SKRIPSI

Oleh: DINIYAH IMANIYAH NIM. 16630103



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

SKRIPSI

Oleh: DINIYAH IMANIYAH NIM. 16630103

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

SKRIPSI

Oleh: DINIYAH IMANIYAH NIM. 16630103

# Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji Tanggal: 15 November 2022

**Pembimbing I** 

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

Dr. H. Ahmad Barizi, M.A NIP. 19731212 1998031008

Mengetahui, Ketua Program tudi Ki gsih, M.Si Rachmawati NIP 19810811 200801 2 010 IKIND

#### SKRIPSI

# oleh: **DINIYAH IMANIYAH** NIM. 16630103

# Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Tugas Akhir/Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si) Tanggal: 25 November 2022

Penguji Utama	:	A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(Thing
Ketua Penguji	:	Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009	, DATALLE,
Sekretaris Penguji	:	Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	()
Anggota Penguji	:	Dr. H. Ahmad Barizi, M.A NIP. 19731212 1998031008	()

Mengetahui, etua Ri am Studi Kiu ia ingsih, M.Si Rachman NIP. 19810814 200801 2 010 KINDS iii

# PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:				
Nama	: Diniyah Imaniyah			
NIM	: 16630103			
Program Studi	: Kimia			
Fakultas	: Sains dan Teknologi			
Judul Penelitian	: Penentuan Komposisi Doping Fe (III) Dan Massa Katalis			
	Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet			
	menggunakan TiO <sub>2</sub> Terdoping Fe (III)			

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

Malang, 16 Desember 2022 Yang membuat pernyataan,

FL AKX205322194 Diniyah Imaniyah NIM. 16630103

ΜΟΤΤΟ

# "You are never too old to set another goal or to dream another dream"

# - C.S. Lewis

#### HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. yang telah memberikan kesempatan kepada penulis untuk belajar dan berkarya hingga dapat menghasilkan naskah skripsi ini dengan sebaik mungkin. Pertama, penulis mempersembahkan naskah skripsi ini untuk Ayah Nanang, yang telah mengajarkan penulis untuk tetap tegar, sabar, dan tidak mengeluh dalam menghadapi berbagai cobaan. Kedua, penulis persembahkan hasil karya ini kepada ibunda tercinta, Endang Prijanti. Beliaulah yang mengajarkan penulis unuk tetap teguh dan bersemangat dalam menjalani hidup karena hidup itu hanya sekali. Jadi, jangan sia-siakan segala kesempatan dan tidak ada kata untuk menyerah. Ketiga, tak lupa kepada adik seorang yaitu Nuuruz Zakiyah yang telah menjadi partner untuk bertukar cerita dan memotivasi dalam perkuliahan dan kehidupan. Keempat, terimakasih kepada anggota baru di keluarga penulis yang paling imut dan kecil, Snowy. Hewan peliharaan yang selalu mengembalikan mood penulis saat suntuk. Semoga semua anggota keluarga penulis selalu dalam kesehatan dan kebahagiaan.

Tak lupa, teman seperjuangan sekaligus teman terbaik sepanjang masa perkuliahan, Shova Audinia dan Fatin Oktavianti terima kasih telah menemani dalam suka dan duka selama perkuliahan yang tercurahkan pada Whatsapp grup "The Freak". Untuk Angkatan kimia 2016 Legend, yang menemani penulis selama masa penulisan skripsi, Teman-teman di team Lab. Anorganik, terutama Selvia Indriani, Kanty Maria, dan yang lainnya yang membantu dan memberi pencerahan dalam penulisan naskah skripsi ini. Semoga suatu saat kebersamaan dan pertemanan yang singkat ini bisa berbuah di kemudian hari.

Terakhir, penulis mempersembahkan naskah ini kepada diri penulis sendiri, karna telah percaya dan yakin bahwa skripsi ini akan selesai. Keyakinan ini yang menjadi semangat terpendam penulis hingga skripsi ini benar-benar telah sampai dipenghujung. Semua hal yang penulis lalui selama masa perkuliahan, dalam suka dan duka sangat berarti bagi pertumbuhan karakter dalam diri penulis.

# KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah Swt. Yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang, atas limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan naskah skripsi dengan judul "**Penentuan Komposisi Doping Fe (III) dan Massa Katalis Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet menggunakan TiO<sub>2</sub> Terdoping Fe (III)**". Semoga apa yang penulis upayakan dapat bermanfaat bagi kita semua. Selawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Agung, penuntun umatnya hingga akhir zaman yang senantiasa berlandaskan Al-Qur'an dan As-sunnah yaitu Nabi Muhammad saw. Selanjutnya penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu meyelesaikan skripsi ini, khususnya kepada:

- Bapak Prof. Dr. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 4. Ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc, dan Bapak Dr. H. Ahmad Barizi, M.A selaku dosen pembimbing I dan II yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasihat kepada penulis dalam menyelesaikan naskah ini.
- Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu,

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

- 6. Orang tua, adik, snowy, serta segenap anggota keluarga besar penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan.
- 7. Rekan-rekan seperjuangan tim anorganik, teman-teman kimia yang selalu memberikan semangat, doa, dan motivasi selama penyusunan skripsi ini.
- 8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah membantu baik secara materiil maupun moril dalam penyusunan skripsi ini.

Dengan menyadari atas terbatasnya ilmu yang penulis miliki, penulis menyadari bahwa skripsi ini tentu jauh dari kesempurnaan, untuk itu dengan senang hati penulis mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penulisan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif bagi kita semua, Aamiin.

Malang, 16 Desember 2022

Diniyah Imaniyah

# DAFTAR ISI

PER	NYATAAN ORISINALITAS PENELITIANiv
MOI	TOiii
HAL	AMAN PERSEMBAHANiv
KAT	A PENGANTAR vii
DAF	TAR ISIix
DAF'	TAR TABEL xi
DAF'	TAR GAMBAR xii
DAF'	TAR LAMPIRAN xiii
ABS	ГRAK xiv
ABS	ГКАСТхv
البحث	مستخلص xvi
BAB	I PENDAHULUAN1
1.1	Latar Belakang1
1.2	Rumusan Masalah
1.3	Tujuan
1.4	Batasan Masalah7
1.5	Manfaat Penelitian7
BAB	II TINJAUAN PUSTAKA8
2.1	Zat Warna Metil Violet dalam Limbah Tekstil
2.2	Material Semikonduktor TiO2 sebagai Fotokatalis10
2.3	Dopan Logam Besi pada Material Fotokatalis TiO214
2.4	Sintesis Material TiO <sub>2</sub> -Fe dengan Metode Sonikasi16
2.5	Pemuatan Katalis pada Fotodegradasi Limbah Zat Warna20
2.6	Perspektif Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan dan Penanggulangannya21
BAB	III METODOLOGI PENELITIAN24
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian
3.2	Alat dan Bahan
	3.2.1 Alat
	3.2.2 Bahan

3.3	Rancangan Penelitian	.24
3.4	Tahapan Penelitian	.25
3.5	Pelaksanaan Penelitian	.26
	<ul> <li>3.5.1 Sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dengan Metode Sonikasi</li> <li>3.5.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe</li> <li>3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Metil Violet</li> </ul>	.26 .26 .28
	<ul><li>3.5.4 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Violet</li><li>3.5.5 Analisis Data</li></ul>	.28 .30
BAB	IV HASIL DAN PEMBAHASAN	.33
4.1	Sintesis TiO <sub>2</sub> -Fe dengan Metode Sonikasi	.33
4.2	Karakterisasi Fotokatalis TiO <sub>2</sub> -Fe	.34
	<ul> <li>4.2.1 Identifikasi Kandungan Unsur dengan XRF</li> <li>4.2.2 Identifikasi Struktur dengan XRD</li></ul>	.34 .35 .37
4.3	Uji Aktivitas Fotodegradasi Zat Warna Metil Violet	.42
	<ul> <li>4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Violet</li> <li>4.3.2 Kurva Standar Zat Warna Metil Violet</li> <li>4.3.3 Penentuan Komposisi Dopan Fe Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet</li> </ul>	.42 .43 .44
	<ul><li>4.3.4 Pengaruh Massa Katalis TiO<sub>2</sub>-Fe pada Fotodegradasi Metil Violet</li><li>4.3.5 Uji Efektivitas Degradasi Metil Violet Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe</li></ul>	.46 .48
4.4	Pandangan Islam terhadap Pengolahan Limbah dengan bantuan Fotokatalis	.51
BAB	V PENUTUP	.53
5.1	Kesimpulan	.53
5.2	Saran	.53
DAF'	TAR PUSTAKA	.54
LAM	IPIRAN	.60

# DAFTAR TABEL

Fabel 4. 1 Kandungan unsur dalam TiO <sub>2</sub> anatas, dan TiO <sub>2</sub> -Fe $(0,5\%; 0,75\%;$	
1,0%; 1,25%).	.34
Tabel 4. 2 Ukuran kristal TiO <sub>2</sub> anatas, TiO <sub>2</sub> -Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%) 1	37
Fabel 4. 3 Nilai energi celah pita dan daerah serapan panjang gelombang	.41
Fabel 4. 4 Signifikansi komposisi dopan Fe fotodegradasi metil violet	.46
Fabel 4. 5 Signifikansi massa katalis terhadap fotodegradasi metil violet	.48
Tabel 4. 6 Signifikansi efektivitas fotokatalis pada fotodegradasi metil violet	51

# DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Struktur molekul metil violet 8
Gambar 2. 2 Mekanisme fotodegradasi metil violet
Gambar 2. 3 Diagram tingkat energi berbagai tipe semikonduktor11
Gambar 2. 4 Struktur $TiO_2$ fasa (a) rutil; (b) anatas; dan (c) brukit12
Gambar 2. 5 Mekanisme fotokatalisis TiO <sub>2</sub> : hv1: TiO <sub>2</sub> murni; hv2: TiO <sub>2</sub> dopan
logam dan hv3: TiO2 dopan nonlogam14
Gambar 2. 6 Alat sonikasi17
Gambar 2. 7 Pola XRD Nanopartikel TiO <sub>2</sub> -Fe x%19
Gambar 2. 8 Spektra UV-Vis/DRS Energi Celah Pita dari nanopartikel TiO <sub>2</sub> -Fe.20
Gambar 2. 9 Pemuatan katalis pada degradasi kristal violet21
Gambar 4. 1 (a) TiO <sub>2</sub> anatas, TiO <sub>2</sub> -Fe (b) 0,5%; (c) 0,75%; (d) 1,0%; (e) 1,25%
Gambar 4. 2 Difraktogram hasil XRD Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> JCPDS, TiO <sub>2</sub> anatas JCPDS, TiO <sub>2</sub>
anatas sampel, dan TiO <sub>2</sub> -Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%)35
Gambar 4. 3 Perbesaran difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> anatas sampel, dan TiO <sub>2</sub> -Fe
(0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%)
Gambar 4. 4 Grafik hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang
dan perbesaran pada 350-450 nm
Gambar 4. 5 Grafik hubungan antara F (R) dengan panjang gelombang dan
perbesaran pada 350-450 nm
Gambar 4. 6 Grafik energi celah pita TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -Fe41
Gambar 4. 7 Skema diagram energi TiO <sub>2</sub> tanpa dopan dan terdoping Fe <sup>3+</sup> 42
Gambar 4. 8 Grafik panjang gelombang maksimum metil violet
Gambar 4. 9 Kurva standar metil violet
Gambar 4. 10 Grafik hasil degradasi variasi komposisi dopan
Gambar 4. 11 Grafik hasil degradasi variasi massa katalis
Gambar 4 12 Grafik hasil uii efektivitas fotokatalis

# DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	60
Lampiran 2. Diagram Alir	61
Lampiran 3. Perhitungan	65
Lampiran 4. Dokumentasi	68
Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRF	69
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD	73
Lampiran 7. Hasil Karakterisasi UV-Vis/DRS	79
Lampiran 8. Uji Aktivitas Fotodegradasi Metil Violet	82
Lampiran 9. Hasil Uji Statistik	88

#### ABSTRAK

# Imaniyah, D. 2022. Penentuan Komposisi Doping Fe (III) dan Massa Katalis Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet menggunakan TiO<sub>2</sub> Terdoping Fe (III). *Skripsi*. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A

Kata kunci: Fotokatalis, TiO<sub>2</sub>-Fe, Sonikasi, Metil violet.

Metil violet sebagai salah satu limbah zat warna di lingkungan perairan dapat menyebabkan kerusakan lingkungan dan matinya organisme perairan. Metode fotodegradasi limbah merupakan metode penanganan limbah dengan menggunakan fotokatalis semikonduktor yang di dasarkan oleh degradasi limbah dengan bantuan cahaya. Material TiO<sub>2</sub> banyak diaplikasikan sebagai fotokatalis karena memiliki stabilitas kimiawi yang baik dan aktivitas fotokatalisis yang tinggi. Akan tetapi, TiO<sub>2</sub> memiliki *band gap* yang besar, sehingga menurunkan efektivitasnya sebagai fotokatalis. Salah satu upaya untuk menurunkan *band gap* dengan menambahkan dopan logam besi.

Sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dilakukan dengan komposisi dopan 0,5; 0,75; 1,0 dan 1,25% menggunakan metode sonikasi. Selanjutnya material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescense* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan UV-Vis/*Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UV-Vis/DRS). Uji efektivitas fotodegradasi dilakukan dengan memvariasikan komposisi dopan Fe<sup>3+</sup> dan massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe terhadap degradasi zat warna metil violet dengan mengukur absorbansinya menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Hasil karakterisasi XRF didapatkan persentase besi (Fe) yang semakin meningkat dengan meningkatnya komposisi dopan. Hasil XRD yang dilakukan terhadap sampel menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub>-Fe mengandung fasa anatas dengan ukuran kristal TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5% dan 1,25% sebesar 54,16 nm; TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% dan 1,0% sebesar 48,99 nm. Hasil analisis menggunakan UV-Vis/DRS menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5; 0,75; 1,0 dan 1,25%) berturut-turut menghasilkan band gap sebesar 3,19; 3,05; 3,00; 2,90 dan 2,81 eV. Komposisi dopan optimum yang diperoleh pada fotokatalis adalah TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%, sedangkan massa optimum fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe adalah 200 mg.

#### ABSTRACT

# Imaniyah, D. 2022. Determination of The Optimum Fe (III) Doping Composition and Catalyst Mass in Methyl Violet Dye Degradation using Fe (III) Doped TiO<sub>2</sub>. *Thesis*. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc; Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A

Keywords: Photocatalyst, TiO<sub>2</sub>-Fe, Sonication, Methyl Violet.

Methyl violet as a dye waste in the aquatic environment can cause environmental damage and death of aquatic organisms. The waste photodegradation method is a waste treatment method using a semiconductor photocatalyst which is based on light degradation of waste.  $TiO_2$  material is widely applied as a photocatalyst because it has good chemical stability and high photocatalytic activity. However,  $TiO_2$  has a band gap that is too wide, thus reducing its effectiveness as a photocatalyst. One of the efforts to reduce the band gap is by adding iron dopants.

The synthesis of TiO<sub>2</sub>-Fe with 0,5; 0,75; 1,0 and 1,25% dopant composition will be used sonication method. Then the synthesized material was characterized using X-Ray Fluorescense (XRF), X-Ray Diffraction (XRD), and UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy (UV-Vis/DRS). The photodegradation effectiveness test will be carried out by varying the composition of Fe<sup>3+</sup> dopant and the mass variation of the TiO<sub>2</sub>-Fe catalyst on the degradation of methyl violet dye by measuring its absorbance using UV-Vis spectrophotometry.

The results of XRF characterization showed that the percentage of iron (Fe) increased with increasing dopant composition. The XRD results performed on the samples showed that TiO<sub>2</sub>-Fe contained an antase phase with a crystal size of 0.5% and 1.25% TiO<sub>2</sub>-Fe at 54.16 nm; TiO<sub>2</sub>-Fe 0.75% and 1.0% at 48.99 nm. The results of the analysis using UV-Vis/DRS showed that TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>-Fe (0.5; 0.75; 1.0 and 1.25%) resulted in a band gap on 3.19; 3.05; 3.00; 2.90 and 2.81 eV. The optimum dopant composition obtained from the photocatalyst was TiO<sub>2</sub>-Fe 1.0%, while the optimum mass of the TiO<sub>2</sub>-Fe photocatalyst was 200 mg.

# مستخلص البحث

إمانية، د. 2022. تحديد تكوين المنشطات (III) Fe والكتلة المحفزة المثلى في تحلل صبغة الميثيل البنفسجي باستخدام (Fe (III) المنشط TiO<sub>2</sub>. البحث العلمي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: لؤلؤة حميدة عليا، الماجستير ؛ المشرف الثاني: د. الحاج أحمد بريزي، الماجستير.

الكلمات المفاتح: محفز ضوئي، TiO2-Fe، صوتنة، ميثيل بنفسجي.

الميثيل البنفسجي كواحد من نفايات الصبغة في البيئة المائية يمكن أن يسبب أضرارا بيئية وموت الكائنات المائية. طريقة التحلل الضوئي للنفايات هي طريقة للتعامل مع النفايات باستخدام محفزات ضوئية لأشباه الموصلات تعتمد على تحلل النفايات بمساعدة الضوء. يتم تطبيق مادة TiO<sub>2</sub> على نطاق واسع كمحفز ضوئي لأنها تتمتع باستقرار كيميائي جيد ونشاط تحفيز ضوئي مرتفع. ومع ذلك ، فإن TiO<sub>2</sub> لديه فجوة كبيرة في النطاق ، مما يقلل من فعاليته كمحفز ضوئي. إحدى المحاولات لخفض فجوة النطاق هي عن طريق إضافة دوبانت معدني حديدي.

يتم إجراء تخليق TiO<sub>2</sub>-Fe بتركيبة دوبانت من 0,5 ؛ 0,75; 1,0 و %1,25 باستخدام طريقة الصوتنة. علاوة على ذلك ، تتميز المواد المصنعة باستخدام فلوريسنس الأشعة السينية (XRF)، وحيود الأشعة السينية (XRD) ، والتحليل الطيفي للانعكاس المنتشر للأشعة فوق البنفسجية / الأشعة فوق البنفسجية(DRS / DRS). تم إجراء اختبار فعالية التحلل الضوئي عن طريق تغيير تكوين الدوبانت +Fe<sup>3</sup> وكتلة محفز TiO<sub>2</sub>-Fe ضد تدهور أصباغ الميثيل البنفسجية عن طريق قياس امتصاصها باستخدام قياس الطيف الضوئي للأشعة فوق البنفسجية.

حصلت نتيجة توصيف XRF على النسبة المئوية للحديد (Fe) التي تزداد مع الزيادة في تكوين المنشطات. أظهرت نتائج XRD التي أجريت على العينة أن TiO<sub>2</sub>-Fe يحتوي على مرحلة anatas بحجم بلوري TiO<sub>2</sub>-Fe بنسبة 0,50 و 0,50 من 54,16 نانومتر. TiO<sub>2</sub>-Fe 0.75 و 1,00 عند 48,99 نانومتر. وأظهرت نتائج التحليل باستخدام الأشعة فوق البنفسجية/DRS أن TiO<sub>2</sub> و Fe 0.75 (0,5 ثر0.5 0,76 و 1,250) على التوالي أنتجا فجوة في النطاق 3,10 بري 3,05; 2000 و 2.81 eV. تكوين دوبانت الأمثل الذي تم الحصول عليه على المحفزات الضوئية هو 1.0 Fe-TiO<sub>2</sub>-Fe أن الكتلة المثلى للمحفزات الضوئية TiO<sub>2</sub>-Fe هي 200 ملغ.

#### BAB I

#### PENDAHULUAN

#### **1.1 Latar Belakang**

Limbah merupakan bahan buangan yang keberadaannya dapat mengganggu dan berdampak buruk bagi lingkungan. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 101 Tahun 2014 pasal 1 ayat (2) tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun menyebutkan bahwa limbah adalah sisa suatu usaha atau kegiatan, yang mana dalam ayat (1) dijelaskan bahwa bahan berbahaya dan beracun adalah zat, energi, atau komponen lain yang karena sifat, konsentrasi, dan jumlahnya, baik secara langsung maupun tidak langsung, dapat mencemarkan atau merusak lingkungan hidup, membahayakan lingkungan hidup, kesehatan, serta kelangsungan hidup manusia dan makhluk hidup lain. Dengan demikian, jika dalam suatu limbah ditemukan senyawa yang dapat mengakibatkan pencemaran, maka diperlukan suatu pengolahan khusus untuk mengurangi potensi kerusakan lingkungan (Arief, 2016). Meningkatnya perkembangan industri menjadi salah satu sektor utama yang berkontribusi dalam pencemaran lingkungan.

Industri tekstil merupakan salah satu industri yang menghasilkan limbah, yang mana limbah tekstil umumnya berupa limbah zat warna yang disebabkan adanya proses pewarnaan menggunakan pewarna sintesis. Menurut Saad, *et al.*, (2019), pewarna sintetis digunakan dalam banyak bidang proses pewarnaan. Namun, dalam penggunaannya dapat menyebabkan pencemaran lingkungan perairan. Banyaknya molekul zat warna limbah tekstil yang dibuang akan menghalangi sinar matahari untuk masuk ke dalam perairan, sehingga dapat menyebabkan kematian makhluk hidup dalam perairan dan menghambat proses fotosintesis pada tanaman air.

Metil violet, kelas trifenilmetana, adalah salah satu dari umumnya pewarna intensif yang digunakan dalam nilon, wol, sutra, dan proses pencelupan kapas. Karena strukturnya yang kompleks, metil violet bersifat stabil dan sulit terdegradasi. Berdasarkan tinjauan literatur, ditemukan bahwa anilin yang terkandung dalam senyawa ini bersifat toksik, mutagenik dan karsinogenik. Dengan demikian perlu ditangani dengan baik agar mengurangi jumlah akumulasinya secara berkelanjutan. Selain itu, penelitian mengenai zat warna metil violet masih terbatas sehingga diperlukan lebih banyak pengembangan dalam metode penanganannya.

Allah Swt. telah memerintahkan manusia sebagai ciptaan yang paling sempurna untuk menjaga dan melestarikan bumi dari kerusakan-kerusakan agar tetap terjaganya sistem kehidupan yang baik, hal ini sudah tercantum pada firman Allah dalam surat Al-Qashash ayat 77:

وَلَا تَبْع الْفَسَادَ فِي الْأَرْضِ اللهِ اللهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

Artinya : "Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi. Sungguh, Allah tidak menyukai orang yang berbuat kerusakan". (Q.S Al-Qashash (28): 77)

Tafsir Ibnu Katsir (2004) menjelaskan bahwa Allah telah memerintahkan berbuat baik kepada hamba-hamba Allah sebagaimana Allah berbuat baik kepadamu dengan mengaruniakan nikmat-Nya. Kata وَلَا تَبْنِحُ الْفَسَادَ berartikan janganlah semangatmu hanya menjadi perusak di muka bumi dan berbuat buruk kepada makhluk Allah. Salah satu kerusakan yang terjadi yaitu tercemarnya lingkungan akibat limbah industri tekstil yang tidak diolah dengan baik. Sebagai makhluk hidup yang dilengkapi akal dan pikiran seharusnya manusia senantiasa berpikir dan berusaha bertanggungjawab atas hal-hal yang telah diperbuat, khusunya dalam mengelola limbah dengan baik agar tidak menimbulkan pencemaran yang akan berdampak buruk bagi makhluk hidup lainnya.

Banyak metode yang digunakan untuk mengolah limbah cair zat warna, salah satu metode yang digunakan yaitu fotodegradasi. Metode fotodegradasi limbah merupakan metode penanganan limbah yang didasarkan oleh degradasi limbah dengan bantuan energi foton, sehingga proses degradasi limbah menjadi lebih efektif dan efisien. Teknik ini menggunakan bahan fotokatalis oksida logam transisi yang memiliki struktur elektronik semikonduktor. Teknik fotokatalis merupakan proses fotokimia yang dikombinasikan dengan katalis terintegrasi untuk melakukan suatu reaksi transformasi kimia yang terjadi pada permukaan bahan katalis semikonduktor yang melibatkan cahaya yang berasal dari foton dengan energi tertentu. Mekanisme dasar dari proses ini yaitu terbentuknya pasangan *electron-hole* pada permukaan katalis semikonduktor ketika terinduksi oleh energi foton yang sesuai (Aliah dan Karlina, 2015). Dalam aktivitas fotokatalis, jumlah energi foton mempenentuani banyaknya senyawa zat warna yang terdegradasi. Fotodegradasi umumnya memerlukan suatu katalis yang bersifat semikonduktor yaitu seperti TiO<sub>2</sub>, ZnO, dan CdS.

Tahun-tahun terakhir, banyak digunakan  $TiO_2$  sebagai katalis semikonduktor untuk degradasi limbah zat warna.  $TiO_2$  memiliki celah pita yang relatif tinggi (3,2 eV), untuk celah pita tersebut membutuhkan panjang gelombang 388 nm agar dapat melakukan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, yang membatasi kemampuannya untuk bekerja dalam rentang cahaya tampak dan membatasi kepekaannya terhadap rekombinasi fotogenerasi *electron-hole*, yang mana hal tersebut menurunkan aktivitas fotokatalitiknya.

Banyak upaya telah dilakukan untuk mencapai tujuan ini melalui berbagai teknik modifikasi. Metode yang paling efektif untuk meminimalkan laju rekombinasi tingkat elektron dan memperpanjang tepi penyerapan TiO2 dari daerah ultraviolet ke cahaya tampak adalah dengan doping TiO<sub>2</sub> dengan kation logam. Dari banyak logam transisi, besi telah dianggap sebagai dopan yang sesuai. Adanya logam besi sebagai dopan dapat membuat energi *band gap* pada  $TiO_2$  berkurang sehingga aktif pada sinar tampak. Di mana,  $Fe^{3+}$  memiliki radius 0,64 Å yang dapat memudahkan Fe<sup>3+</sup> untuk masuk dalam matriks TiO<sub>2</sub> (Li, et al., 2008). Menurut penelitian Othman, et al., (2011), dopan logam Fe<sup>3+</sup> pada TiO<sub>2</sub> dapat menggeser serapan dari sinar UV ke sinar tampak, dalam penelitian tersebut digunakan konsentrasi dopan logam Fe<sup>3+</sup> sebanyak 0,05%, 0,125%, dan 0,25% dan didapatkan nilai optimum pada 0,125% (Pratiwi, et al., 2020). Selanjutnya, studi tentang penggunaan penambahan dopan Fe<sup>3+</sup> pada TiO<sub>2</sub> untuk degradasi suatu pewarna azo (Reactive Brilliant X-3B), menghasilkan degradasi fotokatalitik yang optimal pada 0,1% dopan besi (Qi, et al., 2005). Di mana, deposisi Fe yang berlebihan pada  $TiO_2$  menyebabkan terbentuknya  $Fe(OH)^{2+}$ .

Proses sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe sebagai media fotokatalis dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti sol-gel, deposisi uap (*Chemical Vapor Deposition*), disosiasi termal, deposisi uap fisik (*Physical Vapor Deposition*), dan sonikasi. Di antara metode tersebut, penggunaan sonikasi diyakini dapat membantu dalam mencapai karakteristik morfologi yang lebih baik dan proses sintesis yang lebih intensif. Beberapa penelitian mengkonfirmasikan peran dari *ultrasound* dalam memberikan ukuran partikel yang lebih rendah untuk bahan yang diperoleh (Neppolian, *et al.*, 2003). Menurut Awati, *et al.*, (2003), sintesis TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode sonikasi dapat menciptakan stabilitas termal yang lebih tinggi, juga distribusi atau dispersi nanopartikel yang lebih seragam dalam skala (4–18 nm) untuk digunakan sebagai fotokatalis. Sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe telah banyak dilakukan oleh para peneliti untuk mendegradasi limbah zat warna seperti metil violet .

Beragam parameter analisis yang digunakan yaitu, massa katalis dan variasi komposisi dopan. Sebuah penelitian mengenai sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe menggunakan metode kopresipitasi, yang didoping dengan 0,1% Fe menunjukkan aktivitas fotokatalitik tertinggi untuk degradasi metilen biru (MB) di bawah simulasi radiasi cahaya matahari selama 4 jam (Ganesh, *et al.*, 2012). Pada penambahan massa katalis, jumlah massa yang berlebihan akan mengurangi efisiensi proses degradasi zat warna. Reddy, *et al.*, (2016) melakukan sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe untuk mendegradasi zat warna *naphthol blue black* (NBB) dengan metode sonofotokatalis, massa terbanyak yaitu 4 g/L dan 3 g/L yang digunakan untuk fotokatalis dan memberikan hasil masing-masing 58% dan 55%.

Pada penelitian ini, akan dilakukan sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dengan variasi komposisi dopan logam Fe<sup>3+</sup> untuk mendegradasi limbah zat warna metil violet menggunakan metode sonikasi, yang kemudian dikarakterisasi menggunakan instrumen X-ray *Diffraction* (XRD), X-Ray *Fluorescense* (XRF), dan UV-Vis/*Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS). Uji efektivitas fotodegradasi akan dilakukan dengan memvariasikan komposisi dopan  $\mathrm{Fe}^{3+}$  dan massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe.

#### 1.2 Rumusan Masalah

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

- Bagaimana hasil karakterisasi sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe menggunakan instrumentasi XRF, XRD dan UV-Vis/DRS?
- Berapa komposisi dopan logam Fe<sup>3+</sup> optimum pada fotodegradasi metil violet menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>-Fe?
- Bagaimana pengaruh massa fotokatalis terhadap aktivitas fotodegradasi metil violet menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>-Fe?
- 4. Bagaimana uji efektivitas degradasi metil violet menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe?

# 1.3 Tujuan

Tujuan dari percobaan ini yaitu, agar:

- Mengetahui hasil karakterisasi sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe menggunakan instrumentasi XRF, XRD dan UV-Vis/DRS.
- Mengetahui komposisi dopan logam Fe<sup>3+</sup> optimum pada fotodegradasi metil violet menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>-Fe.
- Mengetahui pengaruh massa fotokatalis terhadap aktivitas fotodegradasi metil violet menggunakan katalis TiO<sub>2</sub>-Fe.
- 4. Mengetahui hasil uji efektivitas degradasi metil violet menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe.

#### 1.4 Batasan Masalah

Batasan-batasan permasalahan dalam percobaan ini adalah:

- Komposisi dopan Fe<sup>3+</sup> yang digunakan sebesar 0,5%; 0,75%; 1,0%; dan 1,25%.
- 2. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sonikasi.
- Karakterisasi dilakukan dengan instrumen XRF, XRD, dan Spektrofotometer UV-Vis/DRS.
- 4. Waktu lama penyinaran yang digunakan adalah 90 menit.
- Variasi massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe yang digunakan yaitu 0,03; 0,06; 0,10; dan 0,20 gram.
- Pengukuran konsentrasi fotodegradasi zat warna dilakukan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.
- Sampel zat warna yang digunakan sebagai material uji aktivitas adalah metil violet 10 mg/L.
- 8. Sumber sinar fotodegradasi berasal dari lampu halogen

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian ini diharapkan dapat memberi informasi mengenai karakteristik dan aktivitas fotokatalisis TiO<sub>2</sub> terdoping besi, yang juga dapat digunakan sebagai dasar pengembangan dan pemanfaatan fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping besi dalam mendegradasi limbah zat warna metil violet. Serta sebagai pola konsep baru dalam sintesis material TiO<sub>2</sub> terdoping besi dan pengembangan konsep dalam mendegradasi zat warna.

#### BAB II

#### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Zat Warna Metil Violet dalam Limbah Tekstil

Metil violet merupakan zat warna jenis trifenil metana yang memberikan warna ungu. Zat warna ini memiliki kestabilan yang tinggi sehingga sulit terdegradasi di ekosistem perairan (Astuti, 2015). Selain itu, kandungan metil violet yang tinggi di perairan juga dapat mengurangi intensitas cahaya yang masuk ke wilayah perairan (Rahchamani, *et al.*, 2011).



Gambar 2. 1 Struktur molekul metil violet (Muthuraman dan Teng, 2010)

Berdasarkan studi yang dilakukan Black, *et al.*, (1980) dalam Azmi, *et al.*, (1998) didapatkan bahwa anilin yang terdapat dalam senyawa ini bersifat toksik, mutagenik dan karsinogenik. Bahan kimia ini dapat memicu tumor pada beberapa spesies ikan yang hidup di dasar perairan, sehingga diperlukan penanganan untuk mengatasi zat-zat tersebut saat menjadi limbah, salah satunya dengan fotokatalis (Hardeli, 2014). Faktor-faktor yang dapat dapat mempengaruhi proses degradasi fotokatalitik adalah jenis fotokatalis, intensitas cahaya, konsentrasi substrat,

jumlah katalis, pH, jenis pelarut, zat pengoksidasi dan suhu kalsinasi (Choquette-Labbé, *et al.*, 2014).

Limbah zat warna metil violet dapat didegradasi menggunakan fotokatalis menjadi molekul yang lebih sederhana yaitu CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Saquib and Muneer, 2003). Pada penelitian yang dilakukan oleh Saeed, *et al.*, (2017) menyatakan bahwa mekanisme metil violet dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Pd dan TiO<sub>2</sub>/Pt yang terjadi didapatkan persen (%) degradasi sebesar 95% pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Pd dan 78% pada TiO<sub>2</sub>/Pt dengan waktu radiasi selama 20 menit dengan mekanismenya sebagai berikut (Saeed, *et al.*, 2017):



Gambar 2. 2 Mekanisme fotodegradasi metil violet

 $TiO_2 + hv$  $\rightarrow e^{-} + h^{+}$ (2.1) $Pd/Pt + e^{-}$  $\rightarrow Pd^{-}/Pt^{-}$ (2.2) $Pd^{-}/Pt^{-} + O_2$  $\rightarrow 0_2^{-}$ (2.3) $H_2O/OH^- + h^+$  $\rightarrow OH$ (2.4)Zat Warna  $+ \cdot O_2^-$ →Produk Degradasi (2.5)Zat Warna  $+ \cdot OH$  $\rightarrow$ Produk Degradasi (2.6)

Di mana reaksi yang mungkin terjadi adalah (Saeed, et al., 2017),

#### 2.2 Material Semikonduktor TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis

Semikonduktor adalah bahan yang memiliki nilai hambatan jenis antara konduktor dan isolator yakni sebesar 10-6 sampai 104 Ωm. Kelompok elemen silikon dan germanium merupakan bahan semikonduktor yang paling umum, yang mana memiliki resistivitas listrik menengah antara 10-6  $\Omega$ m (Garland, et al., 2003). Semikonduktor memiliki pita valensi yang terisi penuh dan pita konduksi yang kosong. Kedua pita dipisahkan oleh celah yang disebut energi band gap. Energi band gap terjadi karena adanya overlapping orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menyebabkan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar Eg yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi reduksi yang diinduksi oleh cahaya. Pada saat terjadi eksitasi yang melewati Eg diperlukan waktu tenggang dalam skala nanosekon untuk menghasilkan pasangan *electrone-hole* sebagai hasil eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Nogueira dan Jardim, 1993). Pada semikonduktor nilai energi gap tidak terlalu besar (0,5 -3,0) eV, hal ini memungkinkan elektron dari pita valensi berpindah ke pita konduksi dengan adanya energi luar yang memenuhi (Kittel, 1979). Besarnya energi celah, posisi pita valensi, serta pita konduksi dari beberapa semikondukor dan komparasinya dengan potensial redoks relatif terhadap standar elektroda hidrogen dapat dilihat pada Gambar 2.3:



Gambar 2. 3 Diagram tingkat energi berbagai tipe semikonduktor (Palupi, 2006)

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) merupakan salah satu semikonduktor yang memiliki luas permukaan yang besar, stabilitas kimia yang tinggi, serta ramah lingkungan. TiO<sub>2</sub> memiliki energi celah pita yang sesuai untuk proses fotokatalis (3,20 eV), sehingga elektron akan mudah melakukan eksitasi ketika diinduksi dengan cahaya ultraviolet. Orbital molekul titania berasal dari ikatan kulit 3d pada atom Ti dan kulit 2p pada atom O (Dastan dan Chaure, 2014). TiO<sub>2</sub> secara mikroskopis memiliki bentuk berupa amorf dan kristal. Kristal TiO<sub>2</sub> mempunyai tiga jenis struktur polimorf yaitu rutil, anatas, dan brukit. Rutil merupakan bentuk kristal paling stabil di antara yang lain, sehingga lebih mudah ditemukan dalam bentuk murninya. Pada fase anatas, proses eksitasi elektron mudah terjadi sehingga anatas merupakan fase kristal paling reaktif terhadap cahaya, sedangkan brukit merupakan jenis kristal paling sulit dimurnikan dari mineralnya (Landmann, *et al.*, 2012). Jenis kristal titania dapat ditampilkan pada Gambar 2.4:



Gambar 2. 4 Struktur TiO<sub>2</sub> fasa (a) rutil; (b) anatas; dan (c) brukit (Landmann, et., 2012)

Anatas dan rutil merupakan struktur yang kerap digunakan dalam proses fotokatalis. Ditinjau dari segi kereaktifannya, struktur kristal anatas dapat menunjukkan aktivitas yang lebih baik daripada yang lain karena anatas memiliki luas permukaan yang lebih besar sehingga sisi aktif (*defect sites*) per unit lebih besar (Sasti, 2011). Menurut Hashimoto, *et al.*, (2005), serbuk TiO<sub>2</sub> dalam bentuk kristal anatas mempunyai potensial reduksi pada pita konduksi sebesar -1,00 V dan potensial oksidasi pada pita oksidasi sebesar +3,00 V dengan ukuran partikel lebih kecil dari pada rutil. Menurut Linsebigler, *et al.*, (1995), struktur anatas dapat teramati dengan suhu pemanasan TiO<sub>2</sub> mulai dari 120°C hingga 500°C dengan membentuk struktur anatas titanium (IV) tetragonal. Hal tersebut diperkuat oleh Lisi (2002) bahwa TiO<sub>2</sub> anatas dapat muncul jika dikalsinasi pada rentang suhu pemanasan antara 400 hingga 650°C.

TiO<sub>2</sub> berbentuk tetragonal dan dapat digambarkan sebagai rantai oktahedron TiO<sub>6</sub>. Perbedaan keduanya terdapat pada distorsi oktahedral dan pola susunan rantai oktahedralnya. Masing-masing ion Ti<sup>4+</sup> dikelilingi oleh enam ion O<sup>2-</sup>. Oktahedral pada struktur rutil mengalami sedikit distorsi ortorombik, sedangkan pada anatas distorsi ortorombiknya cukup besar sehingga relatif tidak simetri. Jarak antara Ti-Ti anatas lebih besar dibandingkan dengan rutil (3,79 dan 3,04 Å dengan 3,57 dan 3,96 Å) sedangkan jarak Ti-O anatas lebih kecil dibanding dengan rutil (1,934 dan 1,980 Å dengan 1,949 dan 1,980 Å). Setiap oktahedron pada struktur rutil dikelilingi oleh sepuluh oktahedron tetangga, sedangkan pada struktur anatas setiap oktahedron hanya dikelilingi delapan oktahedron tetangga. Distorsi ortorombik menyebabkan terjadinya perbedaan luasan aktif, anatas memiliki simetri geometris yang lebih mendukung untuk mengabsorbsi cahaya karena luasan aktifnya lebih besar daripada rutil (Hastuti, 2011).

Proses degradasi menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub> melibatkan pembentukan pasangan *electrone-hole* (e<sup>-</sup>/h<sup>+</sup>) yang mengarah pada pembentukan radikal hidroksil dan anion superoksida. Radikal hidroksil dan anion superoksida adalah spesies pengoksidasi utama dalam proses oksidasi fotokatalitik. Reaksi oksidatif ini akan menghasilkan pemutihan zat warna dan efisiensi degradasi akan bergantung pada konsentrasi oksigen yang menentukan efisiensi penguraian elektron pita konduksi dan pencegahan rekombinasi *electrone-hole*. Sebagai alternatif, elektron dalam pita konduksi dapat diambil oleh molekul zat warna yang teradsorpsi, yang mengarah pada pembentukan anion radikal zat warna (Saquib dan Muneer, 2003).

Banyak pendekatan yang dikembangkan untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub> dalam meningkatkan reaktivitasnya di bawah cahaya tampak ( $\lambda > 400$  nm) sinar matahari dengan doping ion logam menggunakan logam transisi, fotokatalis tereduksi, doping ion non-logam, komposit TiO<sub>2</sub> dengan semikonduktor yang memiliki energi celah pita lebih rendah, *sensitizing* TiO<sub>2</sub> dengan pewarna, dan konversi

tinggi TiO<sub>2</sub> menggunakan agen *luminescene*. Fotoaktivitas cahaya tampak dari TiO<sub>2</sub> dopan logam terjadi akibah tingkat energi baru yang dihasilkan pada celah pita TiO<sub>2</sub> oleh adanya dispersi nanopartikel logam dalam matriks TiO<sub>2</sub>. Elektron dari dopan logam dapat dieksitasi dari keadaan *defect*-nya ke pita konduksi TiO<sub>2</sub> oleh foton dengan energi sebesar *hv*2 (Gambar 2.5). Keuntungan dengan adanya doping ion logam adalah penangkapan elektron dapat ditingkatkan untuk menghambat rekombinasi *electron-hole* selama iradiasi cahaya tampak.



Gambar 2. 5 Mekanisme fotokatalisis TiO<sub>2</sub>: hv1: TiO<sub>2</sub> murni; hv2: TiO<sub>2</sub> dopan logam dan hv3: TiO<sub>2</sub> dopan nonlogam (Zaleska, 2008)

#### 2.3 Dopan Logam Besi pada Material Fotokatalis TiO<sub>2</sub>

Pendekatan yang dapat digunakan untuk penggunaan TiO<sub>2</sub> pada daerah sinar tampak adalah memodifikasi struktur kimianya sehingga terjadi pergeseran penyerapan spektrum ke daerah sinar tampak. Modifikasi fotokatalis TiO<sub>2</sub> melibatkan pengantar (doping) dari logam dan non logam (Wardhani, *et al.*, 2016). Doping TiO<sub>2</sub> dengan ion logam transisi lebih disukai karena logam transisi memiliki subkulit *d* yang kosong dengan ditunjukkannya bilangan oksidasi logam transisi terdiri dari dua atau lebih. Bilangan oksidasi ini dapat bertindak sebagai perangkap potensial untuk elektron yang mengalami fotoregenerasi dan akibatnya

akan menghambat laju rekombinasi. Selain itu, banyak dari logam transisi memiliki potensial redoks lebih rendah daripada kondisi band gap TiO<sub>2</sub>. Sehingga subtitusi ion logam transisi ke dalam kisi TiO2 akan menimbulkan band gap tengah yang menghasilkan pemanjangan serapan ke daerah sinar tampak karena elektron dapat ditransfer dari pita valensi ke band gap atau elektron orbital d dopan dapat dipindahkan ke pita konduksi TiO<sub>2</sub> (Khan dan Berk, 2013). Logam transisi yang digunakan sebagai dopan TiO<sub>2</sub> di antaranya V, Fe, Mo, Pd dan Nb untuk menurunkan band gap. Logam besi memiliki band gap sebesar 2,6 eV, yang dapat menurunkan band gap TiO<sub>2</sub> sehingga meningkatkan efisiensi fotokatalisis dengan menggeser panjang gelombang ke daerah sinar tampak (Nasralla, et al., 2013). Berdasarkan plot Tauc band gap TiO<sub>2</sub> adalah 3,2 eV, dengan adanya doping ion  $Fe^{3+}$  band gap TiO<sub>2</sub> menjadi sekitar 2.9 eV (Ambati dan Gogate, 2018). Li, et al., (2008) menyebutkan bahwa ion Fe<sup>3+</sup> sebagai dopan dapat bertindak sebagai perangkap electrone-hole yang dapat meningkatkan keberlangsungan dari fotokatalis. Doping logam besi ke dalam kisi TiO<sub>2</sub> tidak mengubah struktur katalis. Hal ini terjadi disebabkan oleh dua hal yaitu doping logam besi yang digunakan dalam konsentrasi rendah dan rendahnya perbedaan jari-jari ionik antara Ti<sup>4+</sup> (0,68 Å) dan Fe<sup>3+</sup> (0,64 Å) (Safari, *et al.*, 2013).

Jari-jari ion Fe<sup>3+</sup> yang mirip dengan jari-jari ion Ti<sup>4+</sup> mengindikasikan bahwa doping TiO<sub>2</sub> anatas dengan besi (III) terjadi reaksi padatan subtitusi (Rohman, 2015). TiO<sub>2</sub> yang didoping logam Fe mempertahankan struktur anatas, yang menunjukkan bahwa dopan Fe<sup>3+</sup> secara subtitusional digabungkan ke dalam kerangka TiO<sub>2</sub>, menggantikan kation Ti<sup>4+</sup> (Sood, *et al.*, 2015).

Ali, et al., (2017) melaporkan meningkatnya konsentrasi doping Fe<sup>3+</sup>, dapat menurunkan aktivitas fotokatalitik TiO2. Hal ini dapat terjadi karena meningkatnya pembentukan perangkap pembawa muatan yang dapat meningkatkan rekombinasi *electron-hole*, karena jumah pembawa muatan yang lebih rendah mencapai permukaan fotokatalis untuk proses degradasi zat warna. Selain itu pada konsentrasi doping yang lebih tinggi, akumulasi dopan terjadi pada permukaan katalis yang dapat mengurangi kedalaman penetrasi cahaya. Selain itu, akumulasi dopan menutupi bagian fotosensitif permukaan fotokatalis, sehingga mengurangi situs aktif permukaan dan degradasi zat warna menjadi berkurang. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Sood, et al., (2015), doping TiO<sub>2</sub> dengan Fe<sup>3+</sup> dalam konsentrasi 0,025; 0,05; 0,075; dan 0,1 mol%, menunjukkan bahwa konsentrasi optimum dopan Fe<sup>3+</sup> adalah 0,05 dan 0,075 mol% dalam degradasi senyawa organik. Sedangkan dalam konsentrasi yang lebih tinggi yaitu 0,1 mol%, ion Fe<sup>3+</sup> berperan sebagai pusat rekombinasi yang dapat menurunkan efesiensi fotodegradasi.

#### 2.4 Sintesis Material TiO<sub>2</sub>-Fe dengan Metode Sonikasi

Metode sonikasi atau atau ultrasonikasi dengan menggunakan gelombang ultrasonik yang dapat mempercepat proses pelarutan suatu materi dengan prinsip pemecahan reaksi intermolekuler, sehingga terbentuk suatu partikel yang berukuran nano. Gelombang tersebut ditembakkan kedalam medium cair sehingga menghasilkan gelembung kavitasi yang dapat menyebabkan partikel memiliki diameter dalam skala nano (Suslick dan Price, 1998). Fenomena kavitasi merupakan pembentukan, pertumbuhan, dan ledakan gelembung di dalam larutan, yang menghasilkan suhu dan tekanan yang sangat tinggi yang tidak dapat dicapai dengan metode lain. Selain itu, kelebihan dari metode sonikasi adalah dispersi nanopartikel yang lebih seragam, luas permukaan yang lebih tinggi, stabilitas termal yang lebih baik, dan kemurnian fasa (Colmenares, *et al.*, 2013).



Gambar 2. 6 Alat sonikasi (Bethi dan Sonawane, 2018)

Gelembung kavitasi umumnya diklasifikasikan menjadi dua jenis: *stable* (stabil) dan *transient* (sementara). Gelembung kavitasi yang stabil mengalami banyak siklus kompresi dan penghalusan dan sering kali berosilasi secara non-linier di sekitar daerah keseimbangan. Gelembung kavitasi yang sementara hanya sekali atau beberapa siklus akustik dan berkembang sangat cepat hingga setidaknya dua kali lipat ukuran awalnya sebelum runtuh dengan keras menjadi gelembung yang lebih kecil (Chemat, *et al.*, 2016). Selama proses kavitasi berlangsung, terjadi *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung), yaitu pecahnya gelembung yang kecil akibat suara. *Bubble collapse* ini mengakibatkan terjadinya hot spot yaitu pemanasan lokal yang intens, tekanan tinggi, dan berlangsung dalam waktu yang singkat pada suhu di atas 5000°C, tekanan sekitar 1000 atm, dan laju pemanasan dan pendinginan di atas 1010°K/s. Dengan demikian, kavitasi berfungsi sebagai sarana untuk memusatkan energi suara yang menyebar ke dalam serangkaian kondisi tertentu untuk menghasilkan material yang berbeda dari prekursor terlarut

yang secara umum mudah menguap (Suslick dan Price, 1998).

Daerah antarmuka di sekitar gelembung kavitasi memiliki suhu, tekanan, dan gradien medan listrik yang cukup besar. Pemberian gelombang ultrasonik pada suatu larutan akan menyebabkan molekul-molekul dalam larutan berosilasi terhadap posisi rata-ratanya. Pergerakan cairan ini disebabkan oleh aliran molekul pelarut yang sangat cepat di sekitar gelembung kavitasi. Larutan mengalami regangan dan rapatan. Ketika energi gelombang ultrasonik yang diberikan cukup besar, maka regangan gelombang dapat memecah ikatan molekul antar larutan, dan gas-gas yang terlarut di dalam larutan akan terperangkap akibat molekul larutan yang ikatannya terpecah ketika timbul rapatan kembali. Akibatnya timbul bola-bola berongga atau gelembung-gelembung berisi gas yang terperangkap, yang dikenal dengan efek kavitasi. Gelembung-gelembung ini bisa memiliki diameter yang membesar sehingga ukurannya maksimum, kemudian berkontraksi dan mengecil sehingga volumenya berkurang, hingga seluruhnya menghilang (Suslick dan Price, 1998).

Kristalinitas nanopartikel TiO<sub>2</sub>-Fe yang disintesis dengan metode sonokimia mengarah pada peningkatan pembentukan partikel kristal dengan fase anatas, serta adanya doping Fe dapat menurunkan ukuran kristal yang terbentuk (Shirsath, *et al.*, 2013). Selain itu, lamanya waktu radiasi ultrasonik mempenentuani fragmentasi partikel dan pembentukan aglomerat atau partikel berukuran lebih besar. Dalam penelitiannya, Ambati and Gogate (2018) melakukan sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping besi dengan metode kovensional dan ultrasonik, dalam variasi waktu 15-60 menit dan variasi suhu 20, 30 dan 40°C. TiO<sub>2</sub>-Fe yang disintesis dengan metode konvensional menghasilkan ukuran kristal 31.15 nm, sedangkan material hasil sintesis dengan metode ultrasonik menghasilkan ukuran kristal yang lebih rendah yaitu 25.43 nm.

Sood, *et al.*, (2015) melakukan sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping besi (III) dengan metode hidrotermal dibantu dengan radiasi ultrasonik menunjukkan konsentrasi dopan yang rendah menghasilkan dispersi ion logam pada kisi TiO<sub>2</sub> atau penggantian ion Ti<sup>4+</sup> oleh ion Fe<sup>3+</sup>. Konsentrasi dopan Fe<sup>3+</sup> yang rendah tidak membentuk fasa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, serta menghasilkan kristal berukuran 25 nm. hasil karakterisasi menggunakan UV-Vis/DRS menunjukkan penyerapan meningkat secara signifikan dengan peningkatan kadungan dopan besi (III). Doping ion Fe<sup>3+</sup> ke dalam matriks TiO<sub>2</sub>, menyebabkan peningkatan penyerapan cahaya, memperluas respon spektral fotokatalis menjadi 426 nm. Dengan meningkatnya kandungan Fe, maka *band gap energy* menurun. B*and gap energy* fotokatalis TiO<sub>2</sub>.



Gambar 2. 7 Pola XRD Nanopartikel TiO<sub>2</sub>-Fe x% (Sood, et al., 2015)

Vargas, *et al.*, (2015) melakukan karakterisasi menggunakan XRF pada material TiO<sub>2</sub> 0,05 dan 0,1%, menunjukkan bahwa doping ion  $Fe^{3+}$  dapat dilakukan hingga 40% pada material sintesis. Selanjutnya penelitian dari Gareso,
*et al.*, (2021) yang mensintesis TiO<sub>2</sub> terdoping Fe dengan konsentrasi dopan 1% dan 2%, dimana hasil karakterisasi XRF pada penelitiannya menunjukkan kandungan oksida besi (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan kandungan unsur Fe pada nanopartikel TiO<sub>2</sub>-Fe meningkat dari 0,24% menjadi 0,71% seiring dengan peningkatan rasio dopan Fe dari 1% menjadi 2%. Namun kandungan titanium dioksida pada sampel sedikit menurun dari 98,84% menjadi 98,07%. Menurunnya kandungan unsur Ti seiring meningkatnya dopan Fe mengindikasikan bahwa ion Ti<sup>4+</sup> (0,64 Å) dapat digantikan oleh Fe<sup>3+</sup> (0,68 Å). Solano, *et al.*, (2019) melaporkan *band gap energy* mengalami penurunan 1 eV dengan penambahan 0,1% Fe<sup>3+</sup>, tanpa mengubah posisi tepi pita valensi TiO<sub>2</sub> dengan menambah tingkat energi baru (Fe<sup>3+</sup>/Fe<sup>4+</sup>) dari transisi ion Fe ke dalam *band gap* TiO<sub>2</sub>.



Gambar 2. 8 Spektra UV-Vis/DRS Energi Celah Pita dari nanopartikel TiO<sub>2</sub>-Fe (Solano, et al., 2019)

## 2.5 Pemuatan Katalis pada Fotodegradasi Limbah Zat Warna

Pengembanan material pendukung pada fotokatalis dapat meningkatkan laju degradasi secara signifikan. penambahan massa katalis yang optimal mempenentuani konsentrasi awal zat terlarut yang dapat meningkatkan luas permukaan dan ketersediaan situs aktif. Sebaliknya, jika penambahan fotokatalis berlebih pada batas tertentu, maka akan terbentuk agregasi yang diakibatkan oleh kekeruhan suspensi sehingga menurunkan aktivitas fotokatalitik dalam penyerapan energi foton (Kansal, *et al.*, 2007). Penelitian dari Shirsath, *et al.*, (2013), melakukan pemuatan katalis pada degradasi kristal violet, untuk tiga beban katalis yang berbeda yaitu 0,1; 0,2 dan 0,3 g/L. Kemudian didapatkan bahwa tingkat degradasi meningkat secara signifikan dengan peningkatan dosis katalis. Pada katalis Fe-TiO<sub>2</sub> 1,2 mol%, menghasilkan lebih dari 80% degradasi kristal violet untuk massa katalis 0,3 g/L.



Gambar 2. 9 Pemuatan katalis pada degradasi kristal violet (Shirsath, et al., 2013)

# 2.6 Perspektif Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan dan Penanggulangannya

Allah telah menciptakan bumi dan alam semesta dengan sangat kompleks dan luas cakupannya, Allah juga mempersilahkan umat manusia untuk mengeksplorasi dan memberdayakan hasil alam. Artinya Manusia dalam memenuhi kebutuhannya dapat memanfaatkan sumberdaya alam yang tersedia. Akan tetapi dunia global saat ini sedang dihadapkan oleh persoalan serius yang menentukan kelangsungan hidup manusia dan alam semesta yaitu kerusakan lingkungan. Kerusakan lingkungan saat ini bersifat multidimensi atau kerusakan yang tidak hanya berpusat pada lingkungan saja, melainkan pada moral dan akhlak manusia (Nurhayati, *et al.*, 2018).

Kerusakan lingkungan merupakan salah satu ancaman berbahaya bagi kelangsungan hidup manusia. Perusakan lingkungan adalah tindakan yang menimbulkan perubahan secara langsung maupun tidak langsung terhadap sifat fisik atau hayati lingkungan sehingga kualitas lingkungan menurun dan menyebabkan lingkungan tidak dapat berfungsi sesuai kegunaannya. Rusaknya lingkungan berdampak pada kehidupan manusia dan menyebabkan timbulnya bencana, salah satunya seperti pencemaran lingkungan (Abdurrahman, 1986). Dijelaskan dalam al-Qur'an Surat Ar-Ruum ayat 41 yang berbunyi:

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)" (Q.S Ar-Ruum (30): 41)

Dalam konsep Islam, manusia adalah khalifah yakni sebagai wakil atau duta Tuhan di muka bumi, dengan kedudukannya sebagai khalifah Allah swt dimuka bumi, manusia akan dimintai tanggungjawab dihadapannya. Tentang bagaimana ia melaksanakan tugas suci kekhalifahannya. Oleh sebab itu dalam melaksanakan tanggungjawab itu manusia dilengkapi dengan berbagai potensi seperti akal pikiran yang memberikan kemampuan bagi manusia berbuat demikian (Ilyas, 2016).

Salah satu bentuk ikhtiar dalam bertanggungjawab menanggulangi kerusakan lingkungan ialah dengan modifikasi fotokatalis semikonduktor dengan

menambahkan material dopan untuk memaksimalkan proses degradasi polutan organik seperti limbah zat warna. Modifikasi tersebut dilakukan dengan cara mendoping pada material semikonduktor TiO<sub>2</sub> fasa anatas dengan dopan logam besi (Fe<sup>3+</sup>) untuk menghasilkan material responsif terhadap sinar tampak dengan menggunakan metode sonikasi. Hasil sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe akan diaplikasikan untuk mendegradasi polutan organik seperti zat warna metil violet dengan bantuan sinar ultraviolet (UV). Usaha penanggulangan limbah zat warna dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub> ini diharapkan dapat bermanfaat bagi lingkungan karena menjaga lingkungan merupakan kewajiban bagi seluruh umat manusia.

## **BAB III**

## METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan April - Juli 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

## 3.2 Alat dan Bahan

## 3.2.1 Alat

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

## 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam kegiatan penelitian ini adalah titanium (IV) dioksida (TiO<sub>2</sub>) anatas (Sigma Aldrich, 97%), besi (III) nitrat (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) (Merck, 99%), isopropanol (Merck, 99,5%), NaOH 10 M (Merck), etanol p.a (Merck, 99,9%), akuades, dan metil violet 10B.

## **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian yang akan dilakukan adalah sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping besi menggunakan metode sonikasi dengan perkursor titanium (IV) dioksida (TiO<sub>2</sub>) anatas dan besi (III) nitrat sebagai sumber besi. Material hasil sintesis akan dikarakterisasi komposisi dan persentase unsur-unsur kimianya menggunakan XRF, karakterisasi struktur dan ukuran kristalnya menggunakan XRD, dan analisis daerah serapan serta *band gap* material hasil sintesis menggunakan UV-Vis/DRS. Uji efektivitas fotodegradasi akan dilakukan dengan variasi komposisi dopan Fe<sup>3+</sup> yaitu 0,5%; 0,75%; 1,0% dan 1,25% serta variasi massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe yaitu 0,03; 0,06; 0,10; dan 0,20 gram untuk mendegradasi metil violet dengan waktu penyinaran selama 90 menit. Selanjutnya, dilakukan uji kontrol dengan kondisi optimum yaitu (1) tanpa katalis, (2) katalis TiO<sub>2</sub> dengan sinar, (3) katalis TiO<sub>2</sub> kondisi gelap.

#### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan-tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu:

- 1. Sintesis material TiO<sub>2</sub> terdoping besi (III) menggunakan metode sonikasi.
- Karakterisasi material TiO<sub>2</sub>-Fe hasil sintesis menggunakan instrument XRF, XRD dan UV-Vis/DRS.
- 3. Uji aktivitas fotodegradasi TiO<sub>2</sub>-Fe
  - a. Penentuan komposisi dopan Fe optimum pada fotodegradasi metil violet.
  - b. Pengaruh massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe terhadap fotodegradasi metil violet.
  - c. Uji efektivitas degradasi metil violet menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe.
- 4. Analisis data.

## 3.5 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.5.1 Sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dengan Metode Sonikasi

Sintesis TiO<sub>2</sub> terdoping besi (Fe = 0,5%; 0,75%; 1,0% dan 1,25%) dilakukan dengan menimbang TiO<sub>2</sub> anatas SA. Kemudian ditambahkan 50 mL isopropanol. Campuran kemudian disonikasi menggunakan *ultrasonic vibracell* selama 5 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dicampurkan ke dalam 20 mL akuades. Larutan TiO<sub>2</sub> yang telah disonikasi ditambahkan dengan 2 mL larutan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dan 5 mL larutan NaOH 10 M setiap 30 detik sambil di stirer hingga total 20 mL larutan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dan 50 mL larutan NaOH 10 M habis, lalu di cek pH larutan. Komposisi TiO<sub>2</sub> anatas dan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> yang digunakan mengikuti perhitungan persentase. Campuran kemudian disonikasi selama 30 menit dengan frekuensi rendah 20 KHz. Setelah 30 menit, hasil sonikasi didiamkan selama 2 hari. Endapan yang terbentuk kemudian di sentrifugasi selama 15 menit pada 8000 rpm, dicuci dengan akuades dan etanol, disaring, dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 12 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar agate untuk membentuk pelet dan di kalsinasi pada suhu 450°C selama 3 jam.

#### 3.5.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe

#### 3.5.2.1 Identifikasi Kandungan Unsur dengan X-Ray Fluorescence

Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui presentase kandungan unsur-unsur kimia dalam sampel hasil sintesis. Sampel yang dianalisis dihaluskan dan diletakkan pada *sample holder*, kemudian dilanjutkan dengan penyinaran sinar-X. Data yang akan diperoleh berupa persentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel material fotokatalis.

#### 3.5.2.2 Identifikasi Struktur dengan X-Ray Diffraction

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Difraktometer yang digunakan adalah XRD. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, terisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu-K $\alpha$ . Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 20 pada rentang 5-90°. Pertama sampel TiO<sub>2</sub>-Fe dihaluskan dengan mortar agate untuk membentuk pelet. Kemudian sampel ditempatkan pada preparat dan dipress. Selanjutnya ditempatkan pada sampel holder dan disinari dengan sinar-X.

Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO<sub>2</sub> anatas No. 21-1272 untuk mengetahui karakteristik dari TiO<sub>2</sub> setelah di doping dengan besi. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran kristal ratarata TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer.

# 3.5.2.3 Identifikasi Daerah Serapan dan *Band Gap* dengan Spektrofotometer UV-Vis/Diffuse Reflectance Spectroscopy

Karakterisasi dengan UV-Vis/DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dari material hasil sinteis di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Dari data DRS juga dapat ditentukan energi celah pita material hasil sinteis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 0-800 nm. Hasil dari karakterisasi ini akan menghasilkan grafik energi *band gap* dimana akan menunjukkan grafik hubungan antara foton dengan kuadrat koefisien absorbsi. Besarnya energi *band gap* dapat ditentukan dengan cara menarik garis lurus dari ujung kurva koefisien absorbsi berpotongan dengan sumbu x. Titik potong tersebut yang menunjukkan energi *band gap* dari TiO<sub>2</sub>-Fe.

## 3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Metil Violet

#### 3.5.3.1 Pembuatan Larutan Induk Metil Violet 100 ppm

Pembuatan larutan metil violet dilakukan dengan melarutkan 10 mg metil violet ke dalam beaker glass 100 mL. Kemudian dimasukkan larutan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tepat tanda batas. Setelah itu, dihomogenkan untuk memperoleh larutan induk metil violet 100 ppm.

## 3.5.3.2 Pembuatan Larutan Kurva Standar Metil Violet

Larutan induk metil violet 100 ppm dipipet sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL, selanjutnya masing-masing ditandabataskan dan dihomogenkan dalam labu ukur 50 mL menggunakan akuades sehingga diperoleh metil violet dengan konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Masing-masing larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum larutan induk. Absorbansi masing-masing larutan yang didapatkan kemudian dilakukan pengolahan data menggunakan *microsoft excel* dan diperoleh persamaan regresi linier y = ax + b.

#### 3.5.4 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Violet

# 3.5.4.1 Penentuan Komposisi Dopan Fe Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet

Metil violet 10 ppm sebanyak 25 mL dimasukkan dalam gelas kimia dan ditambahkan 30 mg TiO<sub>2</sub>-Fe pada pH 6,5 lalu diaduk selama 10 menit dengan stirer. Selanjutnya dilakukan penyinaran di bawah sinar matahari selama 90 menit. variasi konsentrasi dopan Fe<sup>3+</sup> yang digunakan yaitu 0,5%; 0,75%; 1,0% dan

1,25%. Larutan metil violet hasil degradasi, masing-masing di sentrifugasi untuk memisahkan antara padatan fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum metil violet.

## 3.5.4.2 Pengaruh Massa Katalis TiO<sub>2</sub>-Fe terhadap Fotodegradasi Metil Violet

Metil violet 10 ppm sebanyak 25 mL dimasukkan dalam gelas kimia dan ditambahkan TiO<sub>2</sub>-Fe pada pH 6,5 lalu diaduk selama 10 menit dengan stirer. Selanjutnya dilakukan penyinaran di bawah sinar matahari selama 90 menit. variasi massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe yang digunakan yaitu 0,03; 0,06; 0,10; dan 0,20 gram. Larutan metil violet hasil degradasi, kemudian disentrifugasi untuk memisahkan antara endapan fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

## 3.5.4.3 Uji Efektivitas Degradasi Metil Violet Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe

Metil violet 10 ppm sebanyak 25 mL dimasukkan dalam gelas kimia 1-4, gelas bertanda 2 dan 3 ditambahkan 30 mg katalis TiO<sub>2</sub> anatas dan gelas bertanda 4 ditambahkan TiO<sub>2</sub>-Fe pada pH 6,5 lalu diaduk selama 10 menit dengan stirer. Variasi uji efektivitas dilakukan di bawah sinar matahari pada gelas bertanda 1,2 dan 4, gelas bertanda 3 dilakukan tanpa sinar matahari selama 90 menit. Larutan metil violet hasil degradasi, masing-masing di sentrifugasi untuk memisahkan antara padatan fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang diperoleh diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

#### 3.5.5 Analisis Data

- Data yang diperoleh dari karakterisasi XRF ditampilkan dalam bentuk tabel yang menunjukkan persentase unsur yang terkandung dalam TiO<sub>2</sub>-Fe. Kandungan unsur-unsur dalam material hasil sintesis dihitung dalam bentuk persentase.
- 2. Difraktogram yang diperoleh dari karakterisasi XRD dibandingkan dengan standar JCPDS TiO<sub>2</sub> anatas No. 21-1272 untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO<sub>2</sub> setelah diberi perlakuan. Ukuran kristal dapat ditentukan berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil XRD dengan persamaan Debye-Scherrer:

di mana, D = ukuran kristal (nm), K = konstanta (0,9),  $\lambda$  = panjang gelombang radiasi (nm) dan  $\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis/DRS akan dianalisa menggunakan persamaan Kubelka-Munk:

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

Di mana F(R) = faktor Kubelka-Munk, K = koefisien absorbsi, S = koefisien scattering dan R = nilai reflektan yang diukur. Nilai energi*band gap* $ditentukan dengan membuat plot antara (F(R)*hv) 2 (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x). hv bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, di mana hv=hc/<math>\lambda$  dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan planck. Energi celah pita dihitung secara garis regresi linier pada nilai x (hv = energi celah pita) ketika y = 0.

- 4. Absorbansi maksimal spektra UV-Vis dari hasil degradasi larutan metil violet dimasukkan ke persamaan regresi (y = ax + b) dari kurva standar untuk mengetahui konsentrasi akhir larutan metil violet setelah proses degradasi. Nilai x yang diperoleh merupakan nilai konsentrasi dari metil violet.
- 5. Berdasarkan hasil perhitungan pada persentase degradasi, maka analisis hasil statistik untuk mengetahui adanya beda nyata dan beda terkecil atau tidak antara variabel terikat (pH) dan variabel kontrol (komposisi, massa) hasil fotodegradasi menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe dilakukan dengan analisis ANOVA Rancangan Acak Kelompok (Two Ways ANOVA) menggunakan aplikasi SPSS. Pada hipotesis digunakan ketentuan sebagai berikut:
  - a. H0 :  $\mu\alpha 1 = \mu\alpha 2 = \mu\alpha 3 = 0$  artinya tidak ada perbedaan pengaruh antara perlakuan satu dengan perlakuan yang lain.
  - b. H1 :  $\mu\alpha 1 \neq \mu\alpha 2 \neq \mu\alpha 3 \neq 0$  artinya minimal terdapat satu pasang perlakuan yang memberikan pengaruh yang berbeda.

Kriteria pengujian hipotesis dilakukan dengan Statistik Uji F dan Nilai Probabilitas (p-value/sig.) yang diketahui berdasarkan hasil pengujian statistika RAK atau Rancangan Acak Kelompok. Untuk Statistik Uji F memiliki ketentuan sebagai berikut:

- Apabila statistik uji F memiliki nilai Fhitung ≥ Ftabel maka H0 ditolak atau H1 diterima. Hal tersebut dinyatakan bahwa terdapat minimal satu pasang perlakuan yang memberikan pengaruh yang berbeda.
- b. Apabila statistik uji F memiliki nilai Fhitung < Ftabel maka H0 diterima atau H1 ditolak. Hal tersebut dinyatakan bahwa tidak terdapat perbedaan pengaruh antar perlakuan yang satu dengan perlakuan yang lain.

Pada penentuan nilai Probabilitas (p-value/sig.) memiliki ketentuan sebagai berikut:

- a. Jika probability < alpha ( $\alpha = 5\%$  (0.05)) maka H0 ditolak atau H1 diterima. Artinya terdapat minimal satu pasang perlakuan yang memberikan pengaruh yang berbeda.
- b. Jika probability > alpha ( $\alpha = 5\%$  (0.05)) maka H0 diterima atau H1 ditolak. Artinya tidak terdapat perbedaan pengaruh antar perlakuan yang satu dengan perlakuan yang lain.

## **BAB IV**

## HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dengan Metode Sonikasi

Sintesis fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe dilakukan dengan metode sonikasi. Penambahan isopropanol berfungsi sebagai medium cair untuk perambatan gelombang dalam proses sonikasi. Sifatnya yang sedikit volatil dan tidak melarutkan kristal yang terbentuk membuatnya digunakan sebagai medium cair. Dalam reaksinya, isopropanol dapat bercampur secara heterogen dan membentuk kristal berukuran nanopartikel (Ambati dan Gogate, 2018). Penambahan Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> adalah sebagai doping logam besi (III) ke dalam struktur TiO<sub>2</sub>, serta penambahan NaOH ke dalam campuran berfungsi untuk mengontrol laju kristalisasi dan agen mineralisasi (Gupta S.M, dan Tripathi M., 2012).



Gambar 4. 1 (a) TiO<sub>2</sub> anatas, TiO<sub>2</sub>-Fe (b) 0,5%; (c) 0,75%; (d) 1,0%; (e) 1,25%.

TiO<sub>2</sub> anatas yang sebelumnya berwarna putih setelah ditambahkan Fe<sup>3+</sup> berubah warna menjadi kuning, yang mana semakin banyak Fe<sup>3+</sup> yang terkandung dalam proses sintesis menghasilkan warna kuning yang semakin pekat. Bentuk fisik dari hasil sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; dan 1,25%) dapat dilihat pada Gambar 4.1.

## 4.2 Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe

## 4.2.1 Identifikasi Kandungan Unsur dengan XRF

Instrumentasi XRF digunakan untuk mengidentifikasi kandungan unsur penyusun serta kandungan pengotor yang ada pada material prekusor maupun material hasil sintesis. Hasil karakterisasi komponen penyusun dan senyawa dari material TiO<sub>2</sub> anatas, TiO<sub>2</sub>-Fe variasi komposisi 0,5%; 0,75%; 1,0%; dan 1,25% dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Unsur dan	Konsentrasi (%)				
Servawa	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub> -Fe	TiO <sub>2</sub> -Fe	TiO <sub>2</sub> -Fe	TiO <sub>2</sub> -Fe
sellyawa	anatas	0,5%	0,75%	1,0%	1,25%
Κ	0,18	-	-	-	-
Ca	0,11	0,12	0,12	0,13	0,12
Ti	98,17	97,54	97,5	97,76	97,56
Fe	-	0,58	0,891	1,26	1,49
Pt	-	0,27	-	0,29	0,29
Р	-	0,1	0,15	0,16	0,15
Os	0,76	0,97	0,92	-	-
W	-	0,39	0,41	0,4	0,39
$K_2O$	0,15	-	-	-	-
CaO	0,1	0,12	0,12	0,13	0,11
TiO <sub>2</sub>	98,29	98,06	97,96	98,15	98
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-	0,46	0,7	0,991	1,17
OsO <sub>4</sub>	0,66	0,71	0,67	-	-
$P_2O_5$	-	0,2	0,26	0,28	0,27
$WO_3$	-	0,27	0,28	0,27	0,26
PtO <sub>2</sub>	-	0,17	-	0,18	0,18

Tabel 4. 1 Kandungan unsur dalam TiO<sub>2</sub> anatas, dan TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%).

Berdasarkan Tabel 4.1, dapat diketahui bahwa TiO<sub>2</sub>-Fe berhasil disintesis. Pada kolom TiO<sub>2</sub> anatas dapat dilihat sebelumnya tidak terdapat kandungan Fe, kemudian setelah dilakukan sintesis,  $Fe_2O_3$  berhasil menjadi dopan. Pada tabel juga dapat dilihat jumlah  $Fe_2O_3$  yang semakin banyak dengan bertambahnya komposisi dopan Fe (III) yaitu untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5% sebanyak 0,46%; TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% sebanyak 0,7%; TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% sebanyak 0,991%; dan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% sebanyak 1,17%.

#### 4.2.2 Identifikasi Struktur dengan XRD

Instrumentasi XRD digunakan untuk mengetahui komposisi fasa kristal serta ukuran kristal dari fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe dengan cara membandingkan standar TiO<sub>2</sub> anatas dari JCPDS no. 21-1272 dan difraktogram sampel. Dalam proses Analisa dengan XRD, digunakan radiasi monokromator sinar-X Cu (1,54059) Å dengan scanning dilakukan pada sudut  $2\theta(^{\circ}) = 5-90$ . Hasil difraktogram dari TiO<sub>2</sub> anatas, TiO<sub>2</sub>-Fe variasi komposisi 0,5%; 0,75%; 1,0%; dan 1,25% dapat dilihat pada Gambar 4.2 berikut.



Gambar 4. 2 Difraktogram hasil XRD Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> JCPDS, TiO<sub>2</sub> anatas JCPDS, TiO<sub>2</sub> anatas sampel, dan TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%).

Difraktorgram pada Gambar 4.2 menunjukan bahwa fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe memiliki struktur kristal yang sama dengan fasa anatas. Dimana, hasil puncak khas dengan intensitas tertinggi yaitu berada pada posisi  $2\theta = 25,22^{\circ}$  untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%,  $2\theta = 25,39^{\circ}$  untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%,  $2\theta = 25,37^{\circ}$  untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% dan  $2\theta =$  $25,38^{\circ}$  untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%, di mana puncak tersebut sesuai dengan puncak khas dari TiO<sub>2</sub> anatas yaitu pada posisi  $2\theta = 25,37^{\circ}$ . Puncak-puncak khas yang tampak pada difraktogram sampel menunjukkan bahwa penambahan dopan Fe (III) tidak mengubah fasa kristal pada TiO<sub>2</sub> anatas.



Gambar 4. 3 Perbesaran difraktogram XRD TiO<sub>2</sub> anatas sampel, dan TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%)

Berdasarkan perbesaran Gambar 4.3 pada puncak difraktogram, terdapat pergeseran pada posisi  $2\theta = 25^{\circ}$ . Penambahan dopan Fe (III) memberikan pengaruh terhadap pergeseran puncak yang disebabkan adanya distorsi struktural akibat substitusi ion Ti<sup>4+</sup> oleh ion Fe<sup>3+</sup> yang memiliki jari-jari atom berbeda (Moalej, dkk., 2019). Distorsi struktural dopan Fe (III) pada kisi TiO<sub>2</sub> menyebabkan penurunan kristalinitas TiO<sub>2</sub>. Penurunan intensitas maupun pergeseran *peak* diduga terjadi karna adanya indikasi defek atau cacat kristal yang terjadi (Kiswanto, 2020). Untuk mengetahui adanya penyebab pergeseran puncak

pada sampel TiO<sub>2</sub>-Fe, dilakukan pengukuran kristal menggunakan persamaan Debye-Scherrer seperti terlampir pada Lampiran 6, yang dirangkum pada Tabel 4.2 berikut.

Fotokatalis	Ukuran kristal (nm)
TiO <sub>2</sub> anatas	51,9303
TiO <sub>2</sub> -Fe 0,5%	54,1617
TiO <sub>2</sub> -Fe 0,75%	48,9943
TiO <sub>2</sub> -Fe 1,0%	48,9943
TiO <sub>2</sub> -Fe 1,25%	54,1617

Tabel 4. 2 Ukuran kristal TiO<sub>2</sub> anatas dan TiO<sub>2</sub>-Fe (0,5%; 0,75%; 1,0%; 1,25%).

Berdasarkan Gambar 4.3 diketahui bahwa sampel TiO<sub>2</sub>-Fe secara keseluruhan memiliki sedikit pergeseran puncak  $2\theta = 25^{\circ}$  dari sampel TiO<sub>2</sub> anatas. Yaitu, pergeseran TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%; dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% lebih kearah kanan, sedangkan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5% memiliki pergeseran yang lebih kearah kiri. Pada Tabel 4.2, dapat dilihat ukuran kristal dari masing-masing sampel. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% memiliki ukuran kristal yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%; TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5% dan TiO<sub>2</sub> anatas. Hal ini dipengaruhi oleh nilai FWHM yang berkaitan dengan intensitas masing-masing bidang kristal (Masruroh, dkk., 2013). Dimana, TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% memiliki nilai FWHM yang lebih besar.

## 4.2.3 Identifikasi Daerah Serapan Band Gap dengan UV-Vis/DRS

Spektrofotometri UV-Vis/DRS digunakan untuk mengidentifikasi daerah serapan sinar dan energi *band gap* material hasil sintesis. Karakterisasi juga dilakukan pada TiO<sub>2</sub> anatas sebagai pembanding TiO<sub>2</sub>-Fe yang telah disintesis. Pada penelitian ini terdapat tiga plot grafik hasil karakterisasi UV-Vis/DRS. Grafik pertama yaitu menunjukkan hubungan antara panjang gelombang dan persentase (%) reflektansi di mana terjadi perubahan dan perbedaan antara  $TiO_2$ dengan  $TiO_2$ -Fe pada daerah panjang gelombang 400-800 nm, grafik tersebut disajikan pada Gambar 4.4 berikut,



Gambar 4. 4 Grafik hubungan antara % reflektansi dengan panjang gelombang

Pada panjang gelombang 200-360 nm berturut-turut sampel yang memiliki %reflektansi paling tinggi ke rendah yaitu, TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%; TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%; TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%; kemudian TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% dan TiO<sub>2</sub> anatas memiliki %reflektansi yang sama, sehingga pada rentang panjang gelombang ini TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki efektifitas yang sama dengan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan. Pada panjang gelombang 360-520 nm, terjadi perubahan pada masing-masing %reflektansi sampel, berturut-turut dari yang tertinggi yaitu TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%; TiO<sub>2</sub> anatas; TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%; serta untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki %reflektansi yang sama, sehingga pada rentang panjang gelombang ini TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki %reflektansi yang sama, sehingga

efektifitas yang lebih baik dari TiO<sub>2</sub> tanpa dopan. Pada panjang gelombang 520-800 nm %reflektansi TiO<sub>2</sub> dan semua variasi komposisi TiO<sub>2</sub>-Fe menjadi semakin konstan dan memiliki %reflektansi yang hampir sama. Hal ini berarti, secara keseluruhan dari Gambar 4.4 pada daerah sinar UV dan sinar tampak TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki %reflektansi yang rendah, dan memungkinkan untuk lebih efektif dalam uji aktivitas fotodegradasi.

Grafik kedua dibuat dengan menggunakan teori Kubelka-Munk yaitu persamaan yang menyatakan nilai F(R) sebanding dengan koefisien absorpsi per scattering (k/s). Persamaan ini dilakukan untuk mempelajari sifat serapan sampel padatan. Grafik ini disajikan pada Gambar 4.5, TiO<sub>2</sub> anatas dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% pada daerah panjang gelombang 200-385 nm memiliki tingkat nilai koefisien absorpsi per faktor scattering yang hampir sama, kemudian diikuti berturut-turut TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%; TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%; dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%. Sehingga pada rentang panjang gelombang ini TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki efektifitas yang sama dengan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan. Pada panjang gelombang 385-580 nm terjadi perubahan koefisien absorpsi pada masing-masing sampel, yaitu pada TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki nilai yang sama, kemudian diikuti berturut-turut TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%; TiO<sub>2</sub> anatas; dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%, sehingga pada rentang panjang gelombang ini TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% dan TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki efektifitas yang lebih baik jika dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan. Terakhir, pada panjang gelombang 585 nm menuju 800 nm semua sampel cenderung memiliki nilai koefisien absorpsi yang hampir sama. Hal tersebut memberikan kesimpulan secara keseluruhan mengenai grafik Gambar 4.5, bahwa pada sinar UV dan sinar tampak sampel TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memungkinkan untuk lebih efektif dalam uji aktivitas fotodegradasi



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

Analisa grafik terakhir yaitu nilai energi celah pita atau *band gap* yang dapat diperoleh dengan memplotkan garis lurus yang memotong sumbu x pada grafik hubungan antara energi (eV) dengan  $(F(R)*hv)^{1/2}$ . TiO<sub>2</sub> anatas memiliki *Eg* sebesar 3,19 eV, TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5% memiliki *Eg* sebesar 3,05 eV, TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki *Eg* sebesar 3,00 eV, TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% memiliki *Eg* sebesar 2,90 eV, dan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% memiliki *Eg* sebesar 2,81 eV. Semakin banyak komposisi dopan yang terkandung dalam TiO<sub>2</sub>, energi celah pita (*Eg*) yang dimiliki juga semakin kecil. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub>-Fe dapat menghasilkan energi celah pita yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> anatas. Perbedaan energi celah pita dapat dilihat pada Gambar 4.6 sedangkan perbandingan energi celah pita dapat dilihat pana panjang gelombang dirangkum dalam Tabel 4.3, perhitungan untuk daerah serapan panjang gelombang dan energi celah pita dapat dilihat pada lampiran 7.



Gambar 4. 6 Grafik energi celah pita TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-Fe

Tabel 4. 3 Nilai energi celah pita dan daerah serapan panjang gelombang

Fotokatalis	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
$TiO_2$ anatas	3,19	388,97
TiO <sub>2</sub> -Fe 0,5%	3,05	406,82
TiO <sub>2</sub> -Fe 0,75%	3,00	413,60
TiO <sub>2</sub> -Fe 1,0%	2,90	427,87
TiO <sub>2</sub> -Fe 1,25%	2,81	441,57

Penurunan energi celah pita pada  $TiO_2$ -Fe disebabkan adanya penambahan dopan besi (III) ke dalam matriks  $TiO_2$  yang menyebabkan pergeseran merah sehingga meningkatkan absorbansi sinar ke daerah sinar tampak. Pergeseran merah tersebut dapat disebabkan oleh transisi transfer muatan antara elektron (e-) dopan besi (III) pada subkulit *d* ke pita konduksi  $TiO_2$  (Li, dkk., 2008). Berdasarkan Gambar 4.7 dapat diketahui bahwa Fe<sup>3+</sup> membuat tempat perangkap dangkal di donor dan tingkat akseptor. Hal ini yang membuat menurunnya energi celah pita, dimana berarti pada gambar pita konduksi  $TiO_2$  yang didoping Fe<sup>3+</sup> dapat menyerap lebih banyak cahaya di wilayah sinar tampak daripada yang tidak

didoping, dengan demikian aktivitas fotokatalitik akan optimal di sinar tampak dan akan menurun di bawah sinar UV (Lin, dkk., 2012).



Gambar 4. 7 Skema diagram energi TiO<sub>2</sub> tanpa dopan dan terdoping Fe<sup>3+</sup> (Lin, dkk., 2012).

#### 4.3 Uji Aktivitas Fotodegradasi Zat Warna Metil Violet

## 4.3.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Metil Violet

Panjang gelombang maksimum adalah daerah serapan (absorbansi) terbesar dan dipengaruhi oleh warna larutan. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada rentang panjang gelombang 200-800 nm. Konsentrasi metil violet yang digunakan adalah 10 ppm dengan pelarut akuades.

Berdasarkan Gambar 4.8 dapat diketahui bahwa metil violet memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 590 nm. Hal tersebut sesuai dengan penelitian dari Shirsath, dkk, (2013) yang melakukan pengukuran panjang gelombang maksimum metil violet dan menghasilkan absorbansi maksimum pada serapan 590 nm.



Gambar 4. 8 Grafik panjang gelombang maksimum metil violet

## 4.3.2 Kurva Standar Zat Warna Metil Violet

Pembuatan kurva standar larutan metil violet dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan menggunakan spektrofotometri UV-Vis dalam konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm pada panjang gelombang maksimum, yaitu 590 nm dan blanko berupa pelarut akuades. Penentuan kurva standar ini bertujuan untuk menentukan hubungan linearitas antara konsentrasi zat warna metil violet dengan absorbansi. Hasil absorbansi yang telah diperoleh, dibuat grafik sehingga akan menghasilkan persamaan regresi y = ax + b, dimana y merupakan absorbansi sedangkan x adalah konsentrasi sampel. Hasil pengukuran kurva standar metil violet ditunjukkan pada Gambar 4.9 berikut.



Gambar 4.9 Kurva standar metil violet

Berdasarkan Gambar 4.9 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi larutan metil violet maka nilai absorbansinya juga akan semakin meningkat. Hal ini sesuai dengan hukum Lambert-Beer bahwa radiasi yang diserap akan sebanding dengan konsentrasi larutan sampel yang di ukur. Persamaan regresi yang diperoleh dari kurva standar metil violet dalam penelitian ini adalah y = 0,20304x - 0,12647 dengan nilai koefisien regresi R<sup>2</sup> = 0,99634. Hasil koefisien korelasi (R<sup>2</sup>) yang mendekati 1 menandakan persamaan regresi tersebut linear dan dapat digunakan sebagai acuan dalam penentuan konsentrasi metil violet dalam proses uji fotodegradasi.

# 4.3.3 Penentuan Komposisi Dopan Fe Optimum pada Degradasi Zat Warna Metil Violet

Penentuan komposisi dopan Fe optimum pada degradasi metil violet dilakukan untuk mengetahui massa terbesar dari suatu fotokatalis yang menghasilkan persentase degradasi tertinggi. Sumber sinar yang digunakan yaitu lampu halogen. Grafik hasil uji aktivitas fotodegradasi variasi komposisi dopan dapat dilihat pada Gambar 4.10.



Gambar 4. 10 Grafik hasil degradasi variasi komposisi dopan

Berdasarkan Gambar 4.10 dapat diketahui pengaruh komposisi dopan besi terhadap tingkat degradasi zat warna metil violet. Dimana, hasil aktivitas kandungan dopan Fe terus meningkat dari 0,5% hingga 1,0%, tetapi pada komposisi 1,25% aktivitas fotodegradasi menurun. Dengan demikian, dopan Fe 1,0% dianggap sebagai doping optimal. Pada komposisi dopan 0,5; 0,75; 1,0; dan 1,25% hasil aktivitas fotokatalis yang di dapatkan berturut-turut yaitu sebanyak 68,54%; 78,44%; 83,23% dan 82,32%.

Peningkatan jumlah % degradasi terjadi dikarenakan adanya penambahan dopan besi ke dalam matriks TiO<sub>2</sub> yang menyebabkan pergeseran merah sehingga meningkatkan absorbansi sinar ke daerah sinar tampak. Fe<sup>3+</sup> membuat tempat perangkap dangkal di donor dan tingkat akseptor seperti pada Gambar 4.7. Hal tersebut yang membuat menurunnya energi celah pita, dan membuat semakin banyaknya OH• yang terbentuk, sehingga hasil dari aktivitas fotodegradasi nya pun meningkat. Namun, pada penurunan aktivitas setelah nilai optimum terjadi di sebabkan perilaku Fe (III) sebagai pusat rekombinasi. Menurut penelitian dari Shirsath, dkk (2013) menyatakan, jumlah dopan akan mempengaruhi penurunan celah pita yang dihasilkan melalui rekombinasi. Tetapi pada jumlah dopan yang melebihi optimum, ion besi memiliki perilaku sebagai pusat rekombinasi (*recombination center*), karena transfer elektron/hole ke interface akan lebih sulit dan membuat aktivitasnya menurun.

Peninjauan berdasarkan nilai koefisien absorbsi dan *band gap* (tabel 4.3) dari hasil karakterisasi mengunakan instrumentasi UV-Vis/DRS, yaitu TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% dan 1,25% merupakan komposisi dopan yang sesuai. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75% memiliki koefisien absorpsi yang lebih tinggi dan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25% memiliki nilai band gap yang paling kecil, hal ini memungkinkan proses fotodegradasi berjalan dengan lebih baik. Namun, pada penelitian ini TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% didapatkan sebagai komposisi optimum. Perbedaan antara hasil dari uji aktivitas dan hasil karakterisasi dapat terjadi dikarenakan adanya beragam faktor yang berpengaruh dalam fotodegradasi, yaitu luas permukaan, intensitas cahaya, konsentrasi zat warna, jumlah katalis dan pH larutan (Choquette-Labbé, *et al.*, 2014). Sehingga dalam penelitian ini dihasilkan komposisi optimum yang berbeda untuk karakterisasi dan uji aktivitas fotodegradasi.

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.4 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.01 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu komposisi atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan. Kemudian, berdasarkan notasi dapat diketahui bahwa persentase degradasi dari komposisi dopan 0,5%; 0,75% dan 1,0% memiliki perbedaan yang signifikan. Komposisi 1,25% memiliki perbedaan yang signifikan dengan 0,5% dan 0,75%. Terakhir, komposisi 1,25% dan 1,0% tidak berbeda signifikan.

	si aspani i e termaaap rotoae	Bruader mount
Variasi komposisi dopan	Rata-rata % degradasi	Notasi
0.5%	68,5467	А
0.75%	78,4400	В
1.0%	83,3200	С
1.25%	82,3033	С

Tabel 4. 4 Signifikansi komposisi dopan Fe terhadap fotodegradasi metil violet

## 4.3.4 Pengaruh Massa Katalis TiO2-Fe terhadap Fotodegradasi Metil Violet

Penelitian mengenai pengaruh massa katalis pada degradasi metil violet dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari massa terbesar dalam fotokatalis yang dapat menghasilkan persentase degradasi tertinggi. Uji aktivitas fotodegradasi metil violet dengan variasi massa dilakukan dengan menggunakan komposisi dopan Fe optimum, yaitu TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%. Sumber sinar yang digunakan berupa lampu halogen phillips esensial 20W/12V. Grafik hasil uji aktivitas fotodegradasi variasi massa fotokatalis dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4. 11 Grafik hasil degradasi variasi massa katalis

Berdasarkan data grafik Gambar 4.11 dapat diketahui pengaruh massa terhadap tingkat degradasi zat warna metil violet. Semakin besar massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe yang di tambahkan, semakin banyak pula aktivitas fotokatalis yang dihasilkan. Pada massa katalis 30, 60, 100 dan 200 mg di dapatkan hasil aktivitas berturut-turut yaitu 82,23%; 84,51%; 85,91% dan 87,62%. Tingkat fotodegradasi larutan zat warna dipengaruhi oleh situs aktif dan fotoabsorpsi katalis yang digunakan. Penambahan katalis dapat meningkatkan laju pembangkitan pasangan *electrone-hole* untuk meningkatkan degradasi larutan zat warna. Pembentukan OH• akan semakin cepat dan semakin banyak sehingga hasil aktivitas fotodegradasi nya akan meningkat. Dengan demikian, jumlah katalis sangat berpengaruh dengan jumlah degradasi zat warna. Hal ini juga sesuai dengan penelitian dari Shirsath S.M, dkk (2013) yang menyimpulkan bahwa jumlah

persentase degradasi akan semakin bertambah seiring dengan bertambahnya massa katalis yang digunakan.

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS, pada Tabel 4.5 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.03 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu massa katalis atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan. Kemudian, berdasarkan notasi hasil dapat diketahui bahwa massa TiO<sub>2</sub>-Fe 30 mg memiliki perbedaan yang signifikan dengan massa 100 mg dan 200 mg. selanjutnya, massa 60 mg berbeda signifikan dengan 200 mg. Adapun, untuk setiap massa tidak berbeda signifikan dengan massa katalis setelahnya (30, 60, 100, dan 200).

rubbi n. 5 Signifikansi mas	su Rutuins ternudup rotouegru	
Variasi massa katalis	Rata-rata % degradasi	Notasi
30 mg	83,3200	А
60 mg	84,5133	AB
100 mg	85,9167	BC
200 mg	87,6200	С

Tabel 4. 5 Signifikansi massa katalis terhadap fotodegradasi metil violet

## 4.3.5 Uji Efektivitas Degradasi Metil Violet Menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe

Uji efektivitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui efektivitas dari beberapa variasi kondisi saat fotodegradasi. Komposisi dan massa yang digunakan yaitu pada kondisi optimum 1.0% dan 200 mg. Hasil aktivitas fotokatalis ditampilkan pada Gambar 4.11.



Gambar 4. 12 Grafik hasil uji efektivitas fotokatalis

Berdasarkan Gambar 4.12 dapat diketahui bahwa aktivitas fotokatalis dan persentase degradasi tertinggi diperoleh pada kondisi fotodegradasi menggunakan TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% yang menghasilkan persen degradasi sebesar 87,64%. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe memiliki kemampuan yang lebih baik dalam mendegradasi larutan zat warna dikarenakan nilai energi celah pita nya yang lebih kecil. Dimana, Eg yang lebih kecil dapat membuat pembentukan OH• yang lebih mudah. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Nahar, dkk (2007) dan Zhou, dkk (2006) yang mendapatkan bahwa, penambahan dopan Fe pada TiO<sub>2</sub> membuat aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi di bawah sinar UV jika di bandingkan dengan yang tidak di doping. Pada hasil dari penggunaan katalis TiO<sub>2</sub> tanpa dopan, aktivitas yang terjadi yaitu sebesar 48,93%. TiO<sub>2</sub> yang dikenai sinar UV, terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dengan meninggalkan lubang positif ( $h_{vb+}$ ) pada pita valensi. Spesies  $h_{vb+}$  akan terikat pada permukaan TiO<sub>2</sub> kemudian membetuk radikal •OH dengan air. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Devina dan Puji, 2017):

$$TiO_{2} + hv \rightarrow TiO_{2} (e_{eb} + h_{vb+})$$

$$h_{vb+} + >Ti^{II}OH \rightarrow (>Ti^{II}OH^{\bullet})^{+}$$

$$(4.1)$$

$$(4.2)$$

Reaksi pembentukan radikal •OH dan pelepasan elektron ini berjalan relatif cepat sehingga jumlah radikal •OH dan elektron yang dihasilkan relatif lebih banyak jika dibandingkan tanpa menggunakan katalis. Selanjutnya, berdasarkan grafik hasil tersebut diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> yang ditambahkan pada metil violet dalam kondisi gelap terjadi degradasi dengan persentase 33,21%. Pada kondisi gelap dengan adanya fotokatalis TiO<sub>2</sub> terjadi proses adsorpsi metil violet pada permukaan fotokatalis, lalu terserap dan mengalami kontak dengan radikal •OH pada permukaan TiO<sub>2</sub>. Proses absorpsi ini yang membuat terjadi nya degradasi pada larutan zat warna. Selanjutnya pada fotodegradasi metil violet tanpa katalis, terjadi proses fotolisis, yaitu molekul air dipecah di bawah radiasi sinar untuk menghasilkan hidrogen dan radikal hidroksil yang mendegradasi molekul organik. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Chang, dkk., 2020):

$$H_2O + hv \rightarrow H^+ + e^- + OH^{\bullet}$$
(4.3)

Pada reaksi fotolisis air, pembentukan radikal •OH relatif sulit, sehingga radikal •OH yang terbentuk sedikit. Hal ini menyebabkan proses degradasi metil violet berjalan lambat dan persen degradasinya menjadi rendah yaitu 10,76%. Jumlah ini lebih kecil jika dibandingkan dengan fotodegradasi menggunakan katalis TiO<sub>2</sub> atau TiO<sub>2</sub>-Fe.

Peninjauan berdasarkan analisa UV-Vis/DRS yang menghasilkan nilai *band* gap 3,19 eV untuk TiO<sub>2</sub> anatas dan 2,90 eV untuk TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0% menunjukan kesesuaian dalam proses degradasi metil violet, penurunan *band gap* (Eg) mempengaruhi kemampuan memproduksi •OH, jika *band gap* menurun artinya produksi •OH bertambah. Hal ini menghasilkan nilai aktivitas dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe lebih optimal dibandingkan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan.

8		0
Uji kontrol	Rata-rata % degradasi	Notasi
Tanpa katalis	10.7680	А
Tanpa sinar	33.2130	В
TiO <sub>2</sub>	48.9300	С
TiO <sub>2</sub> -Fe	87.6448	D

Tabel 4. 6 Signifikansi efektivitas fotokatalis terhadap fotodegradasi metil violet

Hasil uji menggunakan ANOVA dengan SPSS yang di rangkum pada Tabel 4.6 diperoleh nilai probabilitas (sig.) sebesar 0.00 < 0.05. Maka dapat disimpulkan bahwa H0 ditolak atau H1 diterima yang artinya terdapat minimal satu komposisi atau satu perlakuan yang memiliki perbedaan signifikan. Kemudian, berdasarkan notasi hasil dapat diketahui bahwa persentase degradasi dari kontrol fotokatalis memiliki perbedaan yang signifikan. Hal ini dapat dilihat dari masing-masing variasi kontrol memiliki kode yang berbeda.

## 4.4 Pandangan Islam terhadap Pengolahan Limbah dengan bantuan Fotokatalis

Penelitian pemanfaatan fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe sebagai material pendegradasi terbukti dapat mendegradasi zat warna metil violet menjadi senyawa yang lebih aman bagi lingkungan. Usaha untuk mensintesis material tersebut merupakan salah satu wujud bahwasanya manusia diberkahi Allah akal dan fikiran untuk selalu bertanggung jawab dengan perbuatannya dan tidak membuat kerusakan di bumi. Sebagaimana Allah berfirman pada surat Al-Qashash ayat 77:

وَلَا تَبْغ الْفَسَادَ فِي الْأَرْضِ اللهَ اللهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ

Artinya : "Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi. Sungguh, Allah tidak menyukai orang yang berbuat kerusakan" (Q.S Al-Qashash (28): 77)

Penciptaan atas sesuatu selalu disertai dengan tanggungjawab setelahnya untuk menjalankan dengan kebaikan. Fotokatalis yaitu senyawa yang digunakan untuk mendegradasi limbah dengan bantuan cahaya (*foton*). Cahaya sendiri termasuk dalam ciptaan Allah yang ada di langit dan di bumi, yang keberadaannya menjadi penerang bagi makhluk hidup. Disisi lain, dalam ilmu pengetahuan cahaya memiliki banyak manfaat, salah satunya dalam penelitian ini berguna untuk menjadi alat untuk mendegradasi limbah. Adanya penelitian ini dapat menjadi bentuk tanggung jawab untuk jangka panjang dari apa yang telah sebelumnya manusia kerjakan. Dalam Al-Qur'an surat Ali Imran ayat 190 yang berbunyi:

Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi dari silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda orang yang berakal" (Q.S Ali Imran (3): 190)

Kata '*ulul albab*' sama seperti kata '*aql*' yang berarti akal. Ayat tersebut menjelaskan bahwa manusia diberkahi akal dan fikiran yang membedakan manusia dengan makhluk bumi yang lain. Yaitu bahwa, setiap penciptaan sesuatu pasti memiliki tujuan dan maksud di dalamnya. Manusia yang bermanfaat untuk sekitar akan selalu memberi kebaikan, juga segala yang diperbuat akan memberi manfaat terhadap sekitar. Makadari itu penelitian ini merupakan salah satu wujud

untuk memberi manfaat terhadap lingkungan dan terlebih mampu menjadi manusia yang '*ulul albab*'.

## BAB V

#### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

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

- Hasil karakterisasi TiO<sub>2</sub>-Fe menggunakan XRF menunjukkan jumlah Fe yang berada pada sampel bertambah seiring bertambahnya komposisi dopan, hasil XRD menunjukkan tak ada perbedaan struktur kristal pada TiO<sub>2</sub>-Fe dan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan, hasil UV-VIS/DRS menunjukkan semakin tinggi dopan makan nilai Eg nya semakin kecil.
- Semakin tinggi komposisi dopan, maka efektivitas fotodegradasi akan semakin meningkat. Selanjutnya, degradasi akan turun dan komposisi dopan optimum pada penelitian ini yaitu TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%.
- Semakin besar massa fotokatalis, maka efektivitas fotodegradasi akan semakin meningkat. Massa optimum fotokatalis pada penelitian ini adalah 200 mg.
- Fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping Fe (III) memiliki efektivitas fotodegradasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa dopan.

## 5.2 Saran

- Perlu dilakukan uji SEM untuk mengetahui bentuk kristal dari fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe.
- Perlu dilakukan variasi lebih lanjut untuk mengetahui efektivitas fotodegradasi massa katalis TiO<sub>2</sub>-Fe.

## **DAFTAR PUSTAKA**

- Abdullah bin Muhammad. 2004. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka Imam Asy Syafii.
- Abdullah, M., Khairurrijal, K. and Khairurrijal, K., 2009. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*, 2(1), pp.1-9.
- Abdurrahman, S. H.1986. *Pengantar Hukum Lingkungan Indonesia*. Jakarta: Arika Media Cipta.
- Ambati, R. and Gogate, P.R., 2018. Ultrasound Assisted Synthesis of Iron Doped TiO<sub>2</sub> Catalyst. *Ultrasonics Sonochemistry*, 40, pp.91-100.
- Ali, T., Tripathi, P., Azam, A., Raza, W., Ahmed, A.S., Ahmed, A. and Muneer, M., 2017. Photocatalytic Performance of Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Under Visible-Light Irradiation. *Materials Research Express*, 4(1), p.015022.
- Aliah H., dan Karlina Y. 2015. Semikonduktor TiO<sub>2</sub> Sebagai Material Fotokatalis Berulang. Volume IX No. 1, ISSN 1979-8911.
- Arief, L. M. 2016. Pengolahan Limbah Industri. Yogyakarta: CV Andi Offset.
- Asiltürk M, Sayılkan F (2009) Effect of Fe<sup>3+</sup> Ion Doping to TiO<sub>2</sub> on The Photocatalytic Degradation of Malachite Green dye under UV and Vis-Irradiation. *J Photochem Photobiol A Chem* 203: 64–71.
- Astuti, R. T. 2015. Sintesis Material Fotokatalis TiO<sub>2</sub> untuk Penjernihan Limbah Tekstil. *Jurnal Fisika Unand* Vol. 4, No.1.
- Awati, P. S., Awate, S. V., Shah, P. P., dan Ramaswamy, V. 2003. Photocatalytic Decomposition of Methylene Blue using Nanocrystalline Anatase Titania Prepared by Ultrasonic Technique. *Catalysis Communications*. 4: 393-400.
- Aziztyana, A. P., Wardhani, S., Prananto, Y. P., Purwonugroho, D, dan Darjito. 2019. Optimisation of Methyl Orange Photodegradation using TiO<sub>2</sub>-Zeolite Photocatalyst and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Acid Condition. *Materials Sciences and Engineering*. 546: 2-8.
- Azmi, W., Sani, R.K. and Banerjee, U.C., 1998. Biodegradation of Triphenylmethane Dyes. *Enzyme and Microbial Technology*, 22(3), pp.185-191.
- Bethi, B. and Sonawane, S. H. 2018. Nanomaterials and Its Application for Clean Environment. In *Nanomaterials for Green Energy. Elsevier Inc.*
- Brouwer, P. 2006. Theory of XRF. Almelo, Netherlands: Panalytical BV.
- Chang, Y., Li, Q., An, F., Luo, Z., Zhao, Y., Yu, Y., He, Z., Chen, Z., Che, L., Ding, H. and Zhang, W., 2020. Water Photolysis and Its Contributions to The Hydroxyl Dayglow Emissions in The Atmospheres of Earth and Mars. The Journal of Physical Chemistry Letters, 11(21), pp.9086-9092.
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A. G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A. S., and Abert-Vian, M. 2016. Ultrasound Assisted Extraction of Food and Natural Products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. In *Ultrasonics Sonochemistry* (pp. 1–66).
- Chen, Z.W., Gibson, W.M. and Huang, H. 2008. High Definition X-Ray Fluorescence: Principles And Techniques. *X-ray Optics and Instrumentation*, 2008.
- Choquette-Labbé, M., Shewa, W.A., Lalman, J.A. and Shanmugam, S.R., 2014.
   Photocatalytic Degradation of Phenol and Phenol Derivatives Using a Nano-TiO<sub>2</sub> Catalyst: Integrating Quantitative and Qualitative Factors Using Response Surface Methodology. *Water*, 6(6), pp.1785-1806
- Colmenares, J. C., Magdziarz, A., Chernyayeva, O., Lisovytskiy, D., Kurzydłowski, K., and Grzonka, J. 2013. Sonication-Assisted Low-Temperature Routes for The Synthesis of Supported Fe-TiO<sub>2</sub> Econanomaterials: Partial Photooxidation of Glucose and Phenol Aqueous Degradation. *ChemCatChem*, 5(8), 2270–2277.
- Danielson, S.J., 1996. Thin-Film Immunoassays. In *Immunoassay* (pp. 505-535). Academic Press.
- Dastan, D dan Chaure, N. B. 2014. Influence of Surfactants on TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Grown by Sol-Gel Technique. *International Journal of Materials*. 2(1): 21-24.
- Devina I. A dan I. Pujilestari. 2017. Efektivitas Fotodegradasi Amoksisilin yang Dikatalisis dengan TiO<sub>2</sub> dengan Keberadaan Ion Ag(I). *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 20 (3): 105 109.
- F.I. Kiriakidou, D.I. Kondarides, X.E. Verykios. 1999. The Effect of Operational Parameters and Tio<sub>2</sub>-Doping on The Photocatalytic Degradation of Azo-Dyes, *Catal*. 119–130.
- Ganesh I, Kumar PP, Gupta AK, Sekhar PSC, Radha K, Padmanabham G, Sundarajan G. 2012. Preparation and Characterization of Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Powders for Solar Light Response and Photocatalytic Applications. *Process Appl Ceram* 6: 21–36.
- Gareso, P.L., Heryanto, H., Sampebatu, E.C., Sampe, N., Palentek, V., Taba, P., Juarlin, E. and Aryanto, D. 2021. Synthesis and Material Characterization of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Doped with Iron (Fe). In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1763, No. 1, p. 012059). IOP Publishing.
- Garland, Carl W., Nibler, Joseph, W., Shoemaker, David, P. 2003. *Experiments in Physical Chemistry*. New York: McCraw-Hill Companies Inc
- Gupta, S. M. dan Tripathi, M. 2012. A Review on Synthesis of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles by Solution Route. *Central European Journal of Chemistry*. 10(2): 279-294.
- Hardeli., Afrianti, R., Desy, K., Nopri, A., Hary, S. 2014. Degradasi Metil violet dan Methilen Blue oleh Fotokatalis TiO<sub>2</sub>. *Eksakta*. Vol 1.

- Hashimoto, K., Irie, H., dan Fujisjima, A. 2005. TiO<sub>2</sub> Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*. 44(12): 8269-8285.
- Hastuti, E. 2011. Analisa Difraksi Sinar X TiO<sub>2</sub> dalam Penyiapan Bahan Sel Surya Tersesitisasi Pewarna. *Jurnal Neutrino*. 4(1): 93-100.
- Hindryawati, Noor. 2020. Fotokatalis dalam Pengolahan Limbah Tekstil. Yogyakarta: Deepublish.
- Ilyas Rahmat. 2016. Manusia Sebagai Khalifah Dalam Persfektif Islam. Mawa`izh, Vol. 1, No. 7: pp 169-195.
- Jamaludin, A. and Adiantoro, D. 2014. Analisis Kerusakan X-Ray Fluoresence (XRF). *PIN Pengelolaan Instalasi Nuklir*, (9-10).
- Kansal, S. K., Singh, M., and Sud, D. 2007. Studies on Photodegradation of Two Commercial Dyes in Aqueous Phase using Different Photocatalysts. *Journal* of Hazardous Materials, 141(3), 581–590.
- Karim, S., Pardoyo, P. and 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), pp.63-67.
- Khan, H., and Berk, D. 2013. Sol–Gel Synthesized Vanadium Doped TiO<sub>2</sub> Photocatalyst: Physicochemical Properties and Visible Light Photocatalytic Studies. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 68(2), 180-192
- Kittel, Charles. 1979. Introduction to Solid State Physics Ed 55. India: Wiley Eastern Limited.
- Kiswanto Heri. 2020. Analisis Perubahan Struktur Kristal dan Distribusi Kation Cobalt Ferrite akibat Subtitusi Zinc. *Jurnal Ilmu dan Inovasi Fisika*, 04(02), 155 – 163.
- Landmann, M., Rauls, E., dan Schmid, W. G. 2012. The Electronic Structure and Optical Response of Rutile, Anatase, and Brookite TiO<sub>2</sub>. *Journal Physics: Condens*. Matter. 24(19):1-6.
- Li, Z., Shen, W., He, W. and Zu, X. 2008. Effect of Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticle Derived from Modified Hydrothermal Process on The Photocatalytic Degradation Performance on Methylene Blue. *Journal of Hazardous Materials*, 155(3), pp.590-594.
- Lin, C.Y.W., Channei, D., Koshy, P., Nakaruk, A. and Sorrell, C.C., 2012. Effect of Fe Doping on TiO<sub>2</sub> Films Prepared by Spin Coating. *Ceramics International*, *38*(5), pp.3943-3946.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*. 95: 735-758.
- Lisi, D. 2002. Self Cleaning Glass. Italy: Universitas Degli Studio Di Lecce.

- Methods for Assessing Surface Cleanliness. 2019. Developments in Surface Contamination and Cleaning, Volume 12, 23–105.
- Moalej, N.S., Ahadi, S. and Sheibani, S., 2019. Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by 2 Wt.% Fe Doped TiO2 Nanopowder Under Visible Light Irradiation. *Journal of Ultrafine Grained and Nanostructured Materials*, 52(2), pp.133-141.
- Muthuraman, G. and Teng, T.T. 2010. Solvent Extraction of Metil violet with Salicylic Acid from Aqueous Acidic Solutions. *Desalination*, 263(1-3), pp.113-117.
- M.S. Nahar, K. Hasegawa, S. Kagaya, S. Kuroda. 2007. Comparative assessment of the efficiency of Fe-doped TiO<sub>2</sub> prepared by two doping methods and photocatalytic degradation of phenol in domestic water suspensions, Sci. Technol. Adv. Mater. 8. 286–291.
- M. Zhou, J. Yu, B. Cheng. 2006. Effects of Fe-doping on the photocatalytic activity of mesoporous TiO<sub>2</sub> powders prepared by an ultrasonic method, J. Hazard. Mater. B137. 1838–1847.
- Nasralla, N., Yeganeh, M., Astuti, Y., Piticharoenphun, S., Shahtahmasebi, N., Kompany, A., Karimipour, M., Mendis, B.G., Poolton, N.R.J. and Šiller, L., 2013. Structural and Spectroscopic Study of Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Prepared by Sol–Gel Method. *Scientia Iranica*, 20(3), pp.1018-1022.
- Neppolian, B., Kanel, S. R., Choi, H. C., Shankar, M. V., Arabindoo, B., dan Murugesan V. 2003. Photocatalytic Degradation of Reactive Yellow 17 Dye in Aqueous Solution in The Presence of TiO<sub>2</sub> With Cement Binder. *International Journal of Photoenergy*. 5: 45-49.
- Nogueira, R. F. P and Jardim, W. F. 1993. Photodegradation of Methylene Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO<sub>2</sub>). *Journal of Chemical Education*, 70. p. 861-862.
- Nurhayati Aisyah., Ummah Zulfa I., Shobron Sudarno. 2018. Kerusakan Lingkungan dalam Al-Qur'an. *SUHUF*. Vol. 30, No. 2 : 194-220
- Othman. H. S., Rashid. A. S., Ghazi M. I., Abdullah N. 2011. Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Produced via MOCVD: Synthesis, Characterization and Photocatalytic Activity, *Jurnal of Nanomaterials*, (10), pp. 1-8
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>. *Skripsi*. Bogor: Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, IPB.
- Patty, D.J., 2013. Penentuan Unsur dalam Rambut Berdasarkan Karakteristik Pola Flouresensi Sinar X (XRF). *Prosiding FMIPA Universitas Pattimura*, pp.219-25.
- Pratiwi, E., Harlia, H. dan Aritonang, A.B., 2020. Sintesis TiO<sub>2</sub> Terdoping Fe<sup>3+</sup> untuk Degradasi Rhodamin B secara Fotokatalisis dengan Bantuan Sinar Tampak. *POSITRON*, 10(1), pp.57-63.

- Qi, X.-H., Wang, Z.-H., Zhuang, Y.-Y., Yu, Y., and Li, J. 2005. Study on The Photocatalysis Performance and Degradation Kinetics of X-3B over Modified Titanium Dioxide. *Journal of Hazardous Materials*, 118(1-3), 219–225.
- Rahchamani, J., Mousavi, H. Z., and Behzad, M. 2011. Adsorption of Metil violet from Aqueous Solution by Polyacrylamide as An Adsorbent: Isotherm and Kinetic Studies. *Desalination*, 267(2–3), 256–260
- Reddy, D. R., Dinesh, G. K., Anandan, S. and Sivasankar, T. 2016. Sonophotocatalytic Treatment of Naphthol Blue Black Dye and Real Textile Wastewater using Synthesized Fe Doped TiO<sub>2</sub>. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 99, 10–18.
- Rohman, A., 2015. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Malang.
- Saad, S.T., Alrazzak N.A., Al-Gubury H.Y. and Essa E. 2019. Study Effect of Titanium Dioxide on The Photocatalytic Degradation of Metil violet Dye. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- Saeed, K., Khan, I., Gul, T. and Sadiq, M. 2017. Efficient Photodegradation of Metil violet Dye using TiO<sub>2</sub>/Pt and TiO<sub>2</sub>/Pd Photocatalysts. *Applied Water Science*, 7(7), pp.3841-3848.
- Safari, M., Nikazar, M. and Dadvar, M. 2013. Photocatalytic Degradation of Methyl Tert-Butyl Ether (MTBE) by Fe-TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 19(5), pp.1697-1702.
- Sari, D.K., Lestiani, D.D., Atmodjo, D.P.D. and Adventini, N. 2015. Penentuan Efek Scattering Penggunaan Inserted Sample Holder pada Edxrf Epsilon5. Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir 2015.
- Sasti, H.T. 2011. Studi Preparasi dan Karakterisasi Titanium Dioksida Mesopori. *Skripsi*. Depok: Jurusan Kimia Universitas Indonesia.
- Saquib, M. and Muneer, M. 2003. TiO<sub>2</sub>-Mediated Photocatalytic Degradation of a Triphenylmethane Dye (Gentian Violet), In *Aqueous Suspensions*. *Dyes and Pigments*, 56(1), pp.37-49.
- Saxena, V., Shukla, I. and Pandey, L. M. 2019. Hydroxyapatite: An Inorganic Ceramic for Biomedical Applications. *Materials for Biomedical Engineering* (pp. 205-249). Elsevier.
- Shirsath, S.R., Pinjari, D.V., Gogate, P.R., Sonawane, S.H. and Pandit, A.B. 2013. Ultrasound Assisted Synthesis of Doped TiO<sub>2</sub> Nano-Particles: Characterization and Comparison of Effectiveness for Photocatalytic Ox*idation* of Dyestuff Effluent. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(1), pp.277-286.
- Sood, S., Umar, A., Mehta, S.K. and Kansal, S.K. 2015. Highly Effective Fe-

Doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Photocatalysts for Visible-Light Driven Photocatalytic Degrada*tion* of Toxic Organic Compounds. *Journal of Colloid and Interface Science*, 450, pp.213-223.

- Suslick, K. S., and Price, G. J. 1998. Applications of Ultrasound to Materials Chemistry. *Ultrasound and Material Chemistry*, 29, 295–326.
- Suryanarayana, C and M. Grant Norton. 2013. *X-Ray Diffraction*. New York: Springer Science and Business Media.
- Trisunaryanti, Wega. 2018. *Material Katalis dan Karakternya*. Yogyakarta: UGM Press.
- Van Vlack, L.H., 1992. *Ilmu dan Teknologi Bahan*, terjemahan Sriati Djaprie. Jakarta: Erlangga.
- Vargas, X. M., Marin, J. M. and Restrepo, G. 2015. Characterization and Photocatalytic Evaluation (UV-Visible) of Fe-Doped TiO<sub>2</sub> Systems Calcined at Different Temperatures. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*, 18(1), pp.129-138.
- Wardhani, Sri., Akhmad Bahari, dan M. Misbah Khunur. 2016. Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembanan, Sumber Sinar dan Lama Penyinaran). Journal of Environmental Engineering and Sustainable Technology, Vol. 03, No. 4, (78-84).
- Watsiqotul., Sunardi, dan Agung, L. 2018. Peran Manusia sebagai Khalifah Allah di Muka Bumi Perspektif Ekologis dalam Ajaran Islam. *Jurnal Penelitian*. 12(2): 335-378.
- Widiyandari, H. and Budiman, M. 2004. Penentuan Laju Aliran Gas N2 Terhadap Sifat Optik Film Tipis GaN yang Ditumbuhkan dengan Teknik Pulsed Laser Deposition (PLD). *Berkala Fisika*, 7(1), pp.28-34.
- Xie, Y. B. and Li, X. Z. (2006). Interactive Oxidation of Photoelectrocatalysis and Electro-Fenton for Azo Dye Degradation using TiO<sub>2</sub>–Ti Mesh and Reticulated Vitreous Carbon Electrodes. *Materials Chemistry and Physics*, 95(1), 39–50.
- Zaleska, A. 2008. Doped-TiO<sub>2</sub>: a Review. *Recent Patents on Engineering*, 2(3), pp.157-164.

#### LAMPIRAN



#### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

#### Lampiran 2. Diagram Alir

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



### 2. Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Fe

#### a. Identifikasi Kandungan Unsur dengan XRD



#### b. Identifikasi Struktur dengan XRF



# c. Identifikasi Daerah Serapan dan *Band Gap* dengan Spektrofotometer UV-Vis/DRS



#### 3. Pengukuran Konsentrasi Fotodegradasi Metil violet Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis

a. Pembuatan Larutan 100 ppm Metil violet

Methyl Violet

- Ditimbang 10 mg

- Ditambahkan 100 mL akuades dalam gelas kimia

- Dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL

- Ditambahkan akuades hingga tanda batas

- Dihomogenkan

Hasil

#### b. Pembuatan Larutan Kurva Standar Metil Violet

Metil violet 100 ppm

Di ambil larutan induk metil violet 100 ppm sebanyak 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; dan 5,0 mL ke dalam labu ukur 50 mL
Di tandabataskan hingga tanda batas pada labu ukur
Di homogenkan
Di dapatkan larutan standar dengan konsentrasi konsentrasi 1, 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm
Hasil

#### 4. Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metil Violet

#### a. Penentuan Variasi Komposisi Dopan Fe Optimum terhadap Degradasi Zat Warna Metil Violet



#### b. Penentuan Variasi Massa Katalis TiO<sub>2</sub>-Fe Optimum terhadap Fotodegradasi Metil Violet



#### c. Uji Efektivitas Degradasi Metil Violet menggunakan TiO2-Fe

![](_page_81_Figure_3.jpeg)

#### Lampiran 3. Perhitungan 1. Berat Prekursor yang Digunakan

a. 0,5% Fe-TiO<sub>2</sub>

Diketahui:

Mr TiO <sub>2</sub>	:79,8788 g/mol
Ar Ti	: 47,867 g/mol
Mr Fe(NO3)3	: 403,999 g/mol
Ar Fe	: 55,845 g/mol
Target sintesis	: 3 g

Massa TiO<sub>2</sub> = 
$$\frac{0,995 \times Ar Ti}{Mr Ti_{0,995}Fe_{0,005}O_2} \times \frac{Mr TiO_2}{Ar Ti} \times 3 g$$
  
=  $\frac{0,995 \times 47,867}{(0,995 \times 47,867) + (0,005 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{79,8788}{47,867} \times 3 g$   
=  $\frac{47,6276}{47,6276 + 0,2792 + 32} \times 1,6687 \times 3 g$   
=  $\frac{47,6276}{79,9068} \times 5,0061 = 2,9838 g$   
Massa  $Fe(NO_3)_3 = \frac{0,005 \times Ar Fe}{Mr Ti_{0,995}Fe_{0,005}O_2} \times \frac{Mr Fe(NO_3)_3}{Ar Fe} \times 3 g$   
=  $\frac{0,005 \times 55,845}{(0,995 \times 47,867) + (0,005 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{403,999}{55,845} \times 3 g$   
=  $\frac{0,2792}{47,6276 + 0,2792 + 32} \times 7,2342 \times 3 g$   
=  $\frac{0,2792}{79,9068} \times 21,7026 = 0,0758 g$ 

#### b. 0,75% Fe-TiO<sub>2</sub>

Massa TiO<sub>2</sub> = 
$$\frac{0,9925 \times ArTi}{MrTi_{0,9925}Fe_{0,0075}O_2} \times \frac{MrTiO_2}{ArTi} \times 3g$$
  
=  $\frac{0,9925 \times 47,867}{(0,9925 \times 47,867) + (0,0075 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{79,8788}{47,867} \times 3g$   
=  $\frac{47,5079}{47,5079 + 0,4188 + 32} \times 1,6687 \times 3g$   
=  $\frac{47,5079}{79,9267} \times 5,0061 = 2,9755 g$   
Massa  $Fe(NO_3)_3 = \frac{0,0075 \times ArFe}{MrTi_{0,9925}Fe_{0,0075}O_2} \times \frac{MrFe(NO_3)_3}{ArFe} \times 3g$ 

$$= \frac{0,0075 \times 55,845}{(0,9925 \times 47,867) + (0,0075 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{403,999}{55,845} \times 3 g$$
$$= \frac{0,4188}{47,5079 + 0,4188 + 32} \times 7,2342 \times 3 g$$
$$= \frac{0,4188}{79,9267} \times 21,7026 = 0,1137 g$$

#### c. 1,0% Fe-TiO<sub>2</sub>

Massa TiO<sub>2</sub> =  $\frac{0.99 \times Ar Ti}{Mr Ti_{0,99}Fe_{0,01}O_2} \times \frac{Mr TiO_2}{Ar Ti} \times 3 g$ =  $\frac{0.99 \times 47,867}{(0.99 \times 47,867) + (0.01 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{79,8788}{47,867} \times 3 g$ =  $\frac{47,3883}{47,3883 + 0.5584 + 32} \times 1,6687 \times 3 g$ =  $\frac{47,3883}{79,9467} \times 5,0061 = 2,9673 g$ Massa  $Fe(NO_3)_3 = \frac{0.01 \times Ar Fe}{Mr Ti_{0,99}Fe_{0,01}O_2} \times \frac{Mr Fe(NO_3)_3}{Ar Fe} \times 3 g$ =  $\frac{0.01 \times 55,845}{(0.99 \times 47,867) + (0.01 \times 55,845) + (2 \times 16)} \times \frac{403,999}{55,845} \times 3 g$ =  $\frac{0.5584}{47,3883 + 0.5584 + 32} \times 7,2342 \times 3 g$ 

$$= \frac{0,5584}{79,9467} \times 21,7026 = 0,1516 g$$

#### d. 1,25% Fe-TiO<sub>2</sub>

$$Massa TiO_{2} = \frac{0.9875 \times Ar Ti}{Mr Ti_{0.9875}Fe_{0.0125}O_{2}} \times \frac{Mr TiO_{2}}{Ar Ti} \times 3 g$$

$$= \frac{0.9875 \times 47.867}{(0.9875 \times 47.867) + (0.0125 \times 55.845) + (2 \times 16)} \times \frac{79.8788}{47.867} \times 3 g$$

$$= \frac{47.2686}{47.2686 + 0.6980 + 32} \times 1,6687 \times 3 g$$

$$= \frac{47.2686}{79.966} \times 5,0061 = 2,9561 g$$

$$Massa Fe(NO_{3})_{3} = \frac{0.0125 \times Ar Fe}{Mr Ti_{0.9825}Fe_{0.0125}O_{2}} \times \frac{Mr Fe(NO_{3})_{3}}{Ar Fe} \times 3 g$$

$$= \frac{0.01 \times 55.845}{(0.9825 \times 47.867) + (0.0125 \times 55.845) + (2 \times 16)} \times \frac{403.999}{55.845} \times 3 g$$

$$= \frac{0,6980}{47,2686+0,6980+32} \times 7,2342 \times 3 g$$
$$= \frac{0,6980}{79,966} \times 21,7026 = 0,1894 g$$

#### 2. Pembuatan Larutan

#### • Larutan Metil Violet 100 ppm

#### • Larutan Kurva Standar

a.	1 ppm		d.	6 ppm	
	$M_1 \ge V_1$	$= \mathbf{M}_2 \mathbf{x} \mathbf{V}_2$		$M_1 \ge V_1$	= M <sub>2</sub> x V <sub>2</sub>
	100 ppmxV <sub>1</sub>	= 1 ppmx50 mL		$100 \text{ ppmxV}_1$	= 6ppmx5mL
	$V_1$	= 0,5 mL		$V_1$	= 3 mL
b.	2 ppm		e.	8 ppm	
	$M_1 \ge V_1$	$= \mathbf{M}_2 \mathbf{x} \mathbf{V}_2$		$M_1 \ge V_1$	= M <sub>2</sub> x V <sub>2</sub>
	100 ppmxV <sub>1</sub>	= 2 ppmx50 mL		$100 \text{ ppmxV}_1$	=8ppmx50mL
	$V_1$	= 1 mL		$V_1$	= 4 mL
c.	4 ppm		f.	10 ppm	
	$M_1 \ge V_1$	= <b>M</b> <sub>2</sub> x <b>V</b> <sub>2</sub>		$M_1 \ge V_1$	= M <sub>2</sub> x V <sub>2</sub>
	100 ppm x V <sub>1</sub>	= 4  ppmx 50  mL		$100 \text{ ppmxV}_1$	=10ppmx50mL
	$V_1$	= 2 mL		$V_1$	= 5 mL

#### • Larutan Metil Violet 10 ppm

$M_1 \ge V_1$	= M <sub>2</sub> x V <sub>2</sub>
100 ppm x $V_1$	= 10 ppm x 500 mL
$\mathbf{V}_1$	= 50  mL

#### Lampiran 4. Dokumentasi

#### a. Sintesis TiO2-Fe

![](_page_85_Picture_2.jpeg)

Pencampuran dengan stirrer

![](_page_85_Picture_4.jpeg)

Sebelum disentrifugasi

![](_page_85_Picture_6.jpeg)

Proses sonikasi selama 2 jam

![](_page_85_Picture_8.jpeg)

Pendiaman selama 2 hari

![](_page_85_Picture_10.jpeg)

Setelah pendiaman

![](_page_85_Picture_12.jpeg)

Setelah pengeringan dengan oven

![](_page_85_Picture_14.jpeg)

Penggerusan dengan mortar agate

b. Uji aktivitas TiO<sub>2</sub>-Fe

![](_page_85_Picture_17.jpeg)

Kurva standar metil violet

![](_page_85_Picture_19.jpeg)

Hasil degradasi variasi massa

![](_page_85_Picture_21.jpeg)

Hasil degradasi variasi komposisi

![](_page_85_Picture_23.jpeg)

Hasil degradasi uji kontrol

#### Lampiran 5. Hasil Karakterisasi XRF

a. TiO<sub>2</sub> Anatas 21-apr-2022 11:16:58 Page 1 Sample results Sample ident E 457 - 1 . . . . . 1 
 Application
 <Standardless>

 Sequence
 1 of 1

 Measurement time
 21-apr-2022 09:53:10

 Position
 4
 Compound Conc Unit 
 P
 K
 Ca

 0,21
 0,18
 0,11

 %
 %
 %
 **Ti** 98,17 **W** 0,35 **Os** 0,76 **Pt** 0,22 
 Compound
 P2O5
 K2O
 CaO
 TiO2
 WO3
 OsO4
 PtO2

 Conc
 0,36
 0,15
 0,10
 98,29
 0,27
 0,66
 0,17

 Unit
 %
 %
 %
 %
 %
 %
 %
 21-apr-2022 11:17:34 <Standardless> result spectra apr-2022 09:53:10 E 457 tandardless 20,00 kV 25 uA <none> 21 Air 60 sec 43033.9 cms 9888 Ti KA 2888 1000 1200 1400 1600 1000 2000 2400 2600 888 688 488

Gambar L.4.1 Data Hasil XRF TiO<sub>2</sub> anatas

13,2 14,4 15,6 16,8 18,8 19,2 28,4 21,6 22,8 24,8 25,2 26,4

#### b. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%

22-jun-2022 13:42:52

288

1,2

Sample results Sample ident E 589 Application<Standardless>Sequence1 of 1Measurement time22-jun-2022 13:04:18Position3 **Pt** 0,27 % 
 Ca
 Ti
 Fe

 0,12
 97,54
 0,58

 %
 %
 %
 **W** 0,39 % **Os** 0,97 % Compound F 0,1 % Conc Unit

Page 1

![](_page_87_Figure_0.jpeg)

![](_page_87_Figure_1.jpeg)

#### c. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

22-jun-2022 13:43:27

#### Sample results

Page 1

					Samp	ole ident	t			
E	590									
			<u> </u>			$\uparrow$	1			$ \uparrow \uparrow$
				Арр	lication	<stand< th=""><th>dardless&gt;</th><th>•</th><th></th><th></th></stand<>	dardless>	•		
				Se	quence	1 of 1				
		IV	leas	sureme	ent time	22-jun	-2022 13	:06:12		
				F	osition	4				
		Compou	nd	Р	Ca	Ti	Fe	W	Os	
		Conc		0,15	0,12	97,50	0.891	0,41	0.92	
		Unit		%	%	%	·%	%	%	
	C	ompound	P2	205	CaO	TiO2	Fe2O3	WO3	OsO4	]
		Conc	0	,26	0,12	97,96	0,700	0,28	0,67	
		Unit		%	%	%	%	%	%	

![](_page_88_Figure_0.jpeg)

Gambar L.4.3 Data Hasil XRF TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

#### d. TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%

![](_page_88_Figure_3.jpeg)

![](_page_89_Figure_0.jpeg)

![](_page_89_Figure_1.jpeg)

#### e. TiO2-Fe 1,25%

22-jun-2022 13:44:33 Sample results Page 1 Sample ident E 592 
 Application
 <Standardless>

 Sequence
 1 of 1

 Measurement time
 22-jun-2022 13:09:57

 Position
 6
 **W** 0,39 % Compound Conc Unit **Ca** 0,12 % **Fe** 1,49 % **P** 0,15 **Ti** 97,56 Pt 0,29 *%* ó/ Compound Conc Unit **P2O5** 0,26 % **TiO2** 98,00 % Fe2O3 1,17 % **WO3** 0,27 % **PtO2** 0,18 % **CaO** 0,11 % 22-jun-2022 13:44:49 less> result spectr 22-jun-2022 13:09:57 E 592 □ Standardless 20,00 kU 25 uA <none> Air 68 sec. 42286,2 cps **BIBIB** 2688 2488 2288 2888 cps/channel 1208 1408 1608 1808 1888 888 688 488 288

![](_page_89_Figure_4.jpeg)

Gambar L.4.5 Data Hasil XRF TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%

#### Lampiran 6. Hasil Karakterisasi XRD

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

![](_page_90_Figure_2.jpeg)

Gambar L.5.1 Difraktogram  $TiO_2$  anatas

Tabel L.5.1 Data XRD TiO<sub>2</sub> anatas

2 thata(dag)	d(ang)	Unight(ang)	EWIIM(doc)	Int. I(cps	Int W(doc)	Asym.
2-theta(deg)	u(ang.)	Height(cps)	r w fivi(deg)	deg)	mt. w(deg)	factor
25.374(4)	3.5074(5)	13163(331)	0.157(3)	2802(19)	0.213(7)	1.9(2)
27.534(10)	3.2369(11)	254(46)	0.13(4)	52(7)	0.20(6)	5(7)
37.002(13)	2.4275(8)	776(80)	0.136(17)	150(7)	0.19(3)	0.9(4)
37.867(7)	2.3740(4)	2793(153)	0.148(7)	565(11)	0.202(15)	1.3(2)
38.652(10)	2.3276(6)	918(87)	0.140(13)	184(8)	0.20(3)	2.2(8)
48.102(4)	1.89006(14)	4287(189)	0.131(4)	802(10)	0.187(11)	1.36(19)
53.959(5)	1.69791(15)	2682(150)	0.129(5)	504(16)	0.188(16)	1.2(3)
54.31(3)	1.6876(8)	152(36)	0.18(7)	39(13)	0.26(15)	1.2(3)
55.130(5)	1.66459(15)	2763(152)	0.123(5)	516(8)	0.187(13)	1.3(3)
62.189(8)	1.49151(16)	426(60)	0.139(13)	84(5)	0.20(4)	1.3(3)
62.758(6)	1.47937(13)	1796(122)	0.153(7)	392(8)	0.218(19)	1.3(3)
68.344(15)	1.3714(3)	68(24)	0.09(4)	9(3)	0.14(9)	1.7(5)
68.825(7)	1.36300(13)	869(85)	0.131(10)	168(6)	0.19(3)	1.7(5)
70.347(10)	1.33720(16)	928(88)	0.136(11)	196(5)	0.21(3)	1.2(4)
74.150(13)	1.2777(2)	98(29)	0.11(6)	20(3)	0.21(9)	4(5)
75.093(7)	1.26401(10)	1400(108)	0.135(11)	318(7)	0.23(2)	0.8(2)
75.83(3)	1.2536(4)	38(18)	0.10(7)	5(3)	0.12(13)	1.7(9)
76.096(14)	1.24983(19)	393(57)	0.140(15)	70(3)	0.18(3)	1.7(9)
82.193(10)	1.17186(12)	122(32)	0.14(2)	23(3)	0.19(7)	0.91(9)
82.720(4)	1.16572(4)	668(75)	0.161(8)	146(5)	0.22(3)	0.91(9)
83.206(5)	1.16015(6)	326(52)	0.142(12)	63(4)	0.19(4)	0.91(9)
87.253(12)	1.11644(12)	52(21)	0.05(2)	3.5(14)	0.07(5)	2(2)

![](_page_91_Figure_1.jpeg)

![](_page_91_Figure_2.jpeg)

![](_page_91_Figure_3.jpeg)

Tabel L.5.2 Data XRD T	TiO <sub>2</sub> -Fe	0,5%
------------------------	----------------------	------

29.0072	21.82	0.2007	3.07832	1.59
33.8328	31.69	0.1673	2.64948	2.30
36.9294	76.97	0.2007	2.43413	5.59
37.7289	286.03	0.1338	2.38436	20.79
38.5224	90.91	0.1673	2.33706	6.61
39.9070	10.61	0.2007	2.25911	0.77
47.9667	405.52	0.0836	1.89666	29.47
52.3334	6.70	0.4015	1.74822	0.49
53.8259	241.71	0.1428	1.70181	17.56
53.9816	165.35	0.1020	1.70148	12.02
54.9857	211.14	0.1020	1.66862	15.34
55.1412	152.81	0.1020	1.66842	11.10
62.0560	43.04	0.1632	1.49440	3.13
62.6213	193.07	0.1224	1.48226	14.03
68.7043	84.14	0.0612	1.36511	6.11
70.2291	104.64	0.0612	1.33916	7.60
74.9998	121.49	0.1428	1.26536	8.83
75.9718	29.76	0.1224	1.25157	2.16
82.6275	55.33	0.2040	1.16680	4.02

Rel. Int. [%]

100.00

1.97

![](_page_92_Figure_1.jpeg)

Gambar L.5.3 Difraktogram TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

Tabel L.5.3 Data	XRD TiC	$D_2$ -Fe 0,75%
------------------	---------	-----------------

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3907	595.32	0.1673	3.50798	100.00
27.5214	17.65	0.2007	3.24104	2.96
33.9739	9.01	0.4015	2.63881	1.51
37.1080	38.73	0.2676	2.42282	6.51
37.9112	167.23	0.2007	2.37332	28.09
38.6600	42.21	0.1338	2.32905	7.09
48.2887	185.67	0.3011	1.88476	31.19
53.9850	145.14	0.1673	1.69857	24.38
55.1565	148.90	0.2342	1.66524	25.01
62.2360	26.13	0.2676	1.49174	4.39
62.7589	113.36	0.2342	1.48057	19.04
68.8206	52.63	0.1338	1.36421	8.84
70.3182	56.93	0.1004	1.33878	9.56
75.1134	83.11	0.1673	1.26477	13.96
76.0902	21.04	0.2676	1.25095	3.53
82.7875	44.95	0.1224	1.16495	7.55

### f. TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%

![](_page_93_Figure_1.jpeg)

Gambar L.5.4 Difraktogram TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%

Tabel L.3.4 Data AKD $110_{2}$ -Fe $1.0\%$	Tabel L	5.4 Data	a XRD	TiO <sub>2</sub> -Fe	1.0%
--	---------	----------	-------	----------------------	------

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2310	35.44	0.4015	16.89413	2.87
25.3757	1234.63	0.1673	3.51001	100.00
27.5610	23.73	0.2007	3.23647	1.92
32.4135	21.27	0.2676	2.76219	1.72
36.2739	14.25	0.3346	2.47659	1.15
37.0699	67.76	0.1673	2.42522	5.49
37.8681	249.02	0.1338	2.37592	20.17
38.6765	85.66	0.2007	2.32810	6.94
45.2591	7.58	0.4015	2.00362	0.61
48.0945	348.23	0.1004	1.89192	28.21
53.9892	209.60	0.1506	1.69845	16.98
55.1349	225.75	0.0816	1.66446	18.29
62.2093	34.50	0.2007	1.49232	2.79
62.7408	155.48	0.0836	1.48095	12.59
68.8224	87.42	0.0612	1.36305	7.08
70.3507	85.94	0.0816	1.33714	6.96
75.1026	126.81	0.1020	1.26388	10.27
75.3528	68.40	0.1338	1.26135	5.54
76.0778	26.48	0.1673	1.25112	2.14
82.7509	62.74	0.1338	1.16634	5.08

![](_page_94_Figure_1.jpeg)

Gambar L.5.5 Difraktogram TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%

Tabel	L.5.5 Data	XRD T	ΓiO <sub>2</sub> -Fe ∶	1,25%

			- ,		
P	os. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
	25.3824	871.07	0.1506	3.50910	100.00
	27.4423	11.81	0.2676	3.25020	1.36
	29.1365	9.71	0.4015	3.06495	1.11
	32.4556	18.51	0.2676	2.75869	2.12
	33.7482	7.43	0.5353	2.65593	0.85
	36.9975	57.66	0.1338	2.42980	6.62
	37.8226	177.70	0.0836	2.37867	20.40
	38.5833	53.25	0.2007	2.33351	6.11
	48.0551	268.17	0.1171	1.89338	30.79
	53.9477	163.63	0.0836	1.69966	18.78
	55.0622	135.22	0.1004	1.66786	15.52
	62.1799	23.70	0.2676	1.49295	2.72
	62.7579	114.72	0.1171	1.48059	13.17
	68.7898	58.13	0.1004	1.36475	6.67
	70.3114	52.15	0.1338	1.33890	5.99
	75.0549	95.01	0.0816	1.26456	10.91
	76.0464	20.41	0.3346	1.25156	2.34
	82.6276	30.38	0.2007	1.16776	3.49

#### h. Perhitungan Ukuran Kristal

Persamaan Deybe Scherrer:

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

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

#### • TiO<sub>2</sub> Anatas

Diketahui:

 $\lambda$  (k $\alpha$ ) = 1,54060 Å

 $2\theta \qquad = 25,374 \rightarrow \theta = 12,687 \rightarrow \cos\theta = 0,9755$ 

FWHM =  $0,157^{\circ} \rightarrow \frac{0,157}{180} \times 3,14 = 0,00273$ 

k = 0,9

Ditanya: D?

Jawab:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00273 \times 0.9755} = \frac{1.38654}{0.00267} = 519,3033 \text{ Å} = 51,93033 \text{ nm}$$

#### • TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%

Diketahui:

$$\lambda (k\alpha) = 1,54060 \text{ Å}$$
  
2\theta = 25,2298 \rightarrow \theta = 12,6149 \rightarrow \cos\theta = 0,9758

FWHM = 
$$0,1506^{\circ} \rightarrow \frac{0,1506}{180} \times 3,14 = 0,00263$$

k = 0,9

Ditanya: D?

Jawab:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00263 \times 0.9758} = \frac{1.38654}{0.00256} = 541,6172 \text{ Å} = 54,16172 \text{ nm}$$

#### • TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

Diketahui:

 $\lambda (k\alpha) = 1,54060 \text{ Å}$   $2\theta = 25.3907 \rightarrow \theta = 12,6953 \rightarrow \cos\theta = 0,9755$ FWHM = 0,1673 °  $\rightarrow \frac{0,1673}{180} \times 3,14 = 0,00291$ k = 0,9
Ditanya: D ?
Jawab:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00291 \times 0.9755} = \frac{1.38654}{0.00283} = 489,9434 \text{ Å} = 48,99434 \text{ nm}$$

#### • TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%

Diketahui:

λ (kα) = 1,54060 Å 2θ = 25.3757 → θ = 12,6878 → cosθ = 0,9755 FWHM = 0,1673 ° →  $\frac{0,1673}{180}$  × 3,14 = 0,00291

k = 0,9

Ditanya: D?

Jawab:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta\cos\theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00291 \times 0.9755} = \frac{1.38654}{0.00283} = 489,9434 \text{ Å} = 48,99434 \text{ nm}$$

#### • TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%

Diketahui:

$$\lambda (k\alpha) = 1,54060 \text{ Å}$$

$$2\theta = 25.3824 \rightarrow \theta = 12,6912 \rightarrow \cos\theta = 0,9755$$
FWHM = 0,1506 °  $\rightarrow \frac{0,1506}{180} \times 3,14 = 0,00263$ 
k = 0,9
Ditanya: D ?
Jawab:

$$D = \frac{k \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0.9 \times 1.54060}{0.00263 \times 0.9755} = \frac{1.38654}{0.00256} = 541,6171 \text{ Å} = 54,16171 \text{ nm}$$

#### Lampiran 7. Hasil Karakterisasi UV-Vis/DRS

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

![](_page_97_Figure_2.jpeg)

Gambar L.7.1 Nilai energi band gap  $TiO_2$  anatas

Eg = 3,19 eV  
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} j.s}{1,602 \times 10^{-19} j} \times 1 \ eV = 4,13608 \times 10^{-15} \ eV.s$$

Nilai band gap pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ }^{\text{nm}}\text{/}_{\text{s}}}{3,19 \text{ } \text{eV}} = 388,97 \text{ } \text{nm}$$

b. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%

![](_page_97_Figure_8.jpeg)

Gambar L.7.2 Nilai energi band gap TiO<sub>2</sub>-Fe 0,5%

Eg = 3,05 eV  
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} j.s}{1,602 \times 10^{-19} j} \times 1 \ eV = 4,13608 \times 10^{-15} \ eV. \ s$$

Nilai *band gap* pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ }^{\text{nm}}/\text{s}}{3,05 \text{ } \text{eV}} = 406,82 \text{ } nm$$

c. TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

![](_page_98_Figure_3.jpeg)

Gambar L.7.3 Nilai energi band gap TiO<sub>2</sub>-Fe 0,75%

Eg = 3,00 eV

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

Nilai *band gap* pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ }^{\text{nm}}/\text{s}}{3,00 \text{ } \text{eV}} = 413,60 \text{ } \text{nm}$$

d. TiO<sub>2</sub>-Fe 1,0%

![](_page_98_Figure_10.jpeg)

Gambar L.7.4 Nilai energi band gap TiO2-Fe 1,0%

Eg = 2,90 eV

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

Nilai *band gap* pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ }^{\text{nm}}/\text{s}}{2,90 \text{ } \text{eV}} = 427,87 \text{ } \text{nm}$$

#### e. TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%

![](_page_99_Figure_4.jpeg)

Gambar L.7.5 Nilai energi band gap TiO<sub>2</sub>-Fe 1,25%

Eg = 2,81 eV  
$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} j.s}{1,602 \times 10^{-19} j} \times 1 \ eV = 4,13608 \times 10^{-15} \ eV. \ s$$

Nilai *band gap* pada saat y = 0

$$\lambda = \frac{h \times c}{E} = \frac{(4,13608 \times 10^{-15}) \text{eV.s} \times (3 \times 10^{17}) \text{ }^{\text{hm}}/\text{s}}{2,81 \text{ eV}} = 441,57 \text{ } nm$$

Lampiran 8. Uji Aktivitas Fotodegradasi Metil Violet

a. Panjang Gelombang Maksimum

## Lamdha Maks Metil Violet

Tanggal Analisa : 15 Juni 2022

![](_page_100_Figure_4.jpeg)

### Scan Analysis Report

```
Report Time : Wed 15 Jun 12:49:16 PM 2022
Method:
Batch: D:\Mahasiswa On Going\Diniyah\Lamdha Maks Metil Violet (15-06-2022).DSW
Software version: 3.00(339)
Operator: Rika
```

#### Sample Name: Metil Violet 10 ppm

Collection Time		6/15/2022 12:50:10 PM
Peak Table Peak Style Peak Threshold Range		Peaks 0.0100 800.0nm to 400.0nm
Wavelength (nm)	Abs	
592.9 590.0	1.912 1.929	-

#### b. Penentuan Kurva Standar Metil Violet

## **Kurva Standar Metil Violet**

Tanggal Analisa : 27 Juni 2022

![](_page_100_Figure_12.jpeg)

### **Concentration Analysis Report**

Report time Method Batch name

Application Operator 6/27/2022 10:37:33 AM

D:\Mahasiswa On Going\Diniyah\Kurva Standar Metil Violet (27-06-2022).BCN Concentration 3.00(339) Susi

#### Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	590.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R²	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

#### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0972)	590.0

#### Calibration

Collection	time	

6/27/2022 10:38:27 AM

	Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1		1.0		0.1291	0.0002	0.17	0.1293 0.1290 0.1289
Std 2		2.0		0.2723	0.0003	0.09	0.2722 0.2725 0.2721
Std 3		4.0		0.6525	0.0012	0.18	0.6524 0.6536 0.6513
Std 4		6.0		1.0510	0.0009	0.08	1.0509 1.0501 1.0518
Std 5		8.0		1.4721	0.0034	0.23	1.4683 1.4749 1.4732
Std 6		10.0		1.9584	0.0063	0.32	1.9600 1.9514 1.9637
Calib Corre Calib	ration eqn lation Coeffic ration time	Abs ient 0.99 6/27	= 0.20 634 /2022	)304*Cond 10:40:20	c -0.120 5 AM	647	

#### **Results Flags Legend**

U	=	Uncalibrated				0	=	Overrar	nge
Ν	=	Not	used	in	calibration	R	=	Repeat	reading

#### c. Perhitungan Uji Aktivitas Fotodegradasi Metil Violet

% degradasi = 
$$\frac{CO-Ct}{x} \ge 100\%$$

 $C_0$ 

= konsentrasi awal sebelum didegradasi (ppm) Keterangan :  $C_0$ 

> $C_t$ = konsentrasi akhir sesudah didegradasi (ppm)

1. Perhitungan Penentuan Komposisi Dopan Optimum

Komposisi	C <sub>0</sub>		Absorbansi				%
(%)	(ppm)	Ι	II	III	$\overline{\mathrm{X}}$	(ppm)	degradasi
0,5	8,9677	0,4859	0,3881	0,4653	0,4464	2,8216	68,5524
0,75	8,9677	0,2972	0,2519	0,2459	0,2650	1,9280	78,4445
1,0	9,4735	0,2236	0,2118	0,1536	0,1963	1,5898	83,2384
1,25	9,5285	0,2252	0,2147	0,2066	0,2155	1,6842	82,3087

Perhitungan nilai persen degradasi :

• Komposisi dopan Fe 0,5%  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{c0} \ge 100\%$   
 $0,4464 = 0,20304x - 0,12647$  =  $\frac{8,9677-2,8216}{8,9677} \ge 100\%$   
 $0,4464+0,12647 = 0,20304x$  =  $68,5524\%$   
 $0,57287 = 0,20304x$   
 $x = 2,8216 \text{ ppm}$ 

• Komposisi dopan Fe 0,75% CO - Cty = 0,20304x - 0,1264% 0,2650 = 0,20304x - 0,126470,2650+0,12647=0,20304x

$$0,57287 = 0,20304x$$

$$b \text{ degradasi} = \frac{20-21}{C0} \ge 100\%$$
$$= \frac{8,9677 - 1,9280}{8,9677} \ge 100\%$$
$$= 78,4445\%$$

• Komposisi dopan Fe 1,0% y = 0,20304x - 0,1264 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0}$  x 100%  $=\frac{9,4735-1,5898}{9,4735} \ge 100\%$ 0,1963 = 0,20304x - 0,12647

$$0,1963+0,12647 = 0,20304x$$
  
 $0,32277 = 0,20304x$   
 $x = 1,5898 \text{ ppm}$ 

• Komposisi dopan Fe 1,25%  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{c0} \times 100\%$   
 $0,2155 = 0,20304x - 0,12647$  =  $\frac{9,5285-1,6842}{9,5285} \times 100\%$   
 $0,2155+0,12647 = 0,20304x$  = 82,3087%  
 $0,34197 = 0,20304x$   
 $x = 1,6842 \text{ ppm}$ 

#### 2. Perhitungan Penentuan Massa Katalis Optimum

Massa	C <sub>0</sub>	Absorbansi				Ct	%
(mg)	(ppm)	Ι	II	III	$\overline{\mathbf{X}}$	(ppm)	degradasi
30	9,4735	0,2236	0,2118	0,1536	0,1963	1,5898	83,2384
60	9,3523	0,1782	0,1823	0,1428	0,1677	1,4491	84,5181
100	9,2843	0,1587	0,122	0,1363	0,1390	1,3074	85,9205
200	9,3357	0,1134	0,0968	0,1142	0,1081	1,1554	87,6258

Perhitungan nilai persen degradasi :

• Massa katalis 30 mg y = 0,20304x - 0,1264 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{c0} \times 100\%$  0,1963 = 0,20304x - 0,12647 =  $\frac{9,4735-1,5898}{9,4735} \times 100\%$  0,1963+0,12647 = 0,20304x = 83,2384% 0,32277 = 0,20304xx = 1,5898 ppm

• Massa katalis 60 mg  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi  $=\frac{C0-Ct}{C0} \ge 100\%$   
 $0,1677 = 0,20304x - 0,12647$   $=\frac{9,3523-1,4491}{9,3523} \ge 100\%$   
 $0,1677+0,12647 = 0,20304 \ge 84,5181\%$   
 $0,29417 = 0,20304 \ge 10\%$ 

= 83,2384%

x = 1,4491 ppm

• Massa katalis 100 mg  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi  $=\frac{C0-Ct}{C0} \ge 100\%$   
 $0,1390 = 0,20304x - 0,12647$   $=\frac{9,2843-1,3074}{9,2843} \ge 100\%$   
 $0,1390 + 0,12647 = 0,20304 \ge 85,9205\%$   
 $0,26547 = 0,20304 \ge x$   
 $x = 1,3074 \text{ ppm}$ 

- Massa katalis 200 mg y = 0,20304x - 0,1264 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0}$  x 100% 81 = 0,20304x - 0,12647 =  $\frac{9,3357-1,1554}{9,3357}$  x 100% 0,1081 = 0,20304x - 0,126470,1081 + 0,12647 = 0,20304x= 87,6258% 0,23457 = 0,20304xx = 1,1554 ppm
- 3. Perhitungan Uji Efektivitas Fotodegradasi

	C	A	Absorbans	C	0/		
Uji Kontrol	(ppm)	Ι	Π	Ā	(ppm)	% degradasi	
Tanpa katalis	9,4849	1,5947	1,5892	1,591	8,4634	10,7684	
Tanpa sinar	9,7703	1,1961	1,2007	1,1984	6,5251	33,2134	
TiO <sub>2</sub>	10,1143	0,9429	0,901	0,9219	5,1636	48,9303	
TiO <sub>2</sub> -Fe	9,2288	0,1134	0,0968	0,1051	1,1405	87,6448	

Perhitungan nilai persen degradasi :

• Tanpa Katalis

Katalis y = 0,20304x - 0,1264 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0}$  x 100% 10 = 0,20304x - 0,12647 =  $\frac{9,4849-8,4634}{9,4849}$  x 100% 1,5910 = 0,20304x - 0,126471,5910+0,12647=0,20304x= 10,7684%1,71747 = 0,20304xx = 8,4634 ppm

• Tanpa Sinar y = 0,20304x - 0,1264 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0} \times 100\%$  1,1984 = 0,20304x - 0,12647 =  $\frac{9,7703-6,5251}{9,7703} \times 100\%$  1,1984+0,12647 = 0,20304x = 33,2134% 1,32487 = 0,20304xx = 6,5251 ppm

• Katalis TiO<sub>2</sub>  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0} \times 100\%$   
 $0,9219 = 0,20304x - 0,12647$  =  $\frac{10,1143-5,1636}{10,1143} \times 100\%$   
 $0,9219+0,12647 = 0,20304x$  = 48,9303%  
 $1,04837 = 0,20304x$   
 $x = 5,1636 \text{ ppm}$ 

• Katalis TiO<sub>2</sub>-Fe  

$$y = 0,20304x - 0,1264$$
 % degradasi =  $\frac{C0-Ct}{C0} \ge 100\%$   
 $0,1051 = 0,20304x - 0,12647$  =  $\frac{9,2288-1,1405}{9,2288} \ge 100\%$   
 $0,1051+0,12647 = 0,20304x$  =  $87,6448\%$   
 $0,23157 = 0,20304x$   
 $\ge 1,1405$  ppm

#### Lampiran 9. Hasil Uji Statistik

#### a. Analisis Komposisi menggunakan One Way ANOVA dan Tukey B<sup>a</sup> ANOVA

Degradasi									
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.				
Between Groups	408.861	3	136.287	77.617	.001				
Within Groups	14.047	8	1.756						
Total	422.909	11							

Tukey B <sup>a</sup>									
Degradasi									
Subset for alpha = 0.05									
komposisi	N	1	2	3					
0.5%	3	68.5467							
0.75%	3		78.4400						
1.25%	3			82.3033					
1.0%	3	83.320							

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

#### b. Analisis Massa menggunakan One Way ANOVA dan Tukey B<sup>a</sup> ANOVA

Degradasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	31.953	3	10.651	11.282	.003
Within Groups	7.552	8	.944		
Total	39.505	11			

Tukey B <sup>a</sup>						
Degradasi						
		Subset for $alpha = 0.05$				
massa	N	1	2	3		
30	3	83.2333				
60	3	84.5133	84.5133			
100	3		85.9167	85.9167		
200	3			87.6200		

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

# c. Analisis Efektivitas Fotokatalis menggunakan One Way ANOVA dan Tukey B<sup>a</sup>

ANOVA					
Degradasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	5623.171	3	1874.390	1314.148	.000
Within Groups	5.705	4	1.426		
Total	5628.877	7			

Tukey B <sup>a</sup>					
Degradasi					
		Subset for alpha = 0.05			
Kontrol	Ν	1	2	3	4
MV + sinar	2	10.76800			
MV + TiO <sub>2</sub>	2		33.21300		
MV + TiO <sub>2</sub> + Sinar	2			48.93000	
MV + TiO <sub>2</sub> -Fe + SInar	2				87.64484

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 2.000.