *hot plate*, oven, *sentrifuge*, *magnetic stirrer*, UV reaktor, Spektrofotometer *X-Ray Diffraction* (XRD, Philip E'zpert Pro), Spektrofotometer FTIR VARIAN tipe cary 50, Spektrofotometer UV-Vis DRS Evolution 220 UV-Visible, dan Spektrofotometer UV-Vis.

##### **3.2.2. Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *naphthol blue black*, TiO<sub>2</sub> anatas Sigma-Aldrich, Urea (CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>) p.a, Aqua DM, aquades, KBr, buffer HCl/KCl 0,1 M, buffer asetat 0,1 M, buffer phosphate 0,1 M, buffer ammonia 0,1 M, dan buffer NaOH/KCl 0,1 M.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik struktur dan serapan TiO<sub>2</sub> yang *didoping* Nitrogen dengan variasi komposisi *doping* N pada TiO<sub>2</sub>-N

menggunakan metode sonikasi.  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang dihasilkan akan dikarakterisasi menggunakan berbagai instrument seperti XRD, FTIR, dan UV-Vis DRS yang kemudian dilakukan uji aktivitas dan uji efektivitas fotokatalitiknya dalam mendegradasi *naphthol blue black*.

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$
2. Karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)
3. Karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan Spektrofotometer FTIR
4. Karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan Spektrofotometer UV-Vis DRS
5. Preparasi larutan induk *naphthol blue black* 100 ppm
6. Penentuan panjang gelombang maksimum *naphthol blue black*
7. Pembuatan kurva standar *naphthol blue black*.
8. Pembuatan larutan sampel *naphthol blue black* 10 ppm
9. Fotodegradasi *naphthol blue black* menggunakan variasi komposisi N pada fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$
10. Fotodegradasi *naphthol blue black* menggunakan variasi lama penyinaran
11. Uji efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  untuk fotodegradasi *naphthol blue black*
12. Analisis hasil

### 3.5 Prosedur Penelitian

#### 3.5.1 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$

##### 3.5.1.1 Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$

Sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan dopan N dibuat dengan perbandingan komposisi  $\text{TiO}_2\text{:Urea}$  (95:5), (90:10), dan (85:15). Kemudian masing-masing *beaker glass*

disuspensikan dalam 10 mL aqua DM. Suspensi disonikasi selama 30 menit. Suspensi dikeringkan dalam oven pada temperatur 110 °C selama 2 jam dan dikalsinasi menggunakan tanur pada temperatur 500 °C selama 2 jam dan hasil kalsinasi dihaluskan dengan mortar dan penggerus porselen hingga berbentuk serbuk (Fraditasari, 2015).

### 3.5.1.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan XRD

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa yang terbentuk, kristalinitas, dan parameter kisi TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan adanya variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N. Karakterisasi XRD dilakukan dengan menggunakan logam target pada tabung sinar X yaitu Cu. Radiasi monokromator yang digunakan yaitu Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ) pada 30 kV dengan arus 30 mA. Pengukuran dilakukan pada rentang  $2\theta$  (°) = 5-90. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan XRD yaitu ditempatkan sampel yang sudah dihaluskan pada sampel *holder*. Selanjutnya, disinari dengan sinar-X, sehingga diperoleh data *output* berupa difraktogram (Ilmi, 2020).

### 3.5.1.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan Spektrofotometer FTIR

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui karakter vibrasi khas dari TiO<sub>2</sub>-N. Langkah pertama adalah dihaluskan standar KBr menggunakan mortar *agate*. Ditambahkan serbuk sampel, lalu dihaluskan kembali. Dibuat pelet dengan cara ditekan hingga tekanan mencapai 8 torr. Kemudian pelet yang dihasilkan diletakkan pada sampel *holder* dan dikenai radiasi IR dengan bilangan gelombang 4000 sampai 400 cm<sup>-1</sup> (Ilmi, 2020).

#### **3.5.1.4 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan Spektrofotometer UV-Vis DRS**

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui karakteristik serapan sinar dan nilai energi celah pita dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dengan adanya pengaruh variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N yaitu di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS juga dilakukan pada TiO<sub>2</sub> anatas Sigma-Aldrich (SA) sebagai pembanding. Langkah yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS adalah menghaluskan sampel yang akan dikarakterisasi. Kemudian serbuk halus yang didapatkan ditempatkan pada *sample holder*. Selanjutnya *sample holder* dikenai radiasi elektromagnetik UV-Vis dan diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-800 nm (Ilmi, 2020).

#### **3.5.2 Pembuatan Kurva Standar dan Pembuatan Sampel *Naphthol Blue Black***

##### **3.5.2.1 Pembuatan Larutan Induk *Naphthol Blue Black* 100 ppm**

Serbuk *naphthol blue black* murni sebanyak 10 mg dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan dikocok hingga homogen dan diperoleh larutan induk *naphthol blue black* 100 ppm (Ilmi, 2020).

##### **3.5.2.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Naphthol Blue Black***

Larutan induk *naphthol blue black* 100 ppm dipipet 1 mL dan dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL. Selanjutnya larutan dikocok hingga homogen dan diperoleh larutan *naphthol blue black* 1 ppm. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang

gelombang UV- Vis mulai 400-800 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan melihat absorbansi terbesar yang diserap *naphthol blue black*. Data panjang gelombang maksimum selanjutnya digunakan untuk membentuk kurva standar (Ilmi, 2020)

### **3.5.2.3 Penentuan Kestabilan pH *Naphthol Blue Black***

Larutan sampel *naphthol blue black* 10 ppm dipipet sebanyak 15 ml dan dimasukkan dalam beaker glass 50 ml. Larutan dikondisikan pada pH 1-14 menggunakan larutan buffer. Sampel ditambahkan buffer HCl/KCl (pH 1-3), buffer asetat 0,1 M (pH 4-6), buffer fosfat 0,1 M (pH 7-8), buffer amonia 0,1 M (pH 9-10), NaOH/KCl 0,01 M (pH 11-14). Selanjutnya diukur pH larutan menggunakan pH meter. Larutan ditandabatkan dengan aquades hingga 25ml. Pengukuran absorbansi *naphthol blue black* dilakukan terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Selanjutnya dibuat kurva hubungan antara absorbansi dan pH larutan

### **3.5.2.4 Pembuatan Kurva Standar *Naphthol Blue Black***

Larutan *naphthol blue black* dibuat dengan variasi konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm. Mula-mula larutan induk *naphthol blue black* 100 ppm dipipet sebanyak 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 mL kemudian dimasukkan dalam 6 buah labu ukur 100 mL. Masing-masing larutan selanjutnya dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL dan dikocok hingga homogen. Larutan yang telah dibuat diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya. Hasil pembuatan kurva standar

yang telah dilakukan diperoleh hubungan antara absorbansi ( $A$ ) dengan konsentrasi ( $C$ ) serta persamaan regresi liniernya (Ilmi, 2020).

### **3.5.2.5 Pembuatan larutan sampel *Naphthol Blue Black* 10 ppm**

Pembuatan Larutan Sampel *naphthol blue black* 100 ppm dipipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 500 mL, kemudian larutan ditandabatkan dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan sampel *naphthol blue black* dengan konsentrasi 10 ppm (Rahmawati, 2020).

### **3.5.3 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black***

#### **3.5.3.1 Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* Menggunakan Variasi Komposisi N pada Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$**

Fotodegradasi dilakukan dengan mengambil *naphthol blue black* 10 ppm sebanyak 25 mL ke dalam *beaker glass* 100 mL sebanyak 4x kemudian ditambahkan dengan 50 mg fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi komposisi  $\text{TiO}_2\text{:Urea}$  95:5, 90:10 dan 85:15. Selanjutnya dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari dengan bantuan sinar UV selama 120 menit. Larutan hasil degradasi disentrifugasi selama 10 menit. Pengukuran absorbansi *naphthol blue black* dilakukan terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum (Lubis, 2018). Proses ini dilakukan secara triplo.

### 3.5.3.2 Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* Menggunakan Variasi Lama

#### Waktu Penyinaran

Fotodegradasi dilakukan dengan mengambil *naphthol blue black* 10 ppm sebanyak 25 mL ke dalam beaker glass 100 ml kemudian ditambahkan dengan 50 mg fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi komposisi N terbaik. Selanjutnya dimasukan dalam fotoreaktor dan diradiasikan dengan sinar UV dengan variasi waktu penyinaran selama 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Larutan hasil degradasi disentrifugasi selama 10 menit. Pengukuran absorbansi *naphthol blue black* dilakukan terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum (Ilmi, 2020). Proses ini dilakukan secara triplo.

### 3.5.3.3 Uji Efektivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ untuk Fotodegradasi *Naphthol Blue Black*

Fotodegradasi dilakukan dengan mengambil *naphthol blue black* 10 ppm sebanyak 25 mL ke dalam beaker glass 100 mL. Uji efektivitas dilakukan dengan 4 variasi yaitu sampel ditambahkan 50 mg  $\text{TiO}_2$  dengan kondisi gelap, sampel ditambahkan 50 mg  $\text{TiO:N}$  (optimum) dengan kondisi gelap, sampel ditambahkan 50 mg  $\text{TiO}_2$  dengan sinar UV, dan sampel ditambahkan 50 mg  $\text{TiO:N}$  (optimum) dengan sinar UV. Seluruh *beaker glass* difotodegradasi pada waktu optimum. Larutan hasil fotodegradasi disentrifugasi selama 10 menit. Diukur absorbansi sampel terhadap seluruh *beaker glass* menggunakan Spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Proses ini dilakukan secara triplo (Ilmi, 2020).

### 3.6 Analisis Data

#### 3.6.1 Analisis XRD

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS TiO<sub>2</sub> anatas untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO<sub>2</sub> setelah diberi perlakuan. Data XRD juga akan dilakukan proses *refinement* struktur dengan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

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

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

Keterangan : D = ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

$\lambda$  = panjang gelombang radiasi (nm)

$\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

#### 3.6.2 Analisis FTIR

Data yang diperoleh dari karakterisasi menggunakan FTIR adalah berupa transmittan (%) dan bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>). Analisis dilakukan dengan membuat grafik hubungan antara transmittan (%) sebagai sumbu y dan bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) sebagai sumbu x, sehingga dapat diamati modus vibrasi gugus fungsi khas yang muncul pada TiO<sub>2</sub>-N.

### 3.6.3 Analisis UV-Vis DRS

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS akan dianalisis dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada persamaan berikut ini :

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

Dengan  $F(R)$  = faktor Kubelka-Munk,  $K$  adalah koefisien absorpsi molar,  $S$  adalah koefisien *scattering*,  $R$  adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Nilai energi *band gap* ditentukan dari membuat plot antara antara  $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$  (sebagai sumbu  $y$ ) vs energi foton ( $hv$ ) (sebagai sumbu  $x$ ). Energi foton ( $hv$ ) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, di mana  $hv = hc/\lambda$  dengan  $c$  adalah tetapan cahaya dan  $h$  adalah tetapan Planck. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai  $x$  ( $hv$ =energi celah pita) ketika  $y=0$ .

### 3.6.4 Analisis Hasil Fotodegradasi

Analisis fotokatalitik dilakukan dengan menghitung absorbansi larutan standar menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Setelah didapatkan nilai absorbansi, dibuat kurva standar dengan sumbu  $x$  adalah konsentrasi larutan standar dan sumbu  $y$  adalah absorbansi. Melalui kurva, akan diperoleh persamaan regresi linear  $y = ax + b$  dengan  $y$  sebagai absorbansi dan  $x$  konsentrasi. Nilai persen degradasi dapat dihitung dengan persamaan berikut ini:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100 \% \dots \dots \dots (3.3)$$

Keterangan:

$C_0$  = konsentrasi awal

$C_t$  = konsentrasi setelah degradasi.

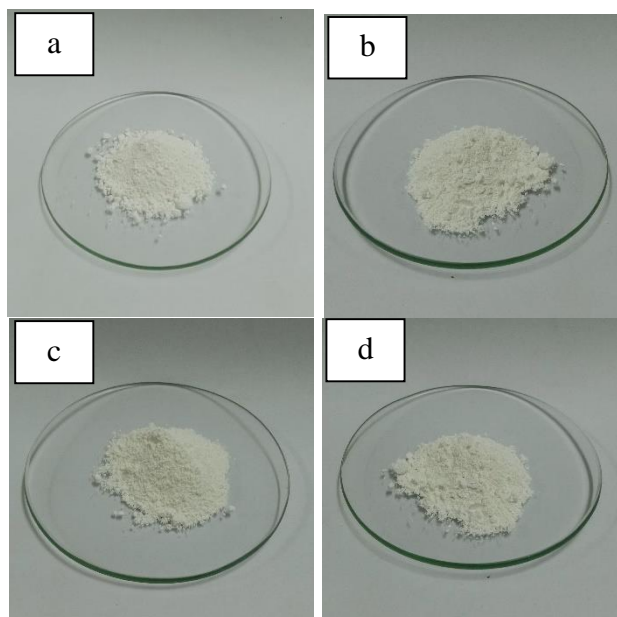
## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N**

##### **4.1.1 Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N**

Sintesis fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dilakukan dengan metode sonikasi. Reaktan yang digunakan adalah TiO<sub>2</sub> Anatas Sigma Aldrich dan Urea (CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>) sebagai sumber dopan atom N. Sintesis fotokatalis dimulai dengan menimbang masing-masing reaktan dengan perbandingan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>:Urea yaitu sebesar 95:5, 90:10, dan 85:15. Reaktan ditambahkan aquaDM hingga terbentuk suspensi. AquaDM ini berfungsi sebagai medium cair selama proses sonikasi. AquaDM dipilih karena tidak memiliki kandungan mineral dan ion-ion logam sehingga hasil sintesis fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N memiliki tingkat kemurnian lebih tinggi. Suspensi dioven pada suhu 110°C untuk menguapkan sisa pelarut. Selanjutnya fotokatalis dikalsinasi dengan suhu 500°C, hal ini dilakukan untuk mempertahankan fase anatas dari kristal TiO<sub>2</sub> serta untuk mendekomposisi urea menjadi nitrogen sehingga atom N dapat mendoping kisi TiO<sub>2</sub>. Menurut Cheng, dkk (2012) Urea akan terdekomposisi menjadi NH<sub>3</sub> dan atom N mampu mendoping atom O pada kisi TiO<sub>2</sub> pada suhu >350°C. Hasil kalsinasi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N tidak jauh berbeda dengan TiO<sub>2</sub> anatas yang berwarna putih. TiO<sub>2</sub> yang telah terdoping atom N berwarna putih pucat dan sedikit mengkilap. Hasil sintesis fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N ditunjukkan pada Gambar 4.1.



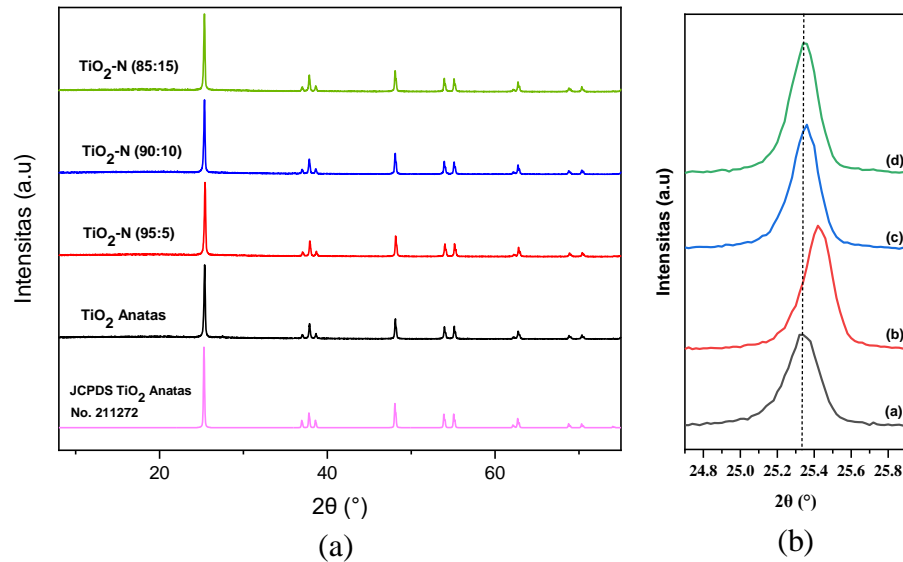
Gambar 4. 1 Material hasil fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan variasi komposisi (a)  $\text{TiO}_2$  anatase (b) 95:5, (c) 90:10, dan (d) 85:5

#### 4.1.2 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$

##### 4.1.2.1 Karakterisasi Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengetahui fase kristal yang terbentuk dan ukuran kristal dari senyawa hasil sintesis. Hasil analisis dengan instrumen XRD berupa difraktogram dengan puncak yang memiliki intensitas dan posisi yang berbeda-beda secara spesifik pada material yang dianalisis. Karakterisasi struktur kristal senyawa hasil sintesis *discanning* pada sudut  $2\theta = 5^\circ - 70^\circ$  dimana sumber sinar X dari logam tembaga (Cu) dengan panjang gelombang ( $\lambda$ )  $K\alpha_1$  sebesar 0,15406 nm. Hasil difraktogram dari senyawa hasil sintesis dibandingkan dengan difraktogram  $\text{TiO}_2$  anatase standar dari JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standar*) no 21- 1272. Hasil difraktogram senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2 (a). Berdasarkan gambar 4.2  $\text{TiO}_2$  anatase memiliki puncak khas tertinggi pada  $2\theta=25,28^\circ$ . Pada hasil

difraktogram senyawa hasil sintesis tidak muncul peak baru, hal ini menunjukkan tidak ada senyawa pengotor lain pada senyawa hasil sintesis.



Gambar 4. 2 (a) Hasil difraktogram dari senyawa hasil sintesis (b) Pergeseran posisi  $2\theta$  (a) TiO<sub>2</sub> anatase, (b) TiO<sub>2</sub>-N (95:5), (c) TiO<sub>2</sub>-N (90:10) dan (d) TiO<sub>2</sub>-N (85:15)

Adanya penambahan variasi komposisi dopan nitrogen pada kisi TiO<sub>2</sub> tidak memunculkan puncak difraksi baru pada senyawa hasil sintesis melainkan memberikan pengaruh terhadap pergeseran posisi  $2\theta$  yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 (b). Berdasarkan gambar 4.2 (b) adanya variasi penambahan komposisi dopan Nitrogen 95:5, 90:10, dan 85:15 mengalami pergeseran puncak ke arah sudut  $2\theta$  yang lebih besar dari  $2\theta$  TiO<sub>2</sub> anatase = 25,342° secara berturut-turut bergeser ke  $2\theta$  = 25,421°, 25,356° dan 25,344°. Hasil ini menunjukkan bahwa fasa yang terbentuk pada senyawa hasil sintesis memiliki satu fasa yaitu fasa anatase. Menurut Cheng *et al* (2012) adanya atom N yang terdoping ke dalam kisi TiO<sub>2</sub> tidak menghasilkan puncak difraksi baru, tetapi hanya menghasilkan pergeseran puncak difraksi ke arah sudut  $2\theta$  yang lebih tinggi hal ini karena atom N telah pindah ke kisi TiO<sub>2</sub> secara

substitusi. ukuran kristal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Deybe-Scherrer. Ukuran kristal senyawa hasil sintesis ditunjukkan pada tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Ukuran kristal TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>-N (95:5), (90:10) dan (85:15)

Fotokatalis	Ukuran kristal (nm)
TiO <sub>2</sub>	41,80
TiO <sub>2</sub> -N (95:5)	48,84
TiO <sub>2</sub> -N (90:10)	51,87
TiO <sub>2</sub> -N (85:15)	51,86

Perbedaan ukuran kristal disebabkan karena masuknya atom N pada kisi TiO<sub>2</sub> secara substitusi. Atom N dapat mensubstitusi atom O pada kisi TiO<sub>2</sub> karena jari-jari ion atom N dan O tidak jauh berbeda dimana N memiliki jari-jari yang lebih besar (1,4 Å) dibandingkan dengan jari-jari atom O sebesar 1,7 Å (Gurkan *et al.*, 2012). Menurut Rarnawati *et al* (2015) adanya doping N pada TiO<sub>2</sub> dapat meningkatkan ukuran kristal, peningkatan ukuran kristal dikaitkan dengan tingginya intensitas dan kecilnya nilai FWHM. Ukuran kristal yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM, sedangkan nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil (Masruroh dkk., 2012). Menurut Chung *et al* (2021) tidak ada pengaruh yang signifikan tentang penambahan nitrogen pada kisi TiO<sub>2</sub> terhadap ukuran kristal yang dihasilkan karena ukuran atom N dan O yang tidak jauh berbeda.

#### 4.1.2.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N Menggunakan FTIR

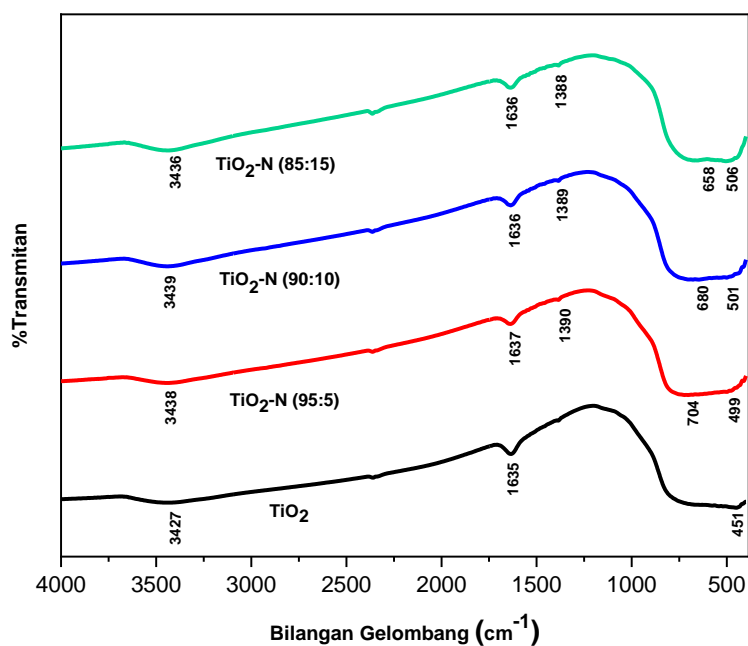
Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform-Infra red Spectroscopy*) dilakukan untuk mengetahui jenis gugus fungsi khas yang diserap oleh senyawa hasil sintesis. Hasil analisa serapan gugus fungsi TiO<sub>2</sub> anatas dan

TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N yaitu 95:5, 90:10, dan 85:15 ditunjukkan pada gambar 4.3. Berdasarkan gambar 4.3 karakteristik senyawa TiO<sub>2</sub> dapat dilihat pada semua sampel fotokatalis dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 451, 499, 501, dan 506 cm<sup>-1</sup> hal ini menunjukkan adanya gugus Ti-O-Ti *stretching*. Qian *et al* (2010) mengatakan bahwa adanya serapan pada daerah bilangan gelombang 400 - 750 cm<sup>-1</sup> merupakan karakteristik vibrasi Ti-O-Ti. Selanjutnya serapan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dapat dilihat pada bilangan gelombang 658-704 cm<sup>-1</sup>. Hal ini sesuai dengan penelitian Alfina dkk (2015) dimana puncak khas dari TiO<sub>2</sub>-N muncul pada bilangan gelombang 505,31-680,83 cm<sup>-1</sup> yang merupakan karakteristik dari ikatan O-Ti-N. Hal ini diperkuat dengan munculnya *peak* pada daerah 1390-1380 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur Ti-N-Ti. Adanya dua puncak yang khas tersebut menunjukkan bahwa fotokatalis TiO<sub>2</sub> telah terdoping oleh atom N. Menurut Karim dkk (2016) serapan pada daerah bilangan gelombang 1080 cm<sup>-1</sup> - 1550 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan pola model ikatan N-*doped* TiO<sub>2</sub> Substitusi (nitrogen menggantikan posisi oksigen).

Pada semua fotokatalis hasil sintesis terdapat puncak lebar pada bilangan gelombang 3427, 3438, 3439 dan 3436 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya serapan khas gugus fungsi O-H *stretching* hal ini diperkuat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 1635,1637, dan 1636 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi tekuk dari gugus hidroksil (O-H). Menurut Chung *et al* (2021) adanya dua puncak yang terletak pada bilangan gelombang ~3400 dan ~1600 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi dari gugus hidroksil (O-H) dari molekul air yang diserap oleh permukaan TiO<sub>2</sub>-N.

Tabel 4. 2 Identifikasi spektra IR

Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )					Interpretasi
TiO <sub>2</sub> Anatas	TiO <sub>2</sub> -N (95:5)	TiO <sub>2</sub> -N (90:10)	TiO <sub>2</sub> -N (85:15)	Referensi	
451	499	501	506	400 - 750	Vibrasi Ulur Ti-O-Ti (Qian <i>et al.</i> , 2012)
-	704	680	658	~ 505 - 680	Ikatan Ti-N (Alfina dkk., 2015)
-	1390	1389	1388	1080 - 1550	Ikatan Ti-N-Ti Substitusi (Karim dkk., 2016)
1635	1637	1636	1636	~1600	Vibrasi Tekuk O-H (Chung <i>et al.</i> , 2016)
3427	3438	3439	3436	~3400	Vibrasi Ulur O-H (Chung <i>et al.</i> , 2016)

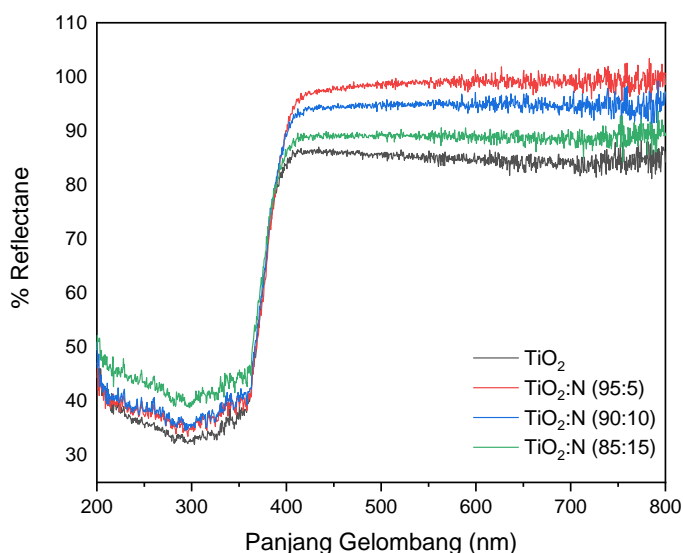


Gambar 4. 3 Hasil Spektra FTIR

#### 4.1.2.3 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan instrument UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui daerah serapan sinar dan energi celah pita yang dimiliki oleh senyawa hasil sintesis. Pengukuran dilakukan oleh UV-Vis DRS pada panjang gelombang 200-800 nm. Pada analisa ini terdapat tiga grafik. Grafik pertama yaitu hubungan antara % reflektansi dan panjang gelombang ditunjukkan pada gambar 4.4.

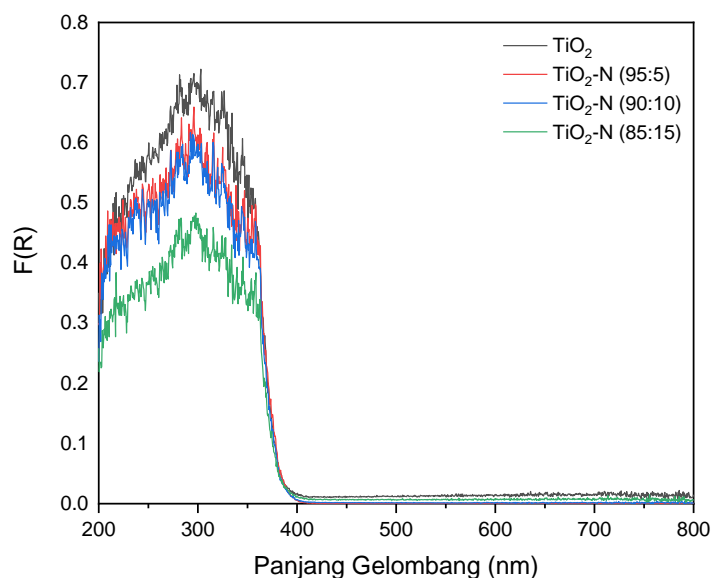
Berdasarkan gambar 4.4 dapat dilihat bahwa TiO<sub>2</sub> Anatas memiliki reflektansi yang lebih rendah dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>-N (95:5), TiO<sub>2</sub>-N (90:10), dan TiO<sub>2</sub>-N (85:5) pada daerah sinar UV (200-400 nm) dan sinar tampak (400-800 nm). Nilai reflektansi ini berbanding terbalik dengan nilai absorbansi, sehingga dapat diketahui bahwa pada rentang panjang gelombang sinar UV (200-400 nm) dan sinar tampak (400-800 nm) TiO<sub>2</sub> anatas memiliki kemampuan mengabsorpsi sinar paling tinggi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>-N (95:5), TiO<sub>2</sub>-N (90:10), dan TiO<sub>2</sub>-N (85:15).



Gambar 4. 4 Grafik hubungan nilai reflektansi dengan panjang gelombang

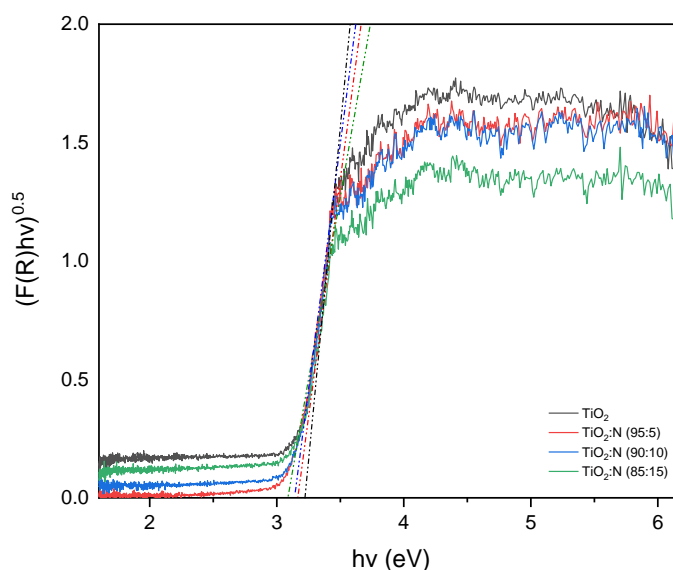
Selanjutnya grafik hubungan antara faktor kubelka-munk ( $F(R)$ ) dengan panjang gelombang ditunjukkan pada Gambar 4.5 Faktor kubelka-munk sebanding dengan koefisien absorpsi per *scattering* ( $k/s$ ), dimana nilai  $F(R)$  diperoleh dari persamaan matematis  $F(R) = (1-R)^2/2R$ . TiO<sub>2</sub> memiliki nilai  $F(R)$  yang lebih tinggi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>-N (95:5), (90:10), dan (85:15) terutama pada daerah panjang gelombang 200-400 nm, sedangkan pada panjang gelombang 400-800 nm, semua sampel fotokatalis memiliki nilai koefisien absorpsi per faktor scattering yang hampir sama dengan nilai yang sangat kecil (mendekati nol). Hal ini

menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  anatase mampu menyerap sinar pada daerah sinar UV (200-400 nm) dengan lebih tinggi dari pada  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (95:5),  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10), dan  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (85:15), sedangkan pada sinar tampak (400-800 nm) semua sampel hanya sedikit menyerap di daerah sinar tampak.



Gambar 4. 5 Grafik hubungan nilai  $F(R)$  dengan panjang gelombang

Perhitungan energi celah pita dengan memplotkan garis lurus yang memotong sumbu x dengan  $y = 0$  yang didapatkan dari grafik hubungan eV dengan  $(F(R) \times h\nu)^{1/2}$ . Penambahan komposisi dopan N mampu menurunkan energi celah pita dari fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dimana energi celah pita  $\text{TiO}_2 > \text{TiO}_2\text{-N}$  (95:5)  $>$   $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10)  $>$   $\text{TiO}_2\text{-N}$  (85:15) yang ditunjukkan pada Gambar 4.6. Berdasarkan Gambar 4.6 didapatkan perbandingan hasil nilai energi celah pita dan daerah serapan panjang gelombang senyawa hasil sintesis yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4. 6 Grafik hubungan antara  $h\nu$  (eV) dengan  $(F(R)\times h\nu)^{1/2}$ .

Tabel 4. 3 Hasil nilai energi celah pita

Fotokatalis	Energi <i>band gap</i> (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO <sub>2</sub>	3,20	387,76
TiO <sub>2</sub> -N (95:5)	3,14	395,17
TiO <sub>2</sub> -N (90:10)	3,13	396,43
TiO <sub>2</sub> -N (85:15)	3,08	402,86

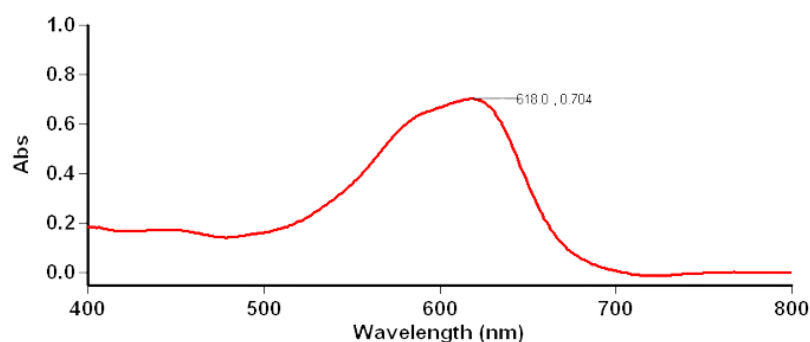
Semakin tinggi komposisi dopan nitrogen yang ditambahkan pada fotokatalis TiO<sub>2</sub> maka serapan meningkat ke panjang gelombang yang lebih besar (*red shift*). Hal ini menunjukkan semakin rendah nilai energi celah pita maka panjang gelombang akan bergeser ke daerah sinar tampak (400-800 nm). Penurunan energi celah pita ini karena masuknya atom N ke dalam kisi TiO<sub>2</sub> sehingga terjadi pencampuran antara orbital 2p oksigen dengan nitrogen dan membentuk *mid gap* di atas pita valensi. Hal ini menyebabkan semakin sedikit energi yang dibutuhkan elektron untuk tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga pembentukan radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) akan semakin banyak. radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) inilah yang berperan untuk mendegradasi zat warna menjadi senyawa yang lebih sederhana (Natarajan *et al.*, 2021). Hasil ini sesuai dengan penelitian Karim dkk (2016) yang

menunjukkan adanya doping nitrogen terhadap kristal TiO<sub>2</sub> mengakibatkan penurunan energi celah pita seiring dengan penambahan berbagai variasi konsentrasi nitrogennya.

## 4.2 Pembuatan Larutan dan Uji Kestabilan pH *Naphthol Blue Black*

### 4.2.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Naphthol Blue Black*

Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan untuk mengetahui nilai absorbansi maksimum yang diserap oleh larutan *naphthol blue black*. Panjang gelombang sangat penting dalam pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis agar memenuhi hukum Lambert-Beer dimana prinsip utamanya adalah hubungan antara absorbansi dan konsentrasi suatu larutan yang menyerap cahaya harus linier, dengan demikian konsentrasi sampel bisa ditentukan. Penentuan panjang gelombang *naphthol blue black* dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 200 – 800 nm. Hasil panjang gelombang maksimum *naphthol blue black* ditunjukkan pada Gambar 4.7.



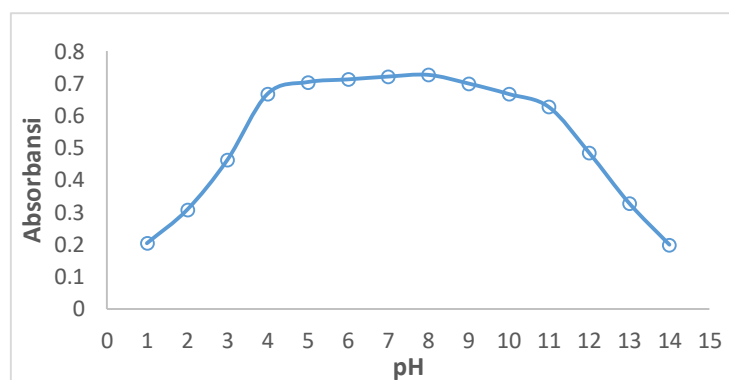
Gambar 4. 7 Panjang gelombang maksimum *Naphthol blue black*

Berdasarkan gambar 4.7 diketahui bahwa panjang gelombang maksimum *naphthol blue black* berada pada daerah sinar tampak yaitu 618 nm. Hal ini sesuai dengan penelitian Ferkuos *et al* (2016) dimana nilai absorbansi maksimum yang

terserap secara optimum oleh larutan *naphthol blue black* yaitu pada panjang gelombang 618 nm. Panjang gelombang maksimum 618 nm ini yang digunakan sebagai standar untuk mengetahui nilai absorbansi pada uji selanjutnya.

#### 4.2.2 Uji Kestabilan pH *Naphthol Blue Black*

pH merupakan salah satu faktor yang penting dalam fotodegradasi zat warna di dalam larutan karena perubahan keasaman dapat menyebabkan perubahan muatan situs aktif dan stabilitas pada larutan (Maghfiroh, 2016). Penentuan pH kestabilan bertujuan untuk mengetahui pH optimum dimana larutan *naphthol blue black* berada pada kondisi stabil dan tidak mengalami perubahan konsentrasi secara signifikan. Uji kestabilan pH dimulai dengan mengkondisikan larutan *naphthol blue black* 10 ppm pada pH 1 hingga 14 dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer UV-Vis. Hasil grafik pengukuran kestabilan pH ditunjukkan pada gambar 4. 8.



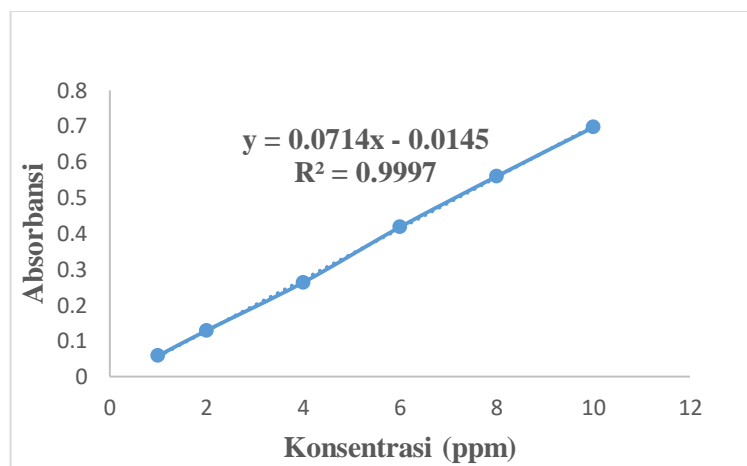
Gambar 4. 8 Kestabilan pH *naphthol blue black*

Gambar 4.8 menunjukkan bahwa pH kestabilan *naphthol blue black* pada rentang pH 4 hingga 11. Karena dari pH 4 sampai 11 memiliki selisih perbedaan absorbansi yang sangat kecil dibandingkan absorbansi sebelum pH 4 dan setelah pH 11. Sehingga, uji aktivitas fototakalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dapat dilakukan pada pH

kestabilan *naphthol blue black* yaitu antara pH 4 sampai 11 untuk mendapatkan hasil pengukuran yang optimum dan pada penelitian ini digunakan pH 7 untuk uji aktivitas fototakalis TiO<sub>2</sub>-N pada fotodegradasi *Naphthol blue black*.

#### 4.2.3 Pengukuran Kurva standar *Naphthol Blue Black*

Pengukuran kurva standar dimulai dengan membuat larutan induk *naphthol blue black* 100 ppm kemudian dibuat larutan dengan konsentrasi 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm dan 10 ppm. Pembuatan larutan dilakukan pada pH 7. Larutan standar diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum *naphthol blue black* yaitu 618 nm. Hasil nilai absorbansi tiap konsentrasi dibuat hubungan grafik antara konsentrasi *naphthol blue black* dengan absorbansi. Berdasarkan kurva standar tersebut dapat diketahui persamaan regresi  $y = ax - b$  dimana  $y$  = absorbansi dan  $x$  = konsentrasi. Grafik hasil kurva standar ditunjukkan pada Gambar 4.9.



Gambar 4. 9 Kurva standar *naphthol blue black*

Hasil persamaan regresi berdasarkan Gambar 4.9 yaitu  $y = 0,0714x - 0,0145$  dengan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) = 0,9997, di mana  $y$  adalah absorbansi, dan  $x$  adalah konsentrasi. Nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) yang diperoleh mendekati angka 1 yang menunjukkan bahwa persamaan regresi tersebut linier dan pengaruh

konsentrasi terhadap absorbansi sebesar 99,97%. Hasil persamaan regresi ini yang akan digunakan untuk menentukan konsentrasi larutan *naphthol blue black* sebelum dan sesudah fotodegradasi.

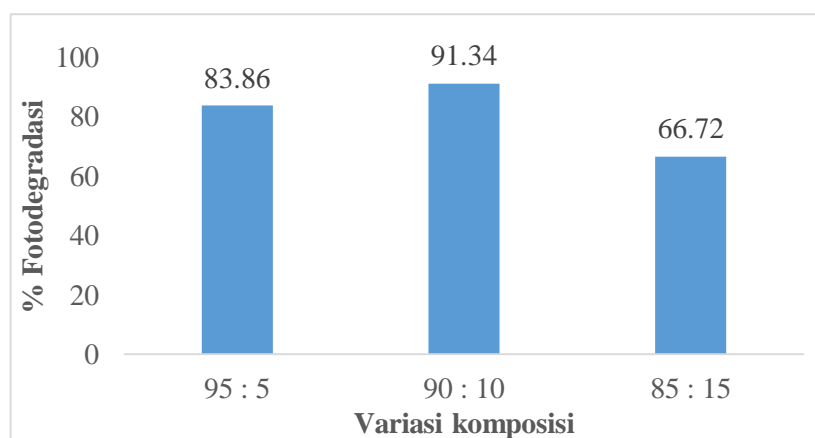
### **4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black***

#### **4.3.1 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Variasi Komposisi TiO<sub>2</sub>-N**

Pada penelitian ini digunakan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N sebesar 95:5, 90:10, dan 85:15. Uji aktivitas variasi komposisi ini dilakukan untuk mengetahui komposisi optimum fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N yang mampu untuk mendegradasi *naphthol blue black*. Uji aktivitas dimulai dengan 25 ml *naphthol blue black* 10 ppm ditambahkan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N pada masing-masing variasi komposisi sebanyak 50 mg. Penentuan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-N optimum ini dilakukan pada pH 7 yang merupakan *range* kestabilan pH dari larutan *naphthol blue black*. Selanjutnya dilakukan penyinaran menggunakan sinar UV sebagai sumber cahaya dalam fotoreaktor selama 120 menit. Sinar UV ini berfungsi sebagai sumber energi foton untuk mengaktifkan kinerja dari fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N. Selama penyinaran yang disertai dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Pengadukan berfungsi agar memaksimalkan kontak antara fotokatalis dengan larutan *naphthol blue black* sehingga dapat memaksimalkan proses fotodegradasi.

Larutan *naphthol blue black* yang telah didegradasi selanjutnya dimasukkan dalam sentrifugasi agar terpisah dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N sehingga larutan hasil degradasi jernih (tidak keruh). Absorbansi setiap variasi diukur menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang maksimum sebesar 618 nm.

Grafik persen fotodegradasi *naphthol blue black* dengan variasi komposisi  $\text{TiO}_2\text{-N}$  ditunjukkan pada Gambar 4.10.

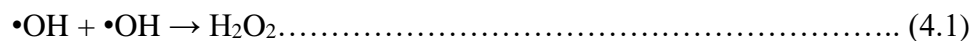


Gambar 4. 10 Hasil fotodegradasi *naphthol blue black* dengan variasi komposisi  $\text{TiO}_2\text{-N}$

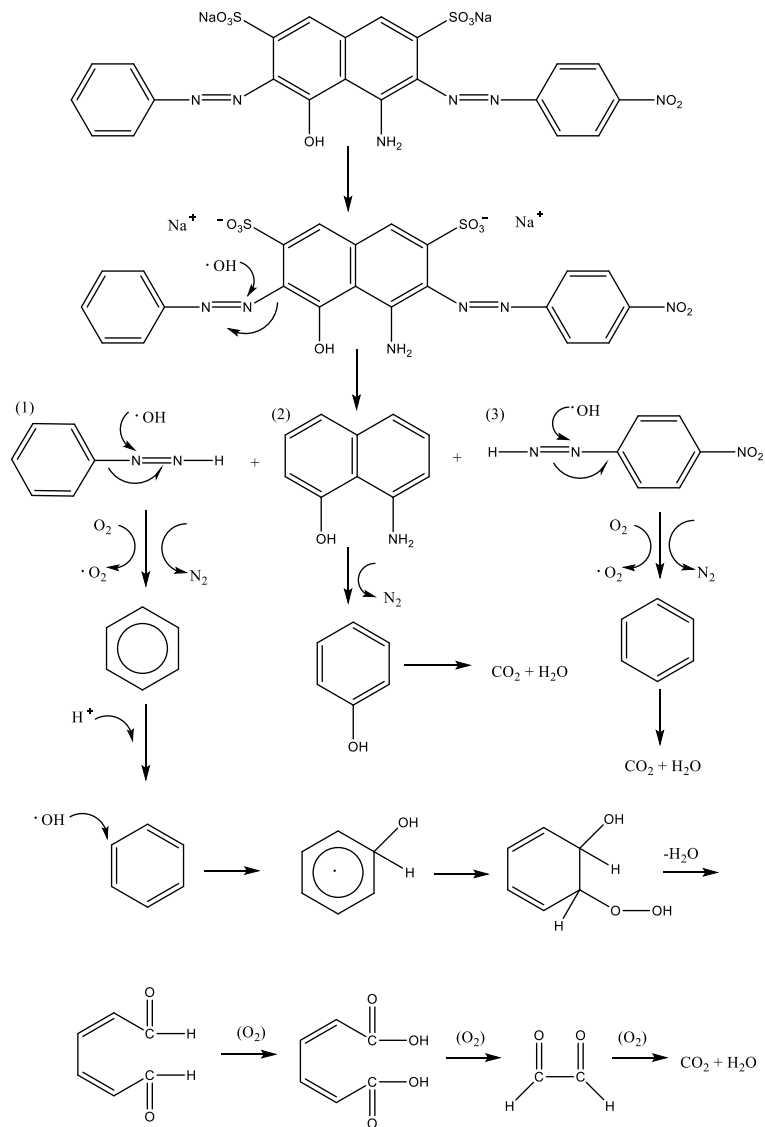
Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa aktivitas fotodegradasi *naphthol blue black* dipengaruhi oleh komposisi dopan N yang ditambahkan dalam  $\text{TiO}_2$ . Persen fotodegradasi meningkat dari 83,86% menjadi 91,34%. Hasil tersebut menunjukkan adanya penambahan dopan N pada kisi  $\text{TiO}_2$  dapat mengurangi rekombinasi elektron dari pita konduksi ke pita valensi sehingga radikal OH akan semakin banyak terbentuk (Tao *et al.*, 2019). Selain itu, nilai energi *band gap* dari  $\text{TiO}_2\text{-N}$  90:10 < (95:5) dengan demikian energi yang dibutuhkan elektron pada  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10) untuk tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi semakin kecil. sehingga pembentukan radikal hidroksil ( $\bullet\text{OH}$ ) akan semakin banyak dimana radikal OH ini yang berperan untuk proses fotodegradasi *naphthol blue black*.

Persen degradasi menurun pada komposisi 85:15 sebesar 66,72%. Hasil tersebut dapat terjadi karena energi *band gap* dari  $\text{TiO}_2\text{-N}$  85:15 terlalu kecil jika dibandingkan dengan komposisi 95:5 dan 90:10 yaitu sebesar 3,08 eV dengan panjang gelombang sebesar 402,86 nm dengan demikian  $\text{TiO}_2\text{-N}$  85:15 akan lebih

efektif bekerja pada daerah sinar tampak dibandingkan dengan sinar UV. Selain itu energi *band gap* yang terlalu kecil menyebabkan jarak antara *mid gap* dengan pita konduksi semakin rendah, sehingga radikal  $\bullet\text{OH}$  yang terbentuk akan semakin banyak dan mengalami rekombinasi antara satu dengan yang lain. Radikal  $\bullet\text{OH}$  yang bersifat tidak stabil dapat membentuk reaksi terminasi radikal  $\bullet\text{OH}$  yang menghasilkan molekul  $\text{H}_2\text{O}_2$ . dimana spesi  $\text{H}_2\text{O}_2$  ini tidak mampu untuk mendegradasi zat warna. Sebagian  $\text{H}_2\text{O}_2$  akan bereaksi dengan  $\bullet\text{OH}$  membentuk radikal  $\text{HO}_2\bullet$  seperti pada persamaan 4.1-4.2 (Zhang dan Nosaka, 2014).



Radikal  $\text{HO}_2\bullet$  adalah molekul gas yang tidak terlarut, melainkan menempel pada permukaan fotokatalis, sehingga akan menghalangi transfer energi foton. Radikal  $\text{HO}_2\bullet$  kurang reaktif dibandingkan radikal  $\bullet\text{OH}$  sehingga persen aktivitas  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam proses degradasi menjadi menurun (Permatasari, 2015). Hasil ini sesuai dengan penelitian Riyani dkk (2012) komposisi optimum  $\text{TiO}_2\text{-N}$  untuk mendegradasi limbah cair dari industri batik adalah 90:10. Dengan demikian komposisi optimum fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  yang efektif untuk mendegradasi senyawa *naphthol blue black* yaitu pada  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10). Fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dengan komposisi 90:10 inilah yang akan digunakan untuk uji aktivitas dengan variasi lama penyinaran dan uji efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ . Mekanisme reaksi fotodegradasi *naphthol blue black* ditunjukkan pada gambar 4.11.



Gambar 4. 11 Reaksi fotodegradasi *naphthol blue black* (Wardiyati dkk., 2013)

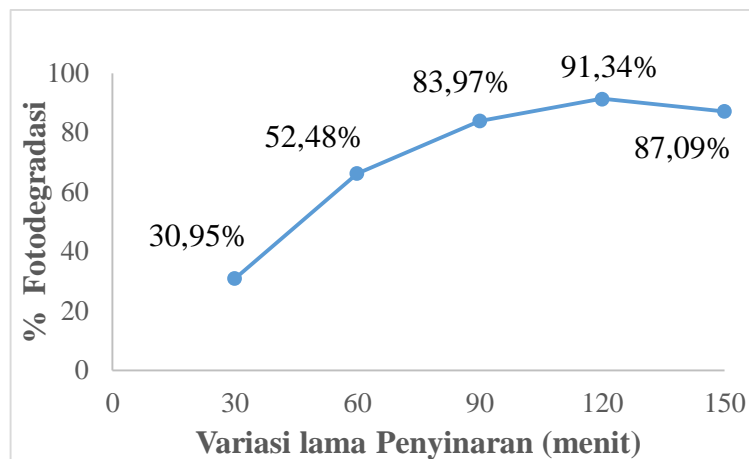
Berdasarkan gambar 4.11 radikal hidroksil ( $\cdot\text{OH}$ ) merupakan spesi yang berperan untuk mengisiasi gugus utama azo ( $\text{N}=\text{N}$ ) pada *naphthol blue black*. Tahap pertama yaitu radikal  $\cdot\text{OH}$  akan menyerang 2 ikatan azo membentuk 3 senyawa radikal berupa (1) fenoksi, (2) 8-aminonaphthalen-1-ol, dan (3) p-nitroanilin. (1) radikal fenoksi bereaksi dengan radikal  $\cdot\text{OH}$  mengalami pemutusan ikatan C-N dengan menghasilkan gas nitrogen dan diikuti dengan proses reduksi pada radikal cicin benzena menjadi senyawa aromatik benzena sederhana.

Selanjutnya senyawa aromatik benzene akan diserang oleh radikal  $\bullet\text{OH}$  membentuk hidroksi hidroperoksida yang tidak stabil lalu akan terbentuk Hexa-2,4-dienedial dengan melepaskan  $\text{H}_2\text{O}$ . Adanya  $\text{O}_2$  terlarut akan terjadi proses oksidasi membentuk hexa-2,4-dienedioic acid selanjutnya terbentuk oksaldehid. Oksaldehid akan terdegradasi menjadi senyawa yang lebih sederhana seperti  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ .

Senyawa (2) 8-aminonaphthalen-1-ol akan terdegradasi menjadi fenol dan produk akhirnya berupa  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$ . Sedangkan pada senyawa (3) p-nitroanilin radikal  $\bullet\text{OH}$  akan menyerang dan terjadi pemutusan ikatan C-N menghasilkan gas nitrogen dan senyawa aromatik benzene. Senyawa benzene ini akan diserang oleh radikal  $\bullet\text{OH}$  dan terdegradasi menjadi  $\text{CO}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  dengan mekanisme yang sama pada senyawa (1).

#### **4.3.2 Uji Aktivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ Pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Variasi Lama Penyinaran**

Pada penelitian ini digunakan variasi lama penyinaran selama 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Uji aktivitas variasi lama penyinaran ini dilakukan untuk mengetahui lama waktu yang dibutuhkan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  untuk mendegradasi *naphthol blue black* dalam jumlah yang besar. Uji aktivitas lama penyinaran dimulai dengan 10 ppm larutan *naphthol blue black* pada pH 7 ditambahkan dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10) sebanyak 50 mg. Penentuan lama penyinaran optimum dilakukan di bawah sinar UV disertai dengan pengadukan pada variasi waktu selama 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Selanjutnya diukur absorbansi tiap variasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 618 nm. Grafik hasil uji aktivitas fotodegradasi dengan variasi lama penyinaran ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 12 Hasil fotodegradasi *naphthol blue black* dengan variasi lama penyinaran

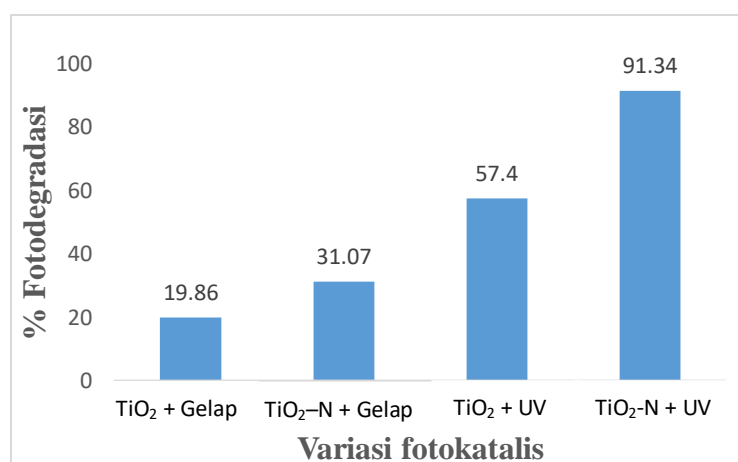
Berdasarkan hasil penelitian dapat diketahui bahwa lama penyinaran berpengaruh pada hasil persen degradasi dimana pada menit 30 hingga 120 menit mengalami peningkatan persen degradasi. Lama penyinaran optimum terjadi pada menit ke 120 dengan persen degradasi sebesar 91,34%. Lamanya waktu penyinaran ini merupakan lamanya interaksi antara fotokatalis dengan sinar UV sebagai sumber foton ( $h\nu$ ) dan larutan zat warna dalam proses fotodegradasi. Hal ini menyebabkan semakin banyak elektron yang tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga pembentukan radikal  $\bullet\text{OH}$  dan  $\bullet\text{O}_2^-$  akan semakin banyak dan dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik sehingga akan meningkatkan persen degradasi pada senyawa *naphthol blue black* menjadi senyawa yang lebih sederhana.

Turunnya persen degradasi pada menit 150 menit yaitu sebesar 87,09% dapat disebabkan karena ketika waktu fotodegradasi melebihi waktu kontak optimumnya, terjadi ketidakstabilan multilayer yang terjadi dipermukaan fotokatalis. Hal ini menyebabkan terjadinya proses desorpsi atau terjadi pelepasan kembali molekul-molekul yang telah berikatan dengan gugus aktif pada adsorben

(fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$ ). Akibatnya, konsentrasi larutannya kembali meningkat yang menyebabkan persentase degradasi menurun (Setiyawati dkk., 2020). Dengan demikian lama penyinaran optimum dalam proses fotodegradasi *naphthol blue black* adalah 120 menit. Lama penyinaran ini yang akan digunakan pada uji efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$

#### 4.3.3 Uji Efektivitas Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$ Pada Fotodegradasi *Naphthol Blue Black*

Pada penelitian ini uji efektifitas bertujuan untuk mengetahui efektifitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dalam mendegradasi senyawa *naphthol blue black*. Uji efektifitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$  dilakukan dengan 4 variasi yaitu (a) *Naphthol blue black* +  $\text{TiO}_2$  + gelap, (b) *Naphthol blue black* +  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10) + gelap, (c) *Naphthol blue black* +  $\text{TiO}_2$  + UV, dan (d) *Naphthol blue black* +  $\text{TiO}_2\text{-N}$  (90:10) + UV. Semua variasi dilakukan pada waktu optimum yaitu 120 menit yang disertai dengan pengadukan. Selanjutnya diukur absorbansi tiap variasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 618 nm. Grafik hasil uji aktivitas fotodegradasi dengan variasi lama penyinaran ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4. 13 Hasil % Fotodegradasi uji efektivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2\text{-N}$

Berdasarkan pada gambar 4.12 Hasil persen degradasi pada variasi (a) *Naphthol blue black* + TiO<sub>2</sub> + gelap dan (b) variasi *Naphthol blue black* + TiO<sub>2</sub>-N (90:10) + gelap hasil persen degradasinya rendah yaitu sebesar 19,86% dan 31,07%. Hal ini disebabkan karena pada kondisi gelap tidak ada sumber energi foton dari sinar yang dapat mengaktifkan fotokatalis TiO<sub>2</sub> sehingga tidak ada radikal •OH yang terbentuk. Selain itu terjadi penurunan konsentrasi zat warna dapat disebabkan karena fotokatalis TiO<sub>2</sub> hanya bertindak sebagai absorben sehingga zat warna dapat masuk ke dalam permukaan fotokatalis (adsorpsi) dan proses degradasinya kurang optimal (Wardhani dkk, 2016). Pada kondisi gelap ini hanya terjadi proses adsorpsi oleh partikel TiO<sub>2</sub>-N dimana TiO<sub>2</sub>-N memiliki kemampuan absorpsi yang lebih tinggi dari pada TiO<sub>2</sub>.

Pada variasi (c) *Naphthol blue black* + TiO<sub>2</sub> + UV menghasilkan persen degradasi sebesar 57,4%. Sedangkan pada variasi (d) variasi *Naphthol blue black* + TiO<sub>2</sub>-N (90:10) + UV adalah sebesar 91,34%. Hal ini disebabkan karena TiO<sub>2</sub> merupakan material semikonduktor yang memiliki pita valensi dan pita konduksi yang mana jika diberikan energi foton berupa sinar UV maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi menuju pita konduksi. Dopan N yang ditambahkan pada kisi TiO<sub>2</sub> dapat meningkatkan sisi aktif dari fotokatalis. Hal ini disebabkan karena TiO<sub>2</sub>-N memiliki energi *band gap* yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> anatas, sehingga jarak antar *middle gap* dengan pita konduksi dekat dan energi yang dibutuhkan lebih sedikit untuk menghasilkan radikal •OH dan radika superoksida •O<sub>2</sub><sup>-</sup>. •OH radikal merupakan oksidator kuat yang dapat digunakan untuk mendegradasi zat warna. Semakin banyak OH radikal yang dihasilkan, maka semakin banyak pula zat warna yang terdegradasi (Sudiana dkk, 2018). Dengan

demikian fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N (90:10) memiliki potensi sebagai material fotokatalis yang efektif dan efisien dalam proses fotodegradasi senyawa naphthol blue black pada sinar UV.

#### 4.4 Fotodegradasi *Naphthol blue black* dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dalam Perspektif Islam

Dalam penelitian ini fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan komposisi 95:5, 90:10, dan 85:15 berhasil disintesis dengan metode sonikasi. Pada hasil karakterisasi UV-Vis DRS adanya penambahan doping N pada TiO<sub>2</sub> menyebabkan turunya energi celah pita. Energi celah pita yang dihasilkan oleh TiO<sub>2</sub>-N 95:5, 90:10, dan 85:15 secara berturut-turut adalah 3,14 eV, 3,13 eV, 3,08 eV dengan serapan panjang gelombang yaitu 395,17 nm, 396,43 nm, dan 402,86 nm. Semakin tinggi komposisi dopan nitrogen yang ditambahkan pada fotokatalis TiO<sub>2</sub> maka serapan meningkat ke panjang gelombang yang lebih besar dan mendekati sinar tampak (400-800 nm).

Pada penelitian ini memanfaatkan sinar UV (200-400 nm) sebagai sumber energi foton yang dapat mengaktifkan kinerja dari fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N. Fotokatalis yang paling optimum untuk proses fotodegradasi *naphthol blue black* adalah 90:10 dengan persen degradasi sebesar 91,34% dengan panjang gelombang 396,43nm yang termasuk bagian dari sinar UV. Sinar UV termasuk bagian dari radiasi elektromagnetik sinar matahari. Sebagaimana firman Allah dalam Q.S Yunus ayat 5 yang menyebutkan bahwa Allah menciptakan matahari sebagai sumber sinar.

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسَ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ ۗ مَا

خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ ۗ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ

Artinya: “Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya dan ditetapkan-Nya manzilah-manzilah (tempat-tempat) bagi perjalanan bulan itu, supaya kamu mengetahui bilangan tahun dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan yang demikian itu melainkan dengan hak. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui” (Q.S Yunus (10): 5)

Menurut Shihab (2006) dalam ayat ini kata d'iyā' digunakan untuk menyebut sinar matahari. Dhiyā' (الضياء) adalah bentuk jamak dari dhau'un (ضوء) yang berarti pancaran yang bersumber dari sesuatu yang bersinar. Dalam tafsir Quraish Shihab ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah menjadikan matahari sebagai dhiya' (الضياء) yang artinya sinar yang tepancar dari sesuatu itu sendiri (matahari) yang sangat menyilaukan mata. Matahari termasuk benda langit yang menyala dan memancarkan sinarnya yang merupakan sumber kehidupan, sumber panas dan sumber tenaga yang dapat menggerakkan makhluk-makhluk Allah Swt yang diciptakan-Nya. Dalam tafsir Quraish shihab menyebutkan bahwa Allah tidak akan menciptakan itu semua kecuali dengan hikmah. Dialah yang menjelaskan bukti-bukti yang menunjukkan ketuhanan dan kesempurnaan kekuasaan-Nya di dalam kitab suci-Nya, agar kalian merenunginya dengan akal kalian dan memenuhi tuntutan ilmu pengetahuan (Afida, 2019)

Pada penelitian ini adanya penambahan komposisi dopan N dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> dalam proses fotodegradasi *naphthol blue black*. Peningkatan aktivitas fotodegradasi terlihat dibawah penyinaran sinar UV dengan variasi komposisi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N terbaik adalah 90:10 dengan persen fotodegradasi sebesar 91,34%, namun fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N ini memiliki batas kemampuan dalam proses fotodegradasi setelah mencapai kondisi optimumnya. Oleh sebab itu perlu ditentukan kadar atau ukuran yang tepat dari fotokatalis agar proses fotodegradasi terjadi lebih optimal. Sebagaimana firman Allah dalam Q.S

Al-furqan ayat 2. Allah telah menetapkan segala sesuatu sesuai kadar atau ukuran dengan serapi-rapinya.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ وَمَآ يَتَّخِذُ وِلْدًا وَّمَا يَكُنْ لَّهُ شَرِيكٌ فِى الْمُلْكِ وَاَخْلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيْرًا

Artinya : “yang memiliki kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”.

Menurut Fayiz bin Sayyaf As-Sariih dalam Tafsir Ash-Shaghir ayat *وَاَخْلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيْرًا* memiliki arti Dia (Allah SWT) telah menciptakan segala sesuatu, lalu menetapkan ukuran-ukurannya dengan tepat lalu menyesuaikan ukurannya sesuai dengan apa yang baik baginya tanpa adanya kecacatan dan ketidakseimbangan didalamnya. Dengan demikian dapat diartikan bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah Swt tidak ada yang sia-sia semua telah diatur dengan tepat dan sempurna sesuai ukuran atau kadarnya dengan penuh hikmah dan dapat menjamin keberlangsungan tugasnya secara teratur (sistematis). Hal ini menggambarkan secara jelas tentang kebesaran dan kekuasaan Allah Swt.

Uji aktivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dilakukan dengan variasi waktu lama penyinaran. Uji ini memanfaatkan waktu untuk mengetahui persen degradasi yang paling optimal karena hasil menunjukkan semakin lama waktu penyinaran yang digunakan semakin tinggi persentase degradasi *naphthol blue black*. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil paling optimum pada waktu 120 menit dengan persentase paling tinggi yaitu 91,34%. Oleh karena itu, pemanfaatan waktu ini digunakan untuk berbuat kebaikan dalam proses fotodegradasi *naphthol blue black*. Sebagaimana firman Allah SWT dalam Q.S Al-Ashr.

وَالْعَصْرَ إِنَّ الْإِنْسَانَ لَفِي خُسْرٍ إِلَّا الَّذِينَ ءَامَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ وَتَوَاصَوْا بِالْحَقِّ وَتَوَاصَوْا بِالصَّبْرِ

*Artinya : “Demi masa, sesungguhnya manusia itu benar-benar berada dalam kerugian, kecuali orang-orang yang beriman dan mengerjakan amal sholih dan saling menasihati suoaya menaati kebenaran dan saling menasihati supaya menetapi kebenaran”. (Q.S. Al’Ashr:1-3)*

Menurut Tafsir As-Sa’di kata ‘ashr (عصر) Artinya adalah masa atau waktu. Allah bersumpah dengan waktu, menunjukkan betapa pentingnya waktu bagi manusia agar manusia memperhatikan masa dan memanfaatkannya dengan baik. Menurut Quraish shihab (2000) pada ayat ke-3 kata dijelaskan orang yang mengerjakan amal sholih bukan termasuk orang yang merugi. Amal sholih ini mencangkup seluruh perbuatan baik yang berkaitan dengan hak-hak Allah, hak-hak hambanya dan yang dianjurkan. Dalam ayat ini Allah bersumpah dengan masa yang terjadi di dalamnya bermacam-macam kejadian dan pengalaman yang menjadi bukti atas kekuasaan Allah yang mutlak, hikmah-Nya yang tinggi dan ilmu-Nya yang sangat luas (Wardah, 2020). Oleh karena itu, waktu sangat berperan penting dalam penelitian ini. Dengan memvariasikan waktu penyinaran, kita dapat mengetahui waktu optimum dalam proses fotodegradasi *naphthol blue black* sehingga menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan.

## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Data XRD menunjukkan hasil sintesis TiO<sub>2</sub>-N memiliki fasa anatas dan adanya dopan N pada TiO<sub>2</sub> memberikan pengaruh terhadap pergeseran sudut difraksi ke nilai  $2\theta$  yang lebih besar dengan ukuran kristal TiO<sub>2</sub>-N 95:5 = 48,84 nm, 90:10 = 51,86 nm, dan 85:15 = 51,87 nm. Data spektra FTIR menunjukkan adanya dopan nitrogen memunculkan *peak* khas pada bilangan gelombang 658-704 cm<sup>-1</sup> dan 1390-1388 cm<sup>-1</sup>. Data UV-Vis DRS menunjukkan nilai energi celah pita yang dihasilkan pada TiO<sub>2</sub>-N 95:5 = 3,14 eV, 90:10 = 3,13 eV, 85:15 = 3.079 eV.
2. Komposisi TiO<sub>2</sub>-N optimum pada aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N untuk proses fotodegradasi *naphthol blue black* adalah TiO<sub>2</sub>-N 90:10.
3. Lama penyinaran optimum pada aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N untuk proses fotodegradasi *naphthol blue black* adalah 120 menit.
4. Efektivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan komposisi TiO<sub>2</sub>-N 90:10 yang disinari dengan sinar UV selama 120 menit menghasilkan persen degradasi yang lebih tinggi yaitu 91,34% dibandingkan dengan variasi yang lain.

### 5.2 Saran

1. Perlu dilakukan pengkondisian larutan *naphthol blue black* pada kestabilan pHnya menggunakan larutan buffer sebelum dilakukan fotodegradasi agar pH larutan stabil dan tidak terjadi perubahan nilai absorbansi.

2. Perlu dilakukan beberapa variasi seperti massa fotokatalis, konsentrasi dan pH larutan *naphthol blue black* yang mempengaruhi hasil fotodegradasi *naphthol blue black* pada uji aktivitas TiO<sub>2</sub>-N agar mendapatkan hasil persen fotodegradasi yang lebih optimal.
3. Perlu dilakukan analisis dengan karakterisasi SEM untuk mengetahui perubahan morfologi dan ukuran partikel pada setiap komposisi fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N
4. Perlu dilakukan analisis dengan karakterisasi XRF untuk mengetahui perubahan komponen yang terkandung dalam fotokatalis TiO<sub>2</sub> yang didoping dengan atom Nitrogen.

## DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- Ansari, S. A., Khan, M. M., Ansari, M. O., and Cho, M. H. 2016. Nitrogen-Doped Titanium Dioxide (N-Doped TiO<sub>2</sub>) for Visible Light Photocatalyst. *New Journal Chemistry*. 40(4): 3000-3009
- Apriani, I. N. A., dan Gunlazuardi, J. 2021. Sintesis dan Karakterisasi N Doped TiO<sub>2</sub> (N/TiO<sub>2</sub>) Nanotube serta Uji Aktivitas Fotokatalisis terhadap Zat Warna Rhodamin B. *Jurnal Teknologi Dan Manajemen*, 19(1): 27–32.
- Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal., dan Mahfudz, H. 2009. Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>). *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*.
- Awati, P. S., Awate, S. V., Shah, P. P., and Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue Using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications*. 4(8): 393-400
- Cheng, X., Yu, X., Xing, Z., dan Wan, J. 2012. Enhanced Photocatalytic Activity of Nitrogen Doped TiO<sub>2</sub> Anatase Nano-Particle under Simulated Sunlight Irradiation. *Energy Procedia*. 16(2012): 598-605
- Chung, K. H., Kim, B. J., Park, Y. K., Kim, S. C., and Jung, S.C. 2021. Photocatalytic Properties of Amorphous N-Doped TiO<sub>2</sub> Photocatalyst under Visible Light Irradiation. *Catalysts*. Vol 11
- Choi, J., Park, H., and Hoffmann, M. R. 2010. Combinatorial Doping of TiO<sub>2</sub> 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.
- Debnath, S., Ballav, N., Nyoni, H., Maity, A. and Pillay, K. 2015. Optimization and Mechanism Elucidation of The Catalytic Photo-Degradation of The Dyes Eosin Yellow (EY) and Naphthol Blue Black (NBB) by a Polyaniline-Coated Titanium Dioxide Nanocomposite. *Applied Catalysis B: Enviromental*. 163: 330-342.
- Divalentin, C., Finazzi, E., Pacchioni, G., Selloni, A., Livraghi, S., Paganini, M. C., and Giamello, E. 2007. N-doped TiO<sub>2</sub>: Theory and Experiment. *Chemical Physics*. 339(1–3), 44–56.
- Effendi M. dan Bilalodin. 2012. Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating, *Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng dan DIY*. Purworejo

- Ferkous, H., Merouani, S., Hamdaoui, O., Rezgui, Y. and Guemini, M. 2015. Comprehensive Experimental and Numerical Investigation of The Effect of Frequency and Acoustic Intensity on The Sonolytic Degradation of Naphthol Blue Black in Water. *Ultrasonic Sonochemistry*. 26: 30- 39.
- Ferkous, H., Hamdaoui, O. and Merouani, S. 2015. Sonochemical Degradation of Naphthol Blue Black in Water: Effect of Operating Parameters. *Ultrasonic Sonochemistry*. 26: 40-47.
- Fraditasari, R., Wardhani, Sri., dan Khunur, M. M. 2015. Degradasi *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N: Kajian Pengaruh Sinar dan Konsentrasi TiO<sub>2</sub>-N. *Kimia Student Journal*. Vol. 1 No. 1
- Gnanasekar, Venkatachalam, Subramanian., and Jiang, J.C. 2002. Direct Conversion of TiO<sub>2</sub> Sol to Nanocrystalline Anatase at 85 °C. *Journal of Materials Research*. Vol 17. No. 6 : 1507-1512
- Gunlazuardi, J., and Andayani, W. 2002. Evaluasi Deklorinasi dan Pemecahan Cincin Aromatis Selama Degradasi Pentaklorofenol secara Fotokatalisis pada Permukaan Lapisan Tipis Titanium Dioksida. *Prosiding Seminar Nasional Himpunan Kimia Indonesia*. UPI Bandung
- Gupta, K., Singh, R. P., Pandey A., and Anjana, P. 2013. Photocatalytic Antibacterial Performance of TiO<sub>2</sub> and Ag-doped TiO<sub>2</sub> Against *S. Aureus*, *P. Aeruginosa* and *E. Coli*. *Beilstein Journal of Nanotechnology*. Vol. 4. No. 1. Hal. 345-351.
- Gurkan, Y. Y., Turken, N., and Cinar, Z. 2012. Photocatalytic Degradation of Cefazolin over N-doped TiO<sub>2</sub> under UV and Sunlight Irradiation: Prediction of the Reaction Paths via Conceptual DFT. *Chemical Engineering Journal*. 184: 113-124
- Hastuti, Erna. 2011. Analisa Difraksi Sinar X TiO<sub>2</sub> dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersensitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*. Vol. 4. No. 1.
- Halkijevic, I., Bekic, D., Loncar, G., Potock, K., Gilja, G., and Carevic, D. 2019. Latest Developments in Sustainable Water Management. *Conference paper Future Trends In Civil Engineering*. University of Zagreb
- Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., and Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis. *Chemical Reviews*. 95(1): 69–96.
- Huda, A., Handoko, C. T., Bustan, M. D., Bhambang, Y., and Gulo, F. 2018. New Route in The Synthesis of Tin(II) Oxide Micro-Sheets and Its Thermal Transformation. *Mater. Lett*. Vol. 211: 293–295.
- Indriyani, Y., Sutanto, H., dan Nurhasanah, I. 2017. Analisis Sifat Optis Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub>-N untuk Fotodegradasi *Direct Blue 71*. *Jurnal Ilmiah Teknosains*. Vol. 3 No. 2
- Ilmi, D. R. 2020. Fotodegradasi Zat Warna Metil Jingga Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit yang disintesis dengan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Malang:

Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Joshi, K. M. dan Shrivastava, V. S. 2010. Removal of Hazardous Textile Dyes from Aqueous Solution by Using Commercial Activated Carbon with TiO<sub>2</sub> and ZnO as Photocatalyst. *International Journal of ChemTech Research*. 2(1): 427-435
- Kaneko, M, and Okura, I. 2002. *Photocatalysis Science and Technology*. Japan: Springer
- Karim, S., Pardoyo, P., dan Subagio, A. 2016. Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub> Terdoping Nitrogen (N-Doped TiO<sub>2</sub>) dengan Metode Sol-Gel. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*. 19(2): 63-67.
- Kesumaningrum, J., Prasetya, N. B. A., dan Suseno, A. 2011. Adsorpsi Fenol dengan TiO<sub>2</sub>/Zeolit Artificial Berbahan Dasar Sekam Padi dan Limbah Kertas. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*. 14(1): 26-31.
- Kirupavasam, E. K., and Raj, G. A. G. 2012. Photocatalytic Degradation of Amidoblack-10B Using Nanophotocatalyst. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*. 4(6):2979-2987
- Kirupavasam, E. K., and Raj, G. A. G. 2012. Photodegradation of Amido Black-10B on Nitrogen-doped Titania Nanoparticles under Visible Light Irradiation. *Asian Journal Research Chem*. 5(7): 866-870
- Krishnan, T., and Mansor, W. S. W. 2020. Photocatalytic Degradation of Dyes by TiO<sub>2</sub> Process in Batch Photoreactor. *Letters in Applied NanoBioScience*. 9(4): 1502 - 1512
- Kuo, C. Y., Jheng, H. K., and Syu, S. E. 2019. Effect of Non-metal Doping on The Photocatalytic Activity of Titanium Dioxide On The Photodegradation of Aqueous Bisphenol A. *Environmental Technology*. 42(10): 1603-1611
- Lestari, Y. D., Wardhani, S., and Khunur, M. M. 2015. Degradasi *Methylene Blue* Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit dengan Sinar Matahari. *Jurnal Student Kimia*. Vol 1. No. 1
- Li, R., Zhang, Y., Lee, C. C., Liu, L., and Huang, Y. 2011. Hydrophilic Interaction Chromatography Separation Mechanisms of Tetracyclines on Amino-Bonded Silica Column. *Journal Separation Science*. 34: 1508-16.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., and Yates, J.T. 1995. Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Rules. *Chem. Rev.* 95:735-758.
- Luo, J. and Hepel, M. 2001. Photoelectrochemical Degradation of Naphtol Blue Black Diazo Dye on WO<sub>3</sub> Film Electrode Electrochemica. *Acta*. 46: 2913-2922
- Lubis, S., Sheilatina., Praja, P. V., and Nika, S. S. 2018. Preparation and Characterization of Titania/Bentonite Composite Application on the Degradation of Naphthol Blue Black Dye. *Research Journal of Chemistry and Environment*. Vol 22 No. 2

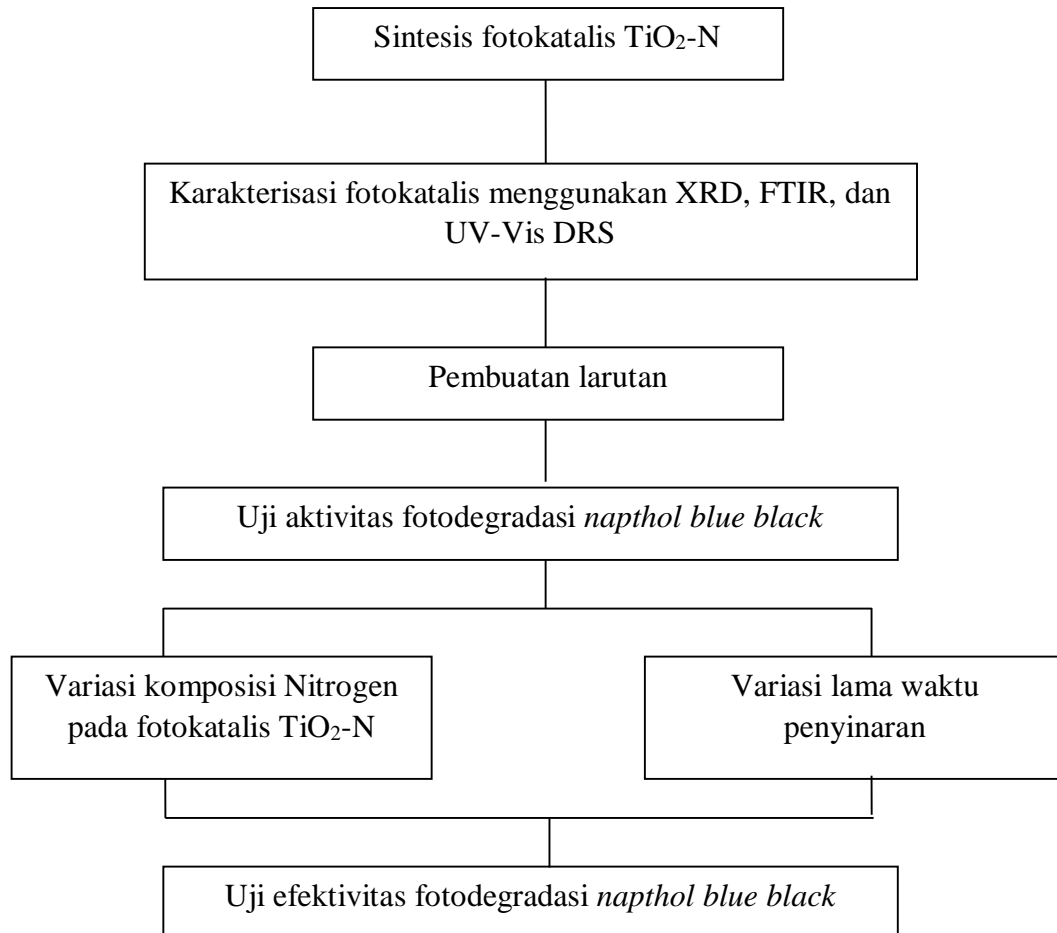
- Lukman, L. K., dan Kusumawardani, C. 2020. Optimasi Waktu dan Suhu Hidrotermal Pada Sintesis Nanotabung  $\text{TiO}_2$  Terdoping Nitrogen Untuk Aplikasi Fotokatalis. *Jurnal Sains Dasar*. 9(2): 66–72.
- Maghfiroh, L., Ulfin I., dan Juwono, H. 2016. Pengaruh pH terhadap Penurunan Zat Warna *Remazol Yellow* FG oleh Adsorben Selulosa Bakterial Nata De Coco. *Jurnal Sains Dan Seni ITS*. Vol. 5 No. 2. Hal 2337-3520
- Mandzy, N., Grulke, E., and Druffel, T. 2005. Breakage of  $\text{TiO}_2$  Agglomerates in Electrostatically Stabilized Aqueous Dispersions. *Journal Powder Technology*.160(2): 121–126
- Masruroh., Manggara, A. B., Papilaka, T., Triandi, R. 2013. Penentuan Ukuran Kristal (Crystallite Size) Lapisan Tipis Pzt Dengan Metode XRD Melalui Pendekatan Persamaan Debye Scherrer. *Erudio Journal Of Educational Innovation*. Vol 1 No. 2
- Natarajan, T. S., Mozhiarasi, V., Tayade, R.J. 2021. Nitrogen Doped Titanium Dioxide (N- $\text{TiO}_2$ ): Synopsis of Synthesis Methodologies, Doping Mechanisms, Property Evaluation and Visible Light Photocatalytic Applications. *Photochem*. Vol 1
- Ningsih, S. K. W., 2016. *Sintesis Anorganik. Karya Ilmiah, Teori, dan Terapan*. Universitas Negeri Padang: UNP Press Padang
- Nolan, N. T., Synnott, D. W., Seery, M. K., Hinder, S. J., Wessenhiven, A. V., dn Pillai, S. C. 2012. Effect of N-doping on The Photocatalytic Activity of Sol–Gel  $\text{TiO}_2$ . *Journal of Hazardous Materials*. 211-212: 88-94
- Nurillahi, R., Halimah, D. N., Apriliani, D. G., dan Fatimah, I. 2018. Pengolahan Limbah Batik Cair Menggunakan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -Abu Vulkanik Desa Wukirsari Yogyakarta. *Khazanah: Jurnal Mahasiswa*. 10(2): 1–8.
- Palupi, E. 2006. Degradasi *Methylene Blue* dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film  $\text{TiO}_2$ . *Skripsi*. Bogor: Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, IPB.
- Permatasari, S., Wardhani, S., dan Darjito. 2015. Studi Pengaruh Penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  terhadap Degradasi *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis  $\text{TiO}_2$ -N. *Jurnal Ilmu Kimia*. Vol 1 No. 1
- Qamar, M., Saquib, M., and Muneer., M. 2005. Photocatalytic Degradation of Two Selected Dye Derivatives, Chromotrope 2B and Amido Black 10B in Aqueous Suspensions of Titanium Dioxide. *Dyes and Pigments*. Vol 65.
- Qian, J., Cui, G., Jing, m., Wang Y., Zhang, Min., and Yang, J. 2012. Hydrothermal Synthesis of Nitrogen-Doped Titanium Dioxide and Evaluation of Its Visible Light Photocatalytic Activity. *International Journal of Photoenergy*. Vol 12 no 1
- Qodri, A. A. 2011. Fotodegradasi Zat Warna *Remazol Yellow* dengan Fotokatalis Komposit  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ . *Skripsi*. Surakarta: FMIPA Universitas Negeri Surakarta
- Rahmawati, A. F. I. 2020. Pengaruh Komposisi  $\text{TiO}_2$ -N dan pH pada Degradasi Zat

Warna *Methyl Orange* Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit. *Skripsi*. Malang : Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

- Ratnawati, Gunlazuardi, J., dan Slamet. 2015. Development of titania nanotube arrays: The roles of water content and annealing atmosphere. *Materials Chemistry* Vol 160. Hal 111-118
- Rane, K. S., Mhalsiker, R., Yin, S., Sato, T., Cho, K., Dunbar, E., and Biswas, P., 2006. Visible Light-Sensitive Yellow TiO<sub>2</sub>-xNx dan Fe-N Co-Doped TiO<sub>2</sub>-<sub>y</sub>Fe<sub>y</sub>O<sub>2</sub>-xNx Anatas Photocatalyst. *Journal Solid State Chem.* 179: 3033-3044.
- Rismiarti, Z., Yuniati, Y., dan Alfanaar, R. 2016. Penerapan Metode Sonikasi terhadap Adsorpsi Fe(III) pada Zeolit Alam Teraktivasi. *ALCHEMY: Journal of Chemistry.* 5(2): 63-68.
- Riyani, K., Setyaningtyas, T., dan Dwiasih, D. W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. *Jurnal Kimia VALENSI.* 2(5).
- Rojabiyah, M. N. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Tinanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Terdoping Vanadium (III) 0,3% Variasi Temperatur Kalsinasi Menggunakan Metode Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Sanins dan Teknologi Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Safni., Maizatrisna., Zulfarman., dan Sakai, T. 2007. Degradasi Zat Warna *Naphtol Blue Black* secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub>-Anatas. *J. Ris. Kim.* Vol. 1 No.1
- Safni., Sari, F., Maizatrisna., dan Zulfarman. 2007. Degradasi Zat Warna *Methanil Yellow* Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO<sub>2</sub> *Anatase*. *Jurnal Sains Materi Indonesia.* Vol 1. No. 1
- Salim, A., dan Sudaryanto. 2016. Penambahan N Pada TiO<sub>2</sub> dan Pengaruhnya pada Energi *Band Gap* TiO<sub>2</sub> sebagai Bahan Pengolah Limbah. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi dan Aplikasi Reaktor Nuklir.* 31: 59-64.
- Samsudin, E. M., Goh, S. N., Wu, T.Y., Ling, T. T., Hamid, S. B. A., and Juan, J. C. 2015. Evaluation on The Photocatalytic Degradation Activity of Reactive Blue 4 using Pure Anatase Nano-TiO<sub>2</sub>. *Sains Malaysiana.* 44(7): 1011–1019
- Setiyawati, D., Simpen., I, Dan Ratnayani, O. 2020. Fotodegradasi Zat Warna Limbah Cair Industri Pencelupan Dengan Katalis Zeolit Alam/TiO<sub>2</sub> Dan Sinar UV. *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal Of Applied Chemistry)* Vol 8. No 1.
- Shihab, M. Q. 2000. Tafsir Al-Mishbah Vol. 5. Jakarta: Lentera Hati
- Shihab, M. Q. (2006). Tafsir Al-Misbah: Kesan, Pesan dan Keserasian AlQur'an Volume 15. Jakarta: Lentera Hati.
- Srinivasan, C., and Somasundaram, N. 2003. Bactericidal and Detoxification Effects of Irradiated Semiconductor Catalyst, TiO<sub>2</sub>. *Current Science.* 85(10): 1431–1438.

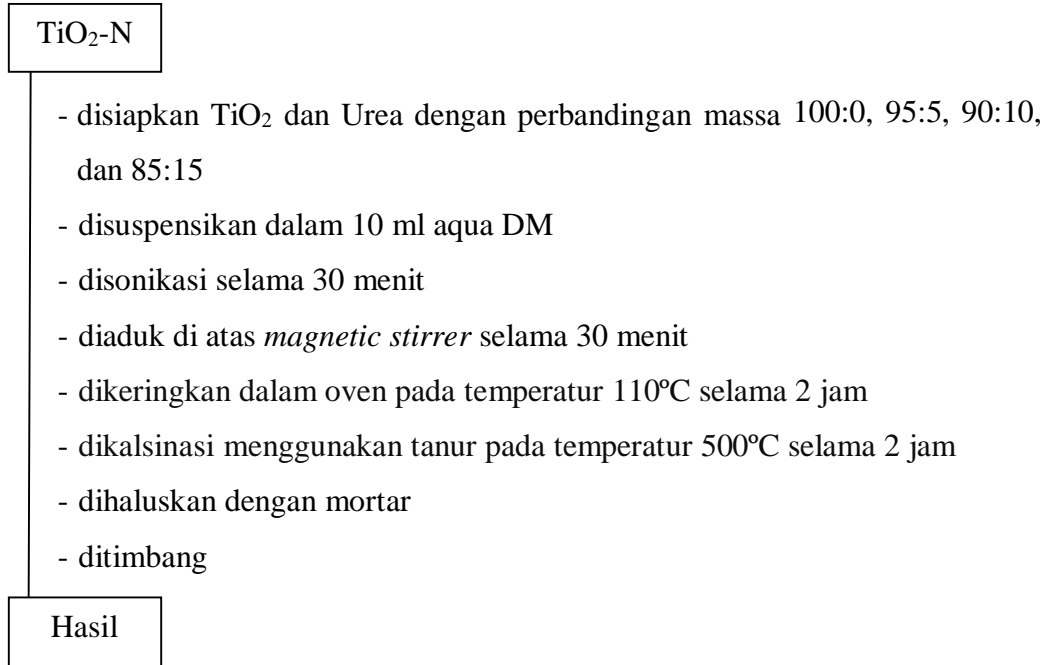
- Sudiana, I. K., Sastrawidana, I. D. K., & Sukarta, I. N. (2018). Decolorization study of remazol black B textile dye using local fungi of *Ganoderma* sp. and their ligninolytic enzymes. *Journal of Environmental Science and Technology*, 11(1).
- Suprihatin, I. E., Murdani, N. D. dan Suarsa, I W. 2021. Bentonit-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai Fotokatalis dalam Proses Fotodegradasi *Naphthol Blue Black* dengan Iradiasi UV. *Jurnal Kimia*. 15(1).
- Suprihatin, H. 2014. Kandungan Organik Limbah Cair Industri Batik Jetis Sidoarjo dan Alternatif Pengolahannya. *Tugas Akhir*. Surabaya: Institut Teknologi Pembangunan.
- Suslick, K. S. and Price, G. J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science*. 29(1): 295-326
- Tao, X., Mo, W., and Tong, W. 2019. Effects of N Doping on the Microstructures and Optical Properties of TiO<sub>2</sub>. *Journal of Wuhan*. Vol 34. No. 1
- Viswanathan, B., and Krishanmurthy, K. R. 2012. Nitrogen Incorporation in TiO<sub>2</sub>: Does It Make a Visible Light Photo-Active Material. *International Journal of Photoenergy*. 1-10.
- Wang, X., Li, Z., Jia, L., and Xing, X. 2018. Synthesis and Characterization of The Nano-TiO<sub>2</sub> Visible Light Photocatalysts: Vanadium Surface Doping Modification. *Journal of the Korean Physical Society*. 72(10): 1214-1220.
- Wardah, Luluul. 2018. Konsep Waktu dalam Al-Qur'an (Studi Tafsir Tematik). Skripsi. Ponorogo: Institut Agama Islam Negeri Ponorogo.
- Wardhani, S., Bahari, A., dan Khunur, M. M. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit-Kitosan pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembangan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). *Journal of Enviromental Engineering & Substainable Technology*. Vol 3. No 2
- Wardiyati, S., Fisli, A., dan Yusuf, S. 2014. Sintesis Nanokatalis TiO<sub>2</sub> Anatas dalam Larutan Elektrolit dengan Metode Sol Gel. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 15(3): 153–157.
- Wardiyati, S., Hasanah, S., dan Fisli, A. 2013. Dekolorasi Limbah Industri Batik Menggunakan Proses Foton dan Foto Feton. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol 14. No, 2
- Wildan, A., Setyopuspito, A., dan Anggraeny, E. N. 2017. Pengolahan Limbah Batik dengan Metode Fotokatalitik di Desa Gemawang Kabupaten Semarang. *Abdimas Unwahas*. 2(2): 45–49.
- Yang, G., Jiang, Z., Shi, H., Xiao, T., & Yan, Z. 2010. Preparation of Highly Visible-Light Active N-doped TiO<sub>2</sub> Photocatalyst. *Journal of Materials Chemistry*. 20(25): 5301–5309
- Zaleska, A. 2008. Doped-TiO<sub>2</sub>: A Review, Recent Patents on Engineering, *Bentham Science Publishers Ltd*. 2. 157-164

- Zhang, H., Sun, L., and Qinhua, S. 2015. Photocatalytic Degradation Of Methyl Orange Over Nitrogen-Doped TiO<sub>2</sub> Prepared By Ultrasonic Method. *International Power, Electronics And Materials Engineering Conference*. Atlantis Press.
- Zhang, J. and Nosaka, Y., 2014. Mechanism of The OH Radical Generation in Photocatalysis with TiO<sub>2</sub> of Different Crystalline Types. *The Journal of Physical Chemistry C*, Vol. 118. No. 20.10824-10832.
- Zilfa., Rahmayeni., Arifin, B., Sisca, V., dan Putri, E.S. 2021. Photolysis of Naphthol Blue Black from Kubang Weaving Waste Using TiO<sub>2</sub>/Zeolite as a Catalyst. *RASAYAN J. Chem.* vol 12 No. 2
- Zsolt, P. 2011. Synthesis, Morpho-structural Characterization and Enveronmental Aplication of Titania Photocatalysts Obtained by Rapid Crystallization. *Ph.D Thesis*. University of Szeged, Babes-Bolyai University. Szaged, Hungary, Cluj-Napoca, Romania.

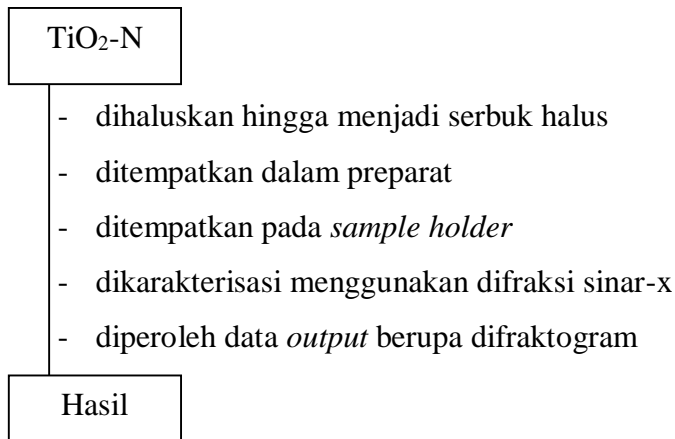
**LAMPIRAN****Lampiran 1. Rancangan Penelitian**

## Lampiran 2. Diagram Alir

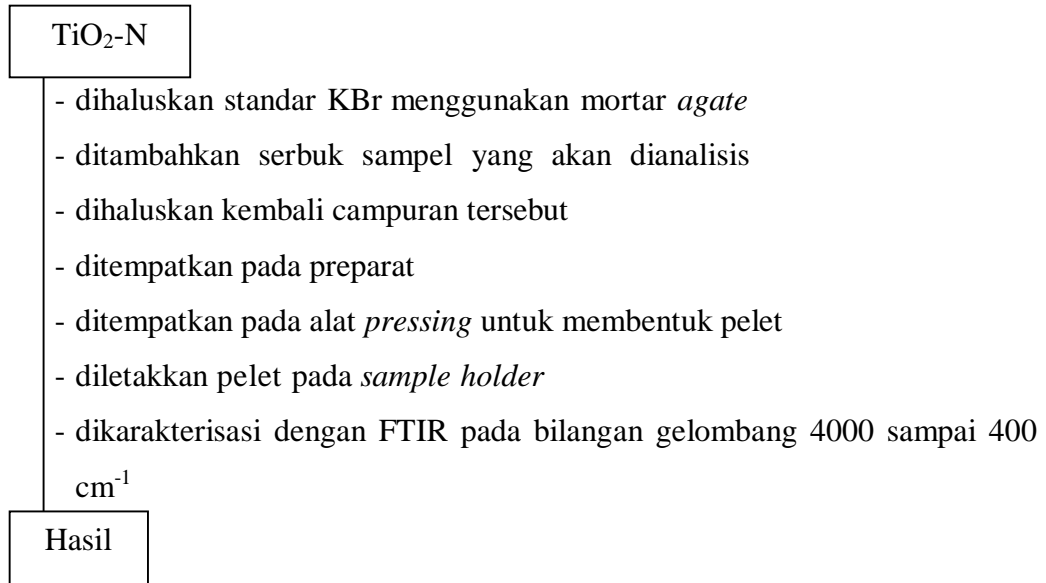
### 1. Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan Metode Sonikasi



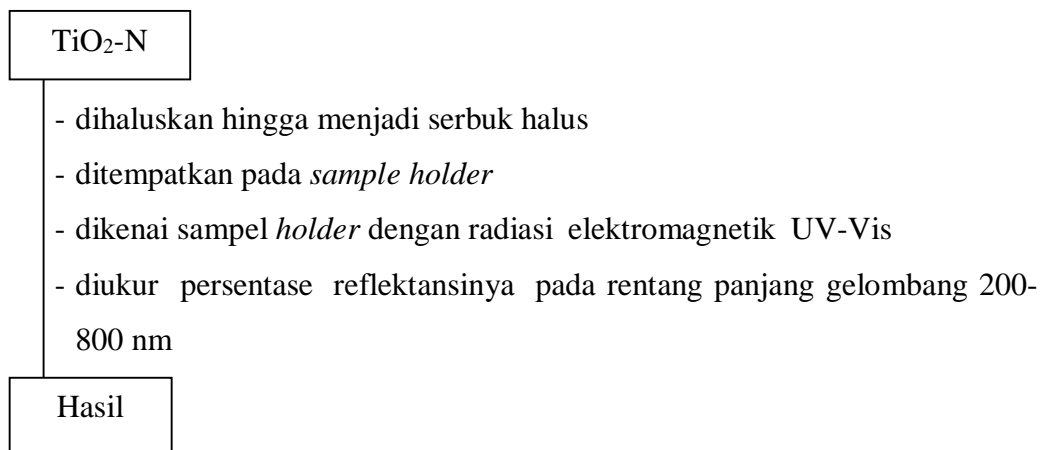
### 2. Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan X-Ray Diffraction (XRD)



### 3. Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan FTIR



### 4. Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan UV-Vis DRS



## 5. Pembuatan larutan induk *Naphtol Blue Black* 100 ppm

*Naphtol Blue Black*

- ditimbang sebanyak 10 mg
- dilarutkan dengan aquades hingga tanda batas dalam labu ukur 100 mL
- dikocok dan dihomogenkan
- diperoleh larutan induk *naphtol blue black* 100 ppm

Hasil

## 6. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum *Naphtol Blue Black*

Larutan Induk *Naphtol Blue Black* 100 ppm

- dipipet sebanyak 10 mL
- dilarutkan dalam akuades sampai tepat pada tanda batas labu ukur 100 mL.
- dikocok hingga homogen dan diperoleh larutan *naphtol blue black* 10 ppm.
- ditentukan panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang gelombang UV- Vis mulai 400-800 nm
- dilihat absorbansi terbesar

Hasil

## 7. Uji Kestabilan pH *Naphtol Blue Black*

*Naphtol Blue Black* 10 ppm

- dipipet sebanyak 15 ml dan dimasukkan dalam beaker glass 50 ml.
- Larutan dikondisikan pada pH 1-14 diukur
- pH larutan menggunakan pH meter
- ditandabatkan dengan aquades hingga 25ml.
- ditentukan panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang gelombang UV- Vis mulai 400-800 nm

Hasil

## 8. Pembuatan Kurva Standar *Naphtol Blue Black*

Larutan Induk *Naphtol Blue Black* 100 ppm

- dimasukkan dalam 6 buah labu ukur 100 mL
- dilarutkan dalam akuades hingga tanda batas
- dikocok dan dihomogenkan
- diperoleh larutan *naphtol blue black* dengan variasi konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm
- diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimumnya.

Hasil

## 9. Pembuatan larutan sampel *Naphtol Blue Black* 10 ppm

Larutan *Naphtol Blue Black* 100 ppm

- dipipet sebanyak 50 mL
- dilarutkan dengan aquades hingga tanda batas dalam labu ukur 500 mL
- dikocok dan dihomogenkan
- diperoleh larutan induk *naphtol blue black* 10 ppm

Hasil

## 10. Fotodegradasi *Naphthol blue black* Menggunakan Variasi Komposisi N pada Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N

Larutan *Naphthol blue black* 10 ppm

- dimasukkan dalam 4 *beaker glass* 100 mL sebanyak 25 mL
- ditambahkan 50 mg fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi komposisi TiO<sub>2</sub>:N 100:0, 95:5, 90:10, 85:15
- dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari dengan sinar UV selama 120 menit
- disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 2000 rpm
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap seluruh *beaker glass*
- dilakukan secara triplo

Hasil

## 11. Fotodegradasi *Naphthol blue black* Menggunakan Variasi Lama waktu penyinaran

Larutan *Naphthol blue black* 10 ppm

- dimasukkan dalam *beaker glass* 100 mL sebanyak 25 mL
- ditambahkan dengan 50 mg fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi terbaik
- dimasukkan dalam fotoreaktor dan disinari dengan sinar UV pada variasi waktu 0, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit
- disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 2000 rpm
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap seluruh *beaker glass*
- dilakukan secara triplo

Hasil

## 12. Uji Efektivitas Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N untuk Fotodegradasi *Naphthol blue black*

Larutan *Naphthol blue black* 10 ppm

- dimasukkan dalam 4 *beaker glass* 100 mL sebanyak 25 mL
- dilakukan fotodegradasi dalam kondisi berikut ini
  - a. *Naphthol blue black* 10 ppm + *Naphthol blue black* 10 ppm + 50 mg TiO<sub>2</sub> 50 mg dalam kondisi gelap
  - b. *Naphthol blue black* 10 ppm + *Naphthol blue black* 10 ppm + 50 mg TiO<sub>2</sub> 50 mg dalam kondisi gelap
  - c. *Naphthol blue black* 10 ppm + 50 mg TiO<sub>2</sub> + Penyinaran dengan sinar UV pada waktu optimum
  - d. *Naphthol blue black* 10 ppm + 50 mg TiO<sub>2</sub>-N dengan variasi terbaik + Penyinaran dengan sinar UV pada waktu optimum
- disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 2000 rpm
- diukur absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum terhadap seluruh *beaker glass*
- dilakukan secara triplo

Hasil

### Lampiran 3. Perhitungan

#### 1. Perhitungan Massa TiO<sub>2</sub> dan Urea yang digunakan

Diketahui: Mr TiO<sub>2</sub> = 79,865 g/mol

Mr CH<sub>2</sub>(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> = 60,056 g/mol

Target sintesis TiO<sub>2</sub>-N = 5 gram

Ditanya: Massa TiO<sub>2</sub> dan CH<sub>2</sub>(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> dengan perbandingan 95:5, 90:10, dan 85:15 ?

Jawab:

**a. TiO<sub>2</sub>/N (95:5)**

$$\begin{aligned}\text{Mr TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} &= 47,867 \text{ g/mol} + 1,95 (15,999 \text{ g/mol}) + 0,05 (14,007 \\ &\text{g/mol}) \\ &= 47,867 \text{ g/mol} + 31,198 + 0,7 \text{ g/mol} \\ &= 79,765 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} &= \frac{\text{g sintesis}}{\text{Mr TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05}} \\ &= \frac{5 \text{ g}}{79,765 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0627 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} \times 95\% \\ &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,95 \\ &= 0,0596 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\ &= 0,0596 \times 79,865 \text{ g/mol} \\ &= 4,760 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol Urea} &= \text{Mol TiO}_{1,95}\text{N}_{0,05} \times 5\% \\ &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,05 \\ &= 0,0031 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Urea} &= \text{mol} \times \text{Mr CH}_2(\text{NH}_2)_2 \\ &= 0,0031 \text{ mol} \times 60,056 \text{ g/mol} \\ &= 0,1862 \text{ gram}\end{aligned}$$

**b. TiO<sub>2</sub>/N (90:10)**

$$\begin{aligned}\text{Mr TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} &= 47,867 \text{ g/mol} + 1,9 (15,999 \text{ g/mol}) + 0,1 (14,007 \\ &\text{g/mol}) \\ &= 47,867 \text{ g/mol} + 30,398 \text{ g/mol} + 1,401 \text{ g/mol} \\ &= 79,666 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} &= \frac{\text{g sintesis}}{\text{Mr TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1}} \\ &= \frac{5 \text{ g}}{79,666 \text{ g/mol}} \\ &= 0,0627 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} \times 90\% \\ &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,90\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 0,0564 \text{ mol} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\
 &= 0,0564 \times 79,865 \text{ g/mol} \\
 &= 4,504 \text{ gram} \\
 \text{Mol Urea} &= \text{Mol TiO}_{1,9}\text{N}_{0,1} \times 10\% \\
 &= 0,0627 \text{ mol} \times 0,1 \\
 &= 0,00627 \text{ mol} \\
 \text{Massa Urea} &= \text{mol} \times \text{Mr CH}_2(\text{NH}_2)_2 \\
 &= 0,00627 \text{ mol} \times 60,056 \text{ g/mol} = 0,3765 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

**c. TiO<sub>2</sub>/N (85:15)**

$$\begin{aligned}
 \text{Mr TiO}_{1,85}\text{N}_{0,15} &= 47,867 \text{ g/mol} + 1,85 (15,999 \text{ g/mol}) + 0,15 (14,007 \\
 &\text{g/mol}) \\
 &= 47,867 \text{ g/mol} + 29,598 \text{ g/mol} + 2,101 \text{ g/mol} \\
 &= 79,566 \text{ g/mol} \\
 \text{Mol TiO}_{1,85}\text{N}_{0,15} &= \frac{\text{g sintesis}}{\text{Mr TiO}_{1,85}\text{N}_{0,15}} \\
 &= \frac{5 \text{ g}}{79,566 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,0628 \text{ mol} \\
 \text{Mol TiO}_2 &= \text{Mol TiO}_{1,85}\text{N}_{0,15} \times 85\% \\
 &= 0,0628 \text{ mol} \times 0,85 \\
 &= 0,0534 \text{ mol} \\
 \text{Massa TiO}_2 &= \text{Mol} \times \text{Mr TiO}_2 \\
 &= 0,0534 \times 79,865 \text{ g/mol} \\
 &= 4,265 \text{ gram} \\
 \text{Mol Urea} &= \text{Mol TiO}_{1,85}\text{N}_{0,15} \times 15\% \\
 &= 0,0628 \text{ mol} \times 0,15 = 0,0094 \text{ mol} \\
 \text{Massa Urea} &= \text{mol} \times \text{Mr CH}_2(\text{NH}_2)_2 \\
 &= 0,0094 \text{ mol} \times 60,056 \text{ g/mol} \\
 &= 0,5645 \text{ gram}
 \end{aligned}$$



- Larutan *Naphthol Blue Black* konsentrasi 6 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 6 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 6 \text{ mL}$$

- Larutan *Naphthol Blue Black* konsentrasi 8 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 8 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 8 \text{ mL}$$

- Larutan *Naphthol Blue Black* konsentrasi 10 ppm

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

#### 4. Pembuatan Larutan *Naphthol Blue Black* 10 ppm

Diketahui :  $V_2 = 100 \text{ mL}$

$$M_1 = 100 \text{ ppm}$$

$$M_2 = 10 \text{ ppm}$$

Ditanya:  $V_1$ ?

Jawab:

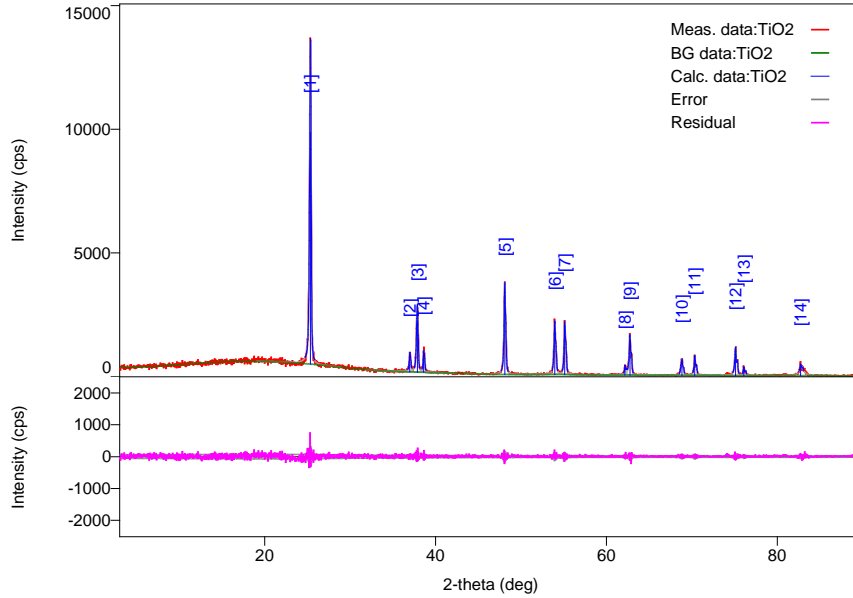
$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 100 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

## Lampiran 4 Hasil Karakterisasi dengan XRD

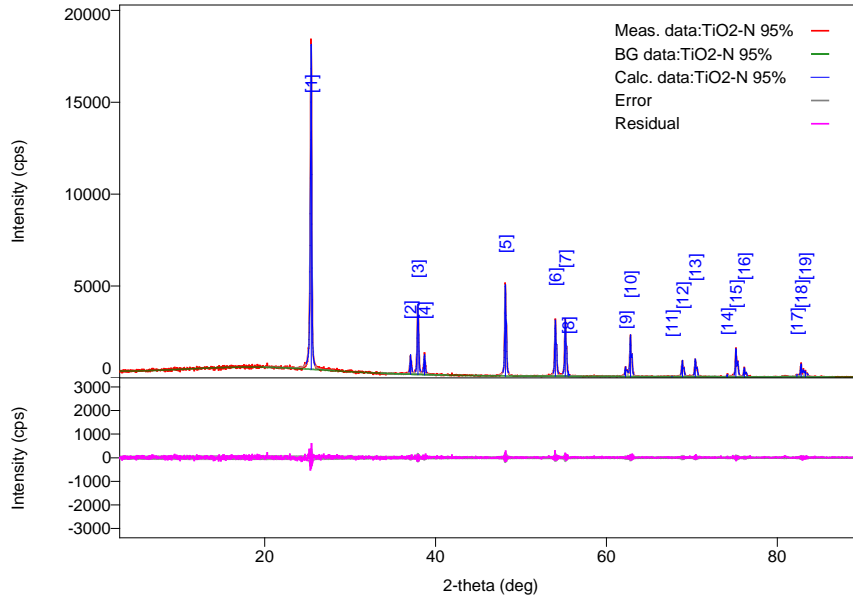
### 1. TiO<sub>2</sub> Anatas



*Peak List*

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	25.342(6)	3.5117(8)	9380(280)	0.197(4)	2439(25)	0.260(10)	1.8(2)
2	36.982(15)	2.4287(10)	628(72)	0.15(2)	146(6)	0.23(4)	1.3(6)
3	37.852(8)	2.3749(5)	2081(132)	0.182(9)	524(9)	0.25(2)	2.0(4)
4	38.600(14)	2.3306(8)	748(79)	0.144(18)	159(6)	0.21(3)	0.9(4)
5	48.086(4)	1.89065(17)	3202(163)	0.158(6)	741(8)	0.232(14)	1.5(2)
6	53.939(7)	1.6985(2)	1825(123)	0.180(8)	470(7)	0.26(2)	1.6(3)
7	55.106(6)	1.66526(16)	1928(127)	0.162(7)	445(7)	0.231(19)	1.17(19)
8	62.156(7)	1.49223(16)	302(50)	0.129(16)	63(5)	0.21(5)	0.94(19)
9	62.732(6)	1.47992(14)	1450(110)	0.162(9)	380(8)	0.26(3)	0.94(19)
10	68.833(15)	1.3629(3)	547(67)	0.234(15)	158(6)	0.29(5)	2.9(11)
11	70.312(7)	1.33778(11)	749(79)	0.151(10)	182(4)	0.24(3)	0.70(15)
12	75.111(10)	1.26376(15)	1051(94)	0.178(12)	290(7)	0.28(3)	2.1(7)
13	76.069(17)	1.2502(2)	340(53)	0.153(16)	76(4)	0.22(5)	1.2(7)
14	82.703(17)	1.1659(2)	411(59)	0.26(3)	224(8)	0.54(10)	0.8(3)

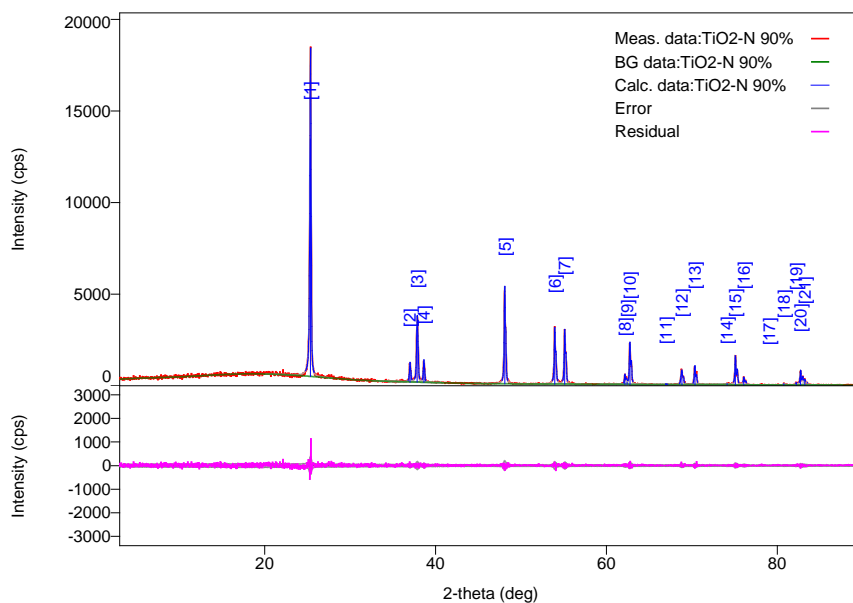
## 2. TiO<sub>2</sub>-N (95:5)



Peak List

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I(cps deg)	Int. W (deg)	Asym. factor
1	25.426(4)	3.5002(6)	12932(328)	0.167(3)	2900(23)	0.224(7)	2.1(2)
2	37.060(6)	2.4239(4)	897(86)	0.112(11)	168(6)	0.19(2)	1.7(3)
3	37.917(5)	2.3710(3)	3116(161)	0.144(5)	597(8)	0.192(13)	1.6(2)
4	38.689(11)	2.3254(6)	883(86)	0.151(13)	182(6)	0.21(3)	1.7(6)
5	48.150(3)	1.88830(12)	4543(195)	0.134(4)	847(9)	0.186(10)	1.26(14)
6	54.014(5)	1.69631(16)	2762(152)	0.145(6)	557(9)	0.202(14)	1.5(3)
7	55.173(4)	1.66339(11)	2869(155)	0.134(4)	524(9)	0.183(13)	0.97(14)
8	55.502(6)	1.65431(18)	144(35)	0.056(19)	11(4)	0.08(5)	0.97(14)
9	62.227(7)	1.49071(14)	475(63)	0.140(11)	97(4)	0.20(4)	1.3(2)
10	62.801(5)	1.47845(11)	2140(134)	0.132(5)	415(7)	0.194(15)	1.3(2)
11	67.65(6)	1.3838(11)	32(16)	0.10(6)	4(2)	0.11(13)	0.6(16)
12	68.888(7)	1.36191(11)	843(84)	0.147(9)	175(5)	0.21(3)	2.6(7)
13	70.391(9)	1.33647(15)	936(88)	0.148(8)	193(5)	0.21(2)	0.9(3)
14	74.144(19)	1.2778(3)	128(33)	0.10(3)	23(3)	0.18(7)	0.9(8)
15	75.140(7)	1.26334(10)	1477(111)	0.147(6)	308(6)	0.21(2)	0.77(17)
16	76.127(16)	1.2494(2)	480(63)	0.139(15)	94(5)	0.20(4)	1.1(5)
17	82.283(13)	1.17081(16)	124(32)	0.15(2)	23(4)	0.19(8)	1.6(5)
18	82.780(10)	1.16503(12)	677(75)	0.155(10)	135(6)	0.20(3)	1.6(5)
19	83.263(12)	1.15950(14)	300(50)	0.169(17)	65(5)	0.22(5)	1.6(5)

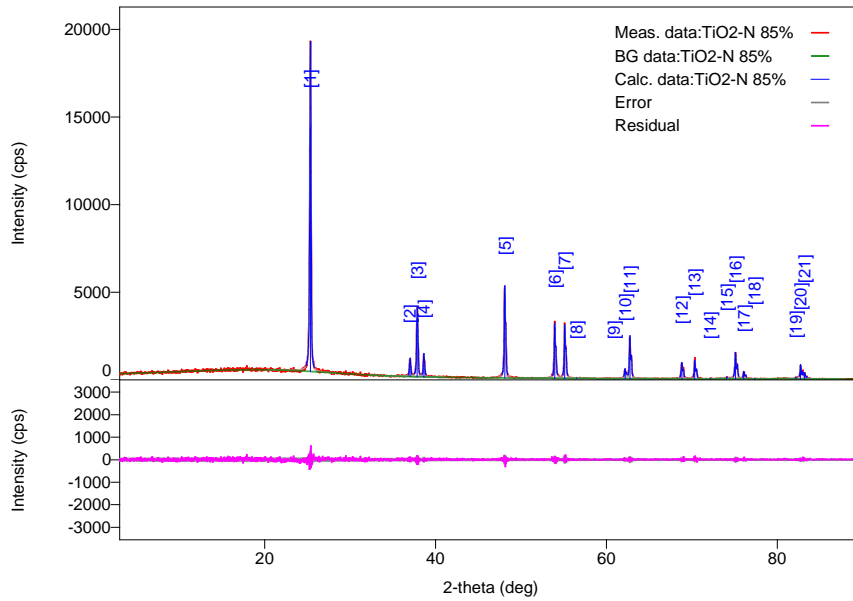
### 3. TiO<sub>2</sub>-N (90:10)



Peak List

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I (cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	25.356(4)	3.5098(5)	12976(329)	0.157(3)	2757(21)	0.212(7)	2.1(2)
2	37.001(11)	2.4275(7)	855(84)	0.136(13)	157(6)	0.18(3)	1.8(7)
3	37.845(5)	2.3754(3)	2988(158)	0.149(6)	611(8)	0.205(14)	1.5(2)
4	38.628(7)	2.3290(4)	1030(93)	0.131(9)	183(5)	0.18(2)	2.1(6)
5	48.082(4)	1.89082(15)	4868(201)	0.125(4)	871(11)	0.179(10)	1.4(2)
6	53.938(5)	1.69854(15)	2832(154)	0.130(5)	559(8)	0.197(14)	1.2(3)
7	55.109(5)	1.66517(13)	2812(153)	0.135(5)	533(8)	0.189(13)	1.2(2)
8	62.151(6)	1.49234(12)	522(66)	0.119(9)	90(4)	0.17(3)	1.3(2)
9	62.416(12)	1.4866(3)	111(30)	0.08(3)	13(5)	0.11(8)	1.3(2)
10	62.734(5)	1.47987(11)	2214(136)	0.128(5)	410(8)	0.185(15)	1.3(2)
11	66.955(4)	1.39645(7)	54(21)	0.03(2)	1.9(15)	0.03(4)	5(88)
12	68.807(11)	1.36331(19)	750(79)	0.176(12)	180(6)	0.24(3)	2.1(7)
13	70.338(9)	1.33734(15)	990(91)	0.144(8)	200(5)	0.20(2)	1.3(4)
14	74.10(4)	1.2785(6)	71(24)	0.18(5)	18(3)	0.25(12)	1.3(17)
15	75.077(5)	1.26424(7)	1528(113)	0.134(6)	309(5)	0.202(18)	0.75(14)
16	76.061(12)	1.25031(17)	392(57)	0.141(17)	84(4)	0.22(4)	0.8(3)
17	79.05(4)	1.2103(5)	14(11)	0.15(14)	3.0(18)	0.2(3)	2(10)
18	80.763(10)	1.18896(13)	82(26)	0.12(3)	12(2)	0.15(7)	0.5(8)
19	82.200(11)	1.17178(13)	119(32)	0.11(2)	19(3)	0.16(7)	1.3(4)
20	82.719(9)	1.16573(10)	770(80)	0.145(10)	162(6)	0.21(3)	1.3(4)
21	83.194(13)	1.16028(14)	279(48)	0.19(2)	78(6)	0.28(7)	1.3(4)

#### 4. TiO<sub>2</sub>-N (85:15)



Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	25.344(4)	3.5114(5)	13958(341)	0.157(3)	2927(23)	0.210(7)	1.7(2)
2	37.009(10)	2.4271(7)	830(83)	0.146(12)	157(6)	0.19(3)	2.0(7)
3	37.839(4)	2.3757(2)	3319(166)	0.134(5)	619(7)	0.186(12)	1.26(17)
4	38.615(7)	2.3297(4)	1125(97)	0.126(9)	209(5)	0.19(2)	1.5(5)
5	48.081(4)	1.89086(13)	4821(200)	0.127(4)	868(11)	0.180(10)	1.14(15)
6	53.937(5)	1.69855(16)	2912(156)	0.129(5)	548(9)	0.188(13)	1.3(3)
7	55.112(4)	1.66509(12)	2888(155)	0.128(4)	534(7)	0.185(12)	1.3(2)
8	56.51(3)	1.6271(8)	36(17)	0.12(6)	5(3)	0.12(14)	2(5)
9	60.85(5)	1.5212(11)	16(12)	0.14(11)	3(2)	0.2(2)	1(2)
10	62.166(12)	1.4920(3)	509(65)	0.129(13)	102(4)	0.20(3)	1.5(7)
11	62.740(5)	1.47975(10)	2320(139)	0.127(4)	437(6)	0.189(14)	1.4(3)
12	68.808(11)	1.36330(18)	908(87)	0.147(11)	196(6)	0.22(3)	1.6(6)
13	70.329(9)	1.33750(16)	1032(93)	0.141(9)	208(6)	0.20(2)	1.0(3)
14	72.13(4)	1.3084(6)	38(18)	0.06(6)	3.7(18)	0.10(9)	1(3)
15	74.09(4)	1.2787(5)	92(28)	0.13(4)	17(3)	0.18(8)	1.1(15)
16	75.086(7)	1.26412(10)	1421(109)	0.152(7)	315(6)	0.22(2)	1.0(2)
17	76.055(14)	1.2504(2)	411(59)	0.144(14)	81(4)	0.20(4)	0.7(3)
18	77.335(10)	1.23287(14)	44(19)	0.06(4)	5.0(14)	0.11(8)	0.5(15)
19	82.188(15)	1.17192(18)	86(27)	0.12(3)	15(3)	0.17(9)	0.54(16)
20	82.695(7)	1.16601(9)	784(81)	0.138(11)	157(7)	0.20(3)	0.54(16)
21	83.185(9)	1.16038(10)	306(50)	0.140(16)	62(5)	0.20(5)	0.54(16)

## Perhitungan Ukuran Kristal

Persamaan Deybe Scherrer:

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

D adalah ukuran kristal (nm), k merupakan faktor bentuk kristal (0,9),  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X (1,54059 Å),  $\beta$  adalah nilai dari *Full Width at Half Maximum*/FWHM (rad), dan  $\theta$  merupakan sudut difraksi.

Perhitungan :

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

Diketahui :

$$\lambda (k\alpha) = 1,54059 \text{ \AA}$$

$$2\theta = 25,342$$

$$\theta = \frac{25,342}{2} = 12,671$$

$$\cos \theta = 0,97564$$

$$\text{FWHM} = 0,197$$

$$k = 0,9$$

$$\beta = \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,197 \times 3,14}{180} = 0,00344$$

Ditanya : D ?

Jawab :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,00344 \times 0,97564} = 417,98 \text{ \AA} = 41,80 \text{ nm}$$

### 2. TiO<sub>2</sub>-N (95:5)

Diketahui

$$\lambda (k\alpha) = 1,54059 \text{ \AA}$$

$$2\theta = 25,426$$

$$\theta = \frac{25,426}{2} = 12,713$$

$$\cos \theta = 0,97548$$

$$\text{FWHM} = 0,167$$

$$k = 0,9$$

$$\beta = \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,167 \times 3,14}{180} = 0,00291$$

Ditanya : D ?

Jawab :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,00291 \times 0,97548} = 488,45 \text{ \AA} = 48,84 \text{ nm}$$

### 3. TiO<sub>2</sub>-N (90:10)

$$\lambda (k\alpha) = 1,54059 \text{ \AA}$$

$$2\theta = 25,356$$

$$\theta = \frac{25,356}{2} = 12,678$$

$$\cos \theta = 0,97562$$

$$\text{FWHM} = 0,157$$

$$k = 0,9$$

$$\beta = \frac{\text{FWHM} \times \pi}{180} = \frac{0,157 \times 3,14}{180} = 0,00274$$

Ditanya : D ?

Jawab :

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,5406 \text{ \AA}}{0,00291 \times 0,97548} = 518,75 \text{ \AA} = 51,88 \text{ nm}$$

### 4. TiO<sub>2</sub>-N (85:15)

$$\lambda (k\alpha) = 1,54059 \text{ \AA}$$

$$2\theta = 25,344$$

$$\theta = \frac{25,344}{2} = 12,672$$

$$\cos \theta = 0,97564$$

$$\text{FWHM} = 0,157$$

$$k = 0,9$$

$$\beta = \frac{FWHM \times \pi}{180} = \frac{0.157 \times 3.14}{180} = 0,00274$$

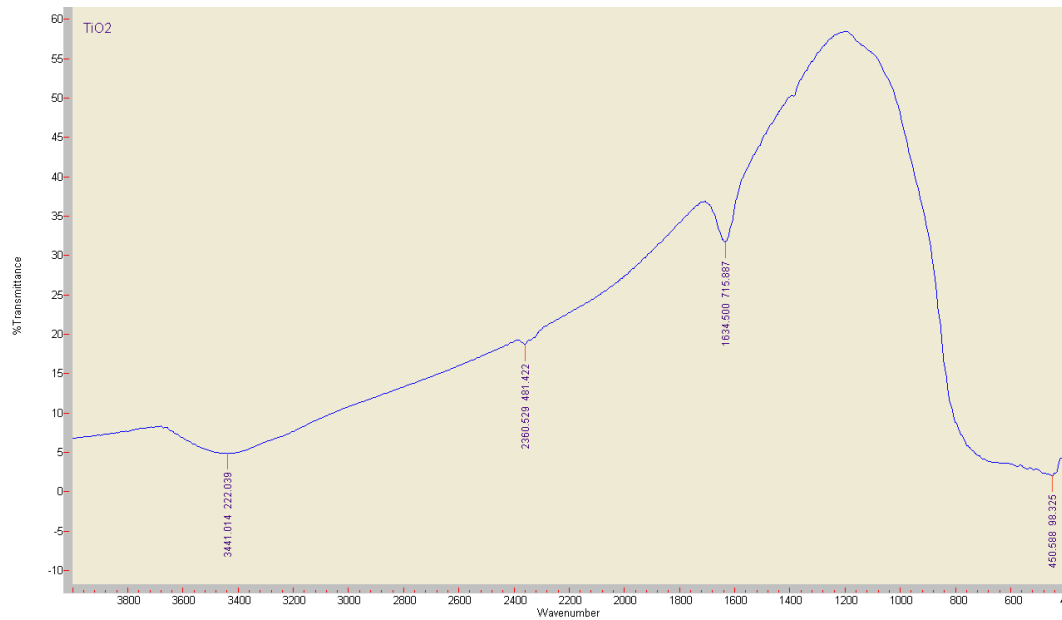
Ditanya : D ?

Jawab :

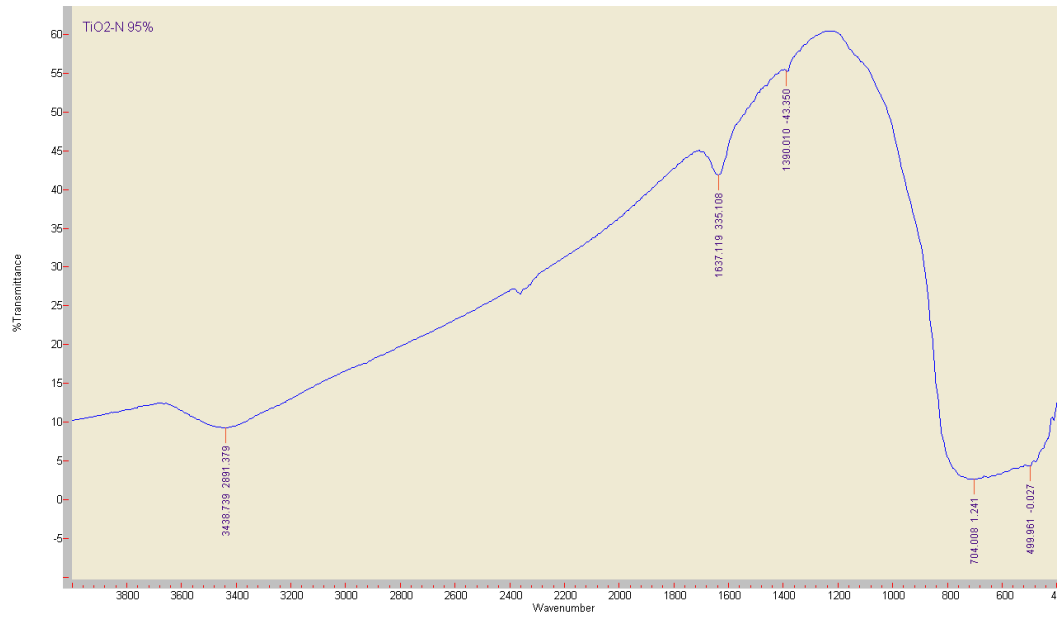
$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 1.5406 \text{ \AA}}{0.00274 \times 0.97564} = 518,67 \text{ \AA} = 51,87 \text{ nm}$$

## Lampiran 5 Hasil Karakterisasi dengan FTIR

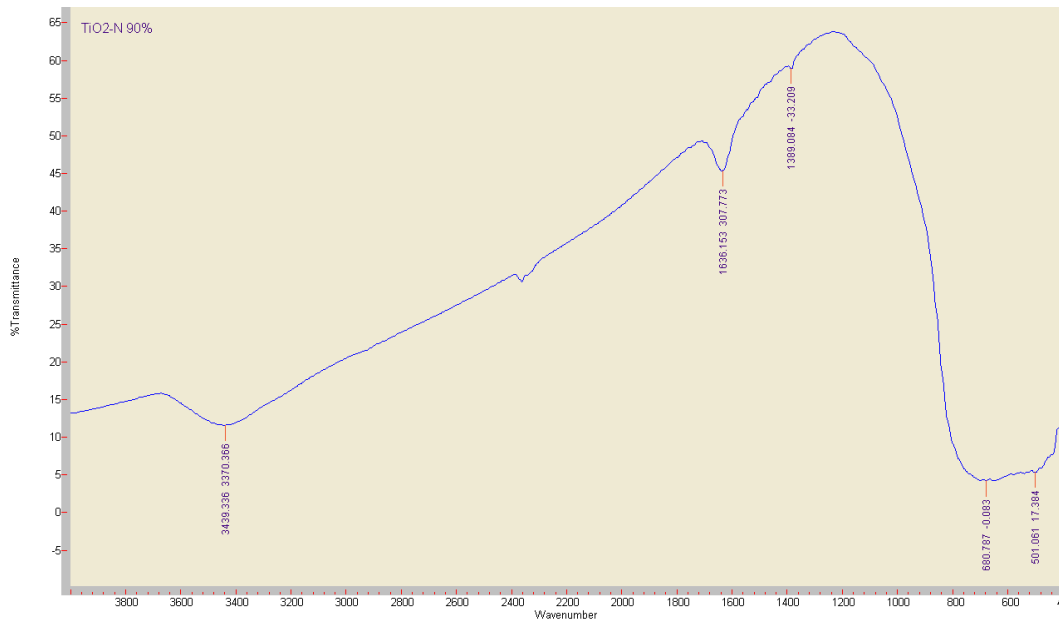
### a. TiO<sub>2</sub> Anatas



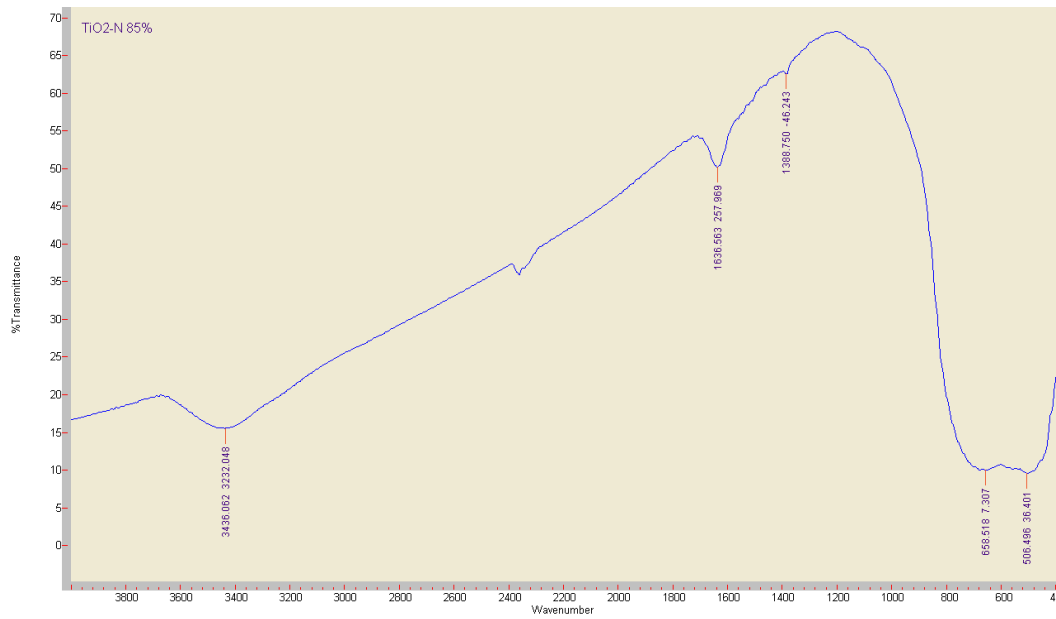
**b. TiO<sub>2</sub>-N (95:5)**



**c. TiO<sub>2</sub>-N (90:10)**

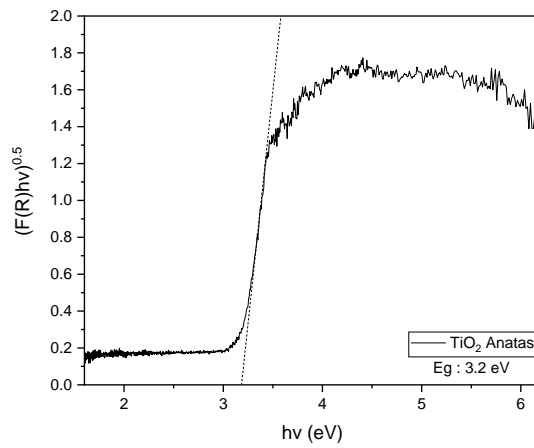


**d. TiO<sub>2</sub>-N (85:15)**



**Lampiran 6 Hasil Karakterisasi UV-Vis DRS**

**1. TiO<sub>2</sub> Anatas**



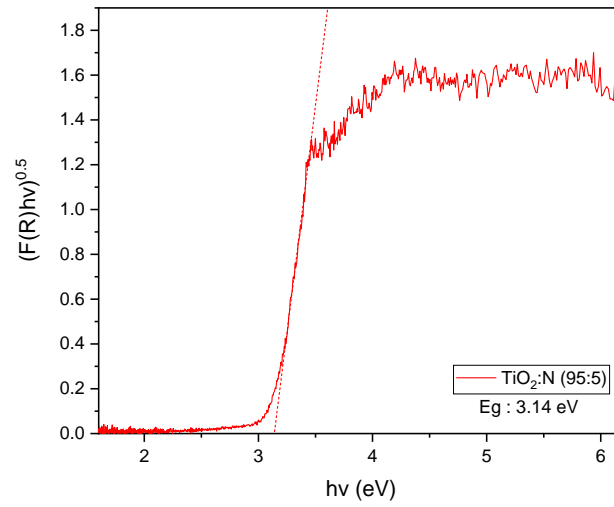
Eg = 3.20 eV

$$h = \frac{6.626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1.602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

Nilai band gap pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4.13608 \times 10^{-15}) \text{ eV}\cdot\text{s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3.20 \text{ eV}} = 387.76 \text{ nm}$$

## 2. TiO<sub>2</sub>-N (95:5)



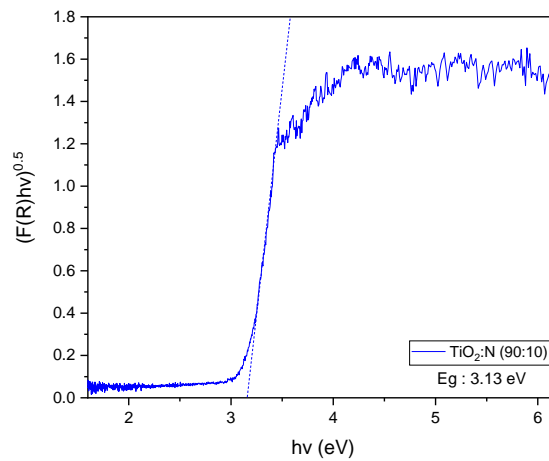
$$E_g = 3.14 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6.626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1.602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4.13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

Nilai band gap pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4.13608 \times 10^{-15}) \text{ eV}\cdot\text{s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3.14 \text{ eV}} = 395.17 \text{ nm}$$

## 3. TiO<sub>2</sub>-N (90:10)



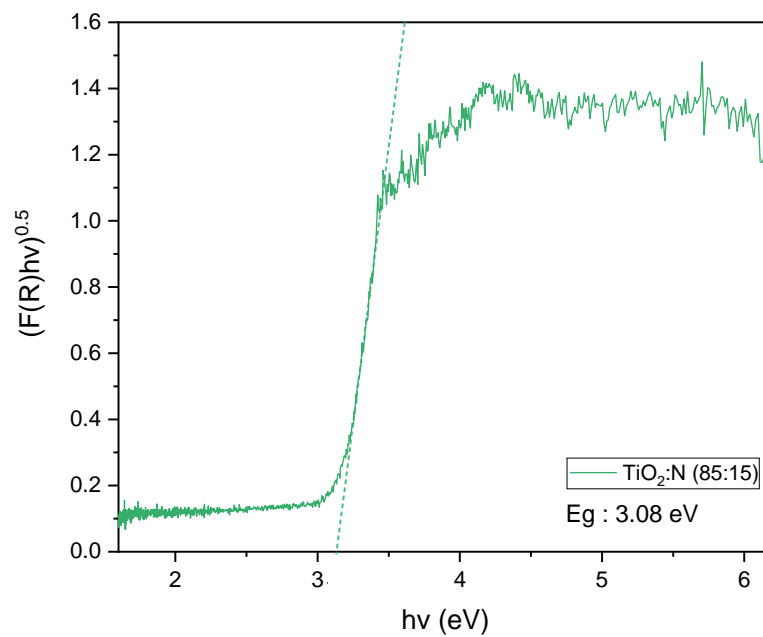
$$E_g = 3.13 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6.626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1.602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai band gap pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4.13608 \times 10^{-15}) \text{ eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3.13 \text{ eV}} = 396.43 \text{ nm}$$

#### 4. TiO<sub>2</sub>-N (85:15)



$$E_g = 3.08 \text{ eV}$$

$$h = \frac{6.626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1.602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai band gap pada saat  $y = 0$

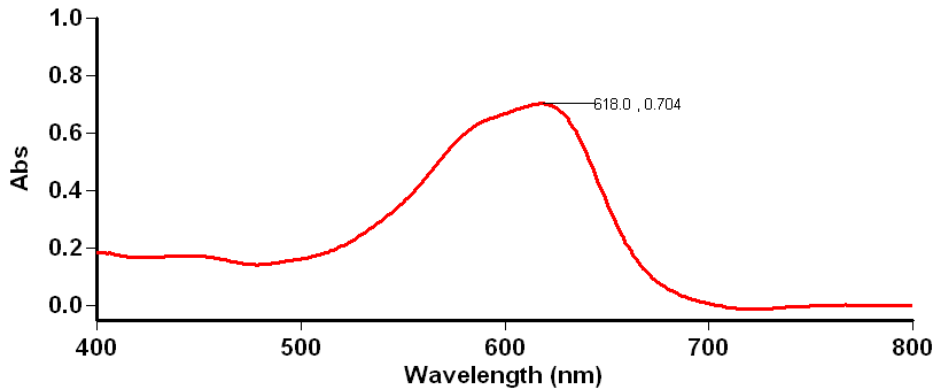
$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4.13608 \times 10^{-15}) \text{ eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ nm/s}}{3.08 \text{ eV}} = 402.86 \text{ nm}$$

## Lampiran 7. Pembuatan Larutan dan Kurva standar *Naphthol Blue Black*

### 1. Penentuan Panjang Gelombang *naphthol blue black*

# Lamdha Maks Naftol Blueblack

Tanggal Analisa : 23 September 2022



## Scan Analysis Report

Report Time : Fri 23 Sep 11:11:45 AM 2022

Method:

Batch: D:\Mahasiswa On Going\Nidatul Syarifah\Lamdha Maks Naftol Blueblack (23-09-2022).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

### Sample Name: Naftol Blueback

Collection Time 9/23/2022 11:12:06 AM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

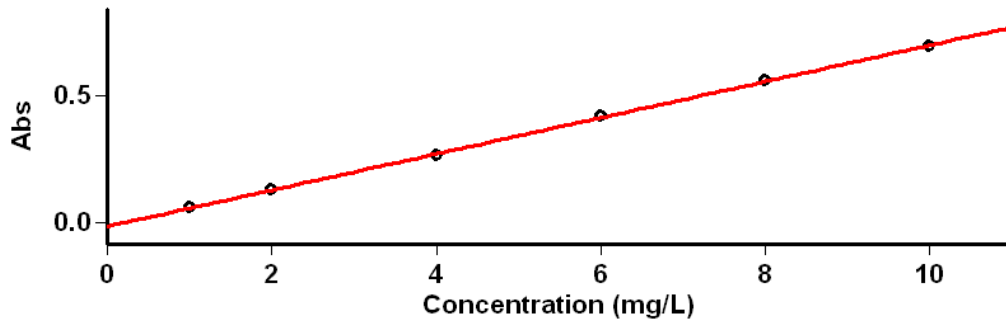
799.9nm to 400.0nm

Wavelength (nm)	Abs
618.0	0.704

## 2. Pembuatan Kurva Standar *Naphthol Blue Black*

# Kurva Standar Naftol Blueblack

Tanggal Analisa : 23 September 2022



## Concentration Analysis Report

Report time 9/23/2022 11:14:41 AM  
Method  
Batch name D:\Mahasiswa On Going\Nidatul Syarifah\Kurva Standar Naftol Blueback (23-09-2022).BCN  
Application Concentration 3.00(339)  
Operator Rika

### Instrument Settings

Instrument Cary 50  
Instrument version no. 3.00  
Wavelength (nm) 618.0  
Ordinate Mode Abs  
Ave Time (sec) 0.1000  
Replicates 3  
Standard/Sample averaging OFF  
Weight and volume corrections OFF  
Fit type Linear  
Min R<sup>2</sup> 0.95000  
Concentration units mg/L

Comments:

### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1416)	618.0

### Calibration

Collection time 9/23/2022 11:14:56 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.0588 0.0585 0.0586
	1.0		0.0586	0.0002	0.27	
Std 2						0.1291 0.1290

	2.0	0.1291	0.0002	0.14	0.1293
Std 3					0.2635
					0.2631
	4.0	0.2635	0.0004	0.14	0.2639
Std 4					0.4183
					0.4181
	6.0	0.4182	0.0001	0.03	0.4183
Std 5					0.5604
					0.5595
	8.0	0.5599	0.0005	0.08	0.5599
Std 6					0.6968
					0.6968
	10.0	0.6969	0.0001	0.01	0.6969

Calibration eqn                      Abs = 0.07138\*Conc -0.01445  
Correlation Coefficient              0.99968  
Calibration time                        9/23/2022 11:16:29 AM

### Results Flags Legend

U = Uncalibrated                      O = Overrange  
N = Not used in calibration        R = Repeat reading

### 3. Uji Kestabilan pH *Naphthol Blue Black*

## Absorbansi Uji Kestabilan pH Naftol Blueblack

Tanggal Analisa : 03 Oktober 2022

## Advanced Reads Report

Report time                              10/3/2022 1:12:08 PM  
Method  
Batch name                                D:\Mahasiswa On Going\Nidatul Syarifah\Absorbansi  
Uji Kestabilan pH Naptol Blueblack  
(03-10-2022).BAB  
Application                                Advanced Reads 3.00 (339)  
Operator                                    Rika

### Instrument Settings

Instrument                                Cary 50  
Instrument version no.                3.00  
Wavelength (nm)                        618.0  
Ordinate Mode                            Abs  
Ave Time (sec)                          0.1000  
Replicates                                 3  
Sample averaging                        OFF

Comments:

### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1173)	618.0

### Analysis

Collection time

10/3/2022 1:12:08 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
1					0.2030 0.2034 0.2037
		0.2034	0.0004	0.18	
2					0.3072 0.3074 0.3070
		0.3072	0.0002	0.06	
3					0.4624 0.4623 0.4611
		0.4619	0.0007	0.16	
4					0.6669 0.6677 0.6666
		0.6671	0.0005	0.08	
5					0.7032 0.7036 0.7048
		0.7039	0.0008	0.12	
6					0.7118 0.7121 0.7126
		0.7122	0.0004	0.06	
7					0.7213 0.7214 0.7199
		0.7209	0.0008	0.11	
8					0.7275 0.7261 0.7253
		0.7263	0.0011	0.16	
9					0.7009 0.6994 0.6980
		0.6995	0.0014	0.21	
10					0.6664 0.6665 0.6679
		0.6669	0.0008	0.12	
11					0.6263 0.6267 0.6264
		0.6265	0.0002	0.03	
12					0.4847 0.4854 0.4846
		0.4849	0.0004	0.09	
13					0.3270 0.3279 0.3278
		0.3276	0.0005	0.14	
14					0.1989 0.1992 0.1991
		0.1990	0.0002	0.08	

Results Flags Legend R = Repeat reading

## Lampiran 8. Perhitungan Persen Fotodegradasi *Naphthol Blue Black*

$$\% \text{ Fotodegradasi} = \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\%$$

Keterangan :  $C_o$  = Konsentrasi awal sebelum fotodegradasi (ppm)

$C_t$  = Konsentrasi akhir sesudah fotodegradasi (ppm)

### 1. Perhitungan % Fotodegradasi pada Variasi Komposisi $\text{TiO}_2\text{-N}$

Komposisi $\text{TiO}_2\text{-N}$	$C_o$ (ppm)	Absorbansi				$C_t$ (ppm)	% Fotodegradasi
		I	II	III	Rata - Rata		
95:5	9.938	0.0982	0.0959	0.1059	0.1	1.604	83.86%
90:10	9.996	0.0401	0.053	0.0489	0.047	0.866	91.34%
85:15	10.190	0.2321	0.2293	0.2216	0.228	3.392	66.72%

#### a. $\text{TiO}_2\text{-N}$ (95:5)

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6951 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6951 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0.7096 = 0,0714x$$

$$x = 9,938 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.1 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,1 + 0,0145 = 0,0714x$$

$$0,1145 = 0,0714x$$

$$x = 1,604 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Fotodegradasi} = \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\%$$

$$= \frac{9.938 - 1.604}{9.938} \times 100\% = 83,86\%$$

**b. TiO<sub>2</sub>-N (90:10)**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6992 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6992 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0.7137 = 0,0714x$$

$$x = 9.996 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,048 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,048 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0.4945 = 0,0714x$$

$$x = 0,866 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\ &= \frac{9.996 - 0.866}{9.996} \times 100\% = 91,34\% \end{aligned}$$

**c. TiO<sub>2</sub>-N (85:15)**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,7131 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,7131 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0.7276 = 0,0714x$$

$$x = 10,19 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,228 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,228 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0.2425 = 0,0714x$$

$$x = 3,392 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Fotodegradasi} = \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\%$$

$$= \frac{10.19 - 3.392}{10.19} \times 100\% = 66,72\%$$

## 2. Perhitungan % Fotodegradasi pada Lama Penyinaran

Lama penyinaran (menit)	Co (ppm)	Absorbansi				Ct (ppm)	% Fotodegradasi
		I	II	III	Rata - Rata		
30	9.987	0.4637	0.4814	0.4885	0.478	6.896	30.95%
60	9.987	0.3271	0.3108	0.3352	0.324	4.746	52.48%
90	10.019	0.0986	0.1048	0.0972	0.100	1.606	83.97%
120	9.996	0.0401	0.053	0.0489	0.047	0.866	91.34%
150	10.019	0.0756	0.0823	0.0756	0.078	1.293	87.09%

### a. 30 menit

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6986 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0.6986 + 0.0145 = 0,0714x$$

$$0,7131 = 0,0714x$$

$$x = 9.987 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,478 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,487 + 0,0145 = 0,0714x$$

$$0.4925 = 0,0714x$$

$$x = 6,896 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Fotodegradasi} = \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\%$$

$$= \frac{9.987 - 6.896}{9.987} \times 100\% = 30,95\%$$

**b. 60 menit**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6986 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6986 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,7131 &= 0,0714x \\x &= 9,987 \text{ ppm}\end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,324 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,324 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,3385 &= 0,0714x \\x &= 4,476 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\&= \frac{9,987 - 4,476}{9,987} \times 100\% = 52,48\%\end{aligned}$$

**c. 90 menit**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,7009 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,7009 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,7154 &= 0,0714x \\x &= 10,019 \text{ ppm}\end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,1 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,1 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,1145 &= 0,0714x\end{aligned}$$

$$x = 1,606 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\% \\ &= \frac{10.019 - 1.606}{10.019} \times 100\% \\ &= 83,97\% \end{aligned}$$

**d. 120 menit**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned} y &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0.6992 &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0.6992 + 0.0145 &= 0,0714x \\ 0.7137 &= 0,0714x \\ x &= 9.996 \text{ ppm} \end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned} y &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0,048 &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0,048 + 0.0145 &= 0,0714x \\ 0.4945 &= 0,0714x \\ x &= 0,866 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_o \times C_t}{C_o} \times 100\% \\ &= \frac{9.996 - 0.866}{9.996} \times 100\% = 91,34\% \end{aligned}$$

**e. 150 menit**

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned} y &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0,7009 &= 0,0714x - 0,0145 \\ 0,7009 + 0,0145 &= 0,0714x \\ 0,7154 &= 0,0714x \end{aligned}$$

$$x = 10,019 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,078 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,078 + 0,0145 = 0,0714x$$

$$0,0925 = 0,0714x$$

$$x = 1,293 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\ &= \frac{10.019 - 1.293}{10.019} \times 100\% = 87,09\% \end{aligned}$$

### 3. Perhitungan % Fotodegradasi pada Uji Efektivitas TiO<sub>2</sub>-N

Uji Efektivitas	Co (ppm)	Absorbansi				Ct (ppm)	% Fotodegradasi
		I	II	III	Rata - Rata		
A	9.957	0.5693	0.5511	0.5453	0.555	7.979	19,86%
B	9.957	0.4826	0.4795	0.4644	0.475	6.863	31,07%
C	9.991	0.2917	0.2909	0.2855	0.289	4.255	57,40%
D	9.996	0.0401	0.053	0.0489	0.047	0,866	91,34%

\*Keterangan: (A) NBB + TiO<sub>2</sub> + Gelap, (B) NBB + TiO<sub>2</sub>-N (90:10) + Gelap, (C) NBB + TiO<sub>2</sub> + UV, dan (D) NBB+ TiO<sub>2</sub>-N (90:10)+UV

#### A. NBB + TiO<sub>2</sub> + Gelap

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,6964 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,6964 + 0,0145 = 0,0714x$$

$$0,7109 = 0,0714x$$

$$x = 9,957 \text{ ppm}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,555 &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,555 + 0,0145 &= 0,0714x \\
 0,7 &= 0,0714x \\
 x &= 7,797 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\
 &= \frac{9,957 - 7,797}{9,957} \times 100\% \\
 &= 19,86\%
 \end{aligned}$$

## B. NBB + TiO<sub>2</sub>-N (90:10) + Gelap

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,6964 &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,6964 + 0,0145 &= 0,0714x \\
 0,7109 &= 0,0714x \\
 x &= 9,957 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,475 &= 0,0714x - 0,0145 \\
 0,475 + 0,0145 &= 0,0714x \\
 0,4895 &= 0,0714x \\
 x &= 6,862 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\
 &= \frac{9,957 - 6,862}{9,957} \times 100\% = 31,07\%
 \end{aligned}$$

### C. NBB + TiO<sub>2</sub> + UV

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6989 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6989 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,7113 &= 0,0714x \\x &= 9,991 \text{ ppm}\end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,289 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,289 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,3035 &= 0,0714x \\x &= 4,256 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ Fotodegradasi} &= \frac{C_0 \times C_t}{C_0} \times 100\% \\&= \frac{9,991 - 4,256}{9,991} \times 100\% = 57,40\%\end{aligned}$$

### D. NBB + TiO<sub>2</sub>-N (90:10) + UV

- Perhitungan nilai konsentrasi awal *Naphthol blue black*

$$\begin{aligned}y &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6992 &= 0,0714x - 0,0145 \\0,6992 + 0,0145 &= 0,0714x \\0,7137 &= 0,0714x \\x &= 9,996 \text{ ppm}\end{aligned}$$

- Perhitungan nilai % Fotodegradasi *Naphthol blue black*

$$y = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,048 = 0,0714x - 0,0145$$

$$0,048 + 0,0145 = 0,0714x$$

$$0,0625 = 0,0714x$$

$$x = 0,866 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Fotodegradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

$$= \frac{9,996 - 0,866}{9,996} \times 100\% = 91,34\%$$

## Lampiran 9 Hasil Dokumentasi

### 1. Sintesis Fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-N}$



Penimbangan  $\text{TiO}_2$  dan Urea



Sonikasi Selama 30 menit



Pengadukan dengan magnetic stirrer



Dioven Selama 2 jam

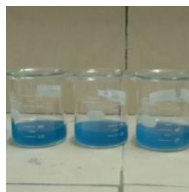


Ditanur selama 2 jam



Senyawa hasil sintesis

### 2. Fotodegradasi *Naphthol Blue Black*



Larutan NBB sebelum Fotodegradasi



Fotodegradasi larutan NBB dengan sinar UV



Larutan NBB setelah Fotodegradasi



Penyaringan antara filtrat dengan residu



Sentrifus



Larutan hasil Fotodegradasi