

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALIS
TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III)
MENGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

**IBNU ABAS AL BASTHOMI
11630050**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALIS
TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III)
MENGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
IBNU ABAS AL BASTHOMI
NIM. 11630050

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

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALIS
TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III)
MENGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
IBNU ABAS AL BASTHOMI
NIM. 11630050

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 27 Juni 2016

Pembimbing I

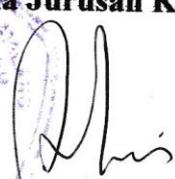

Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Pembimbing II


Akyunul Jannah, S.Si., M.P.
NIP. 19750410 200501 2 009

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**




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

**SINTESIS, KARAKTERISASI DAN UJI AKTIVITAS FOTOKATALIS
TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III)
MENGUNAKAN METODE SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
IBNU ABAS AL BASTHOMI
NIM. 11630050

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 27 Juni 2016**

**Penguji Utama : A. Ghanaim Fasya, M.Si.
NIP. 19820616 200604 1 002**

**Ketua Penguji : Nur Aini, M.Si.
NIPT. 20130902 2 316**

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

**Anggota Penguji : Akyunul Jannah, S.Si., M.P.
NIP. 19750410 200501 2 009**

()
()
()
()

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**



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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ibnu Abas Al Basthomi
NIM : 11630050
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) Menggunakan Metode Sonikasi”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 15 Juli 2016

mbuat Pernyataan,



Ibnu Abas Al Basthomi

NIM. 11630050

KATA PENGANTAR

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

Segala puji bagi Allah SWT yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul “Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) Menggunakan Metode Sonikasi” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang penuli supayakan ini dapat bermanfaat bagi semua, sebagai ilmu yang bermanfaat dan barokah. Amin.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan skripsi ini kepada:

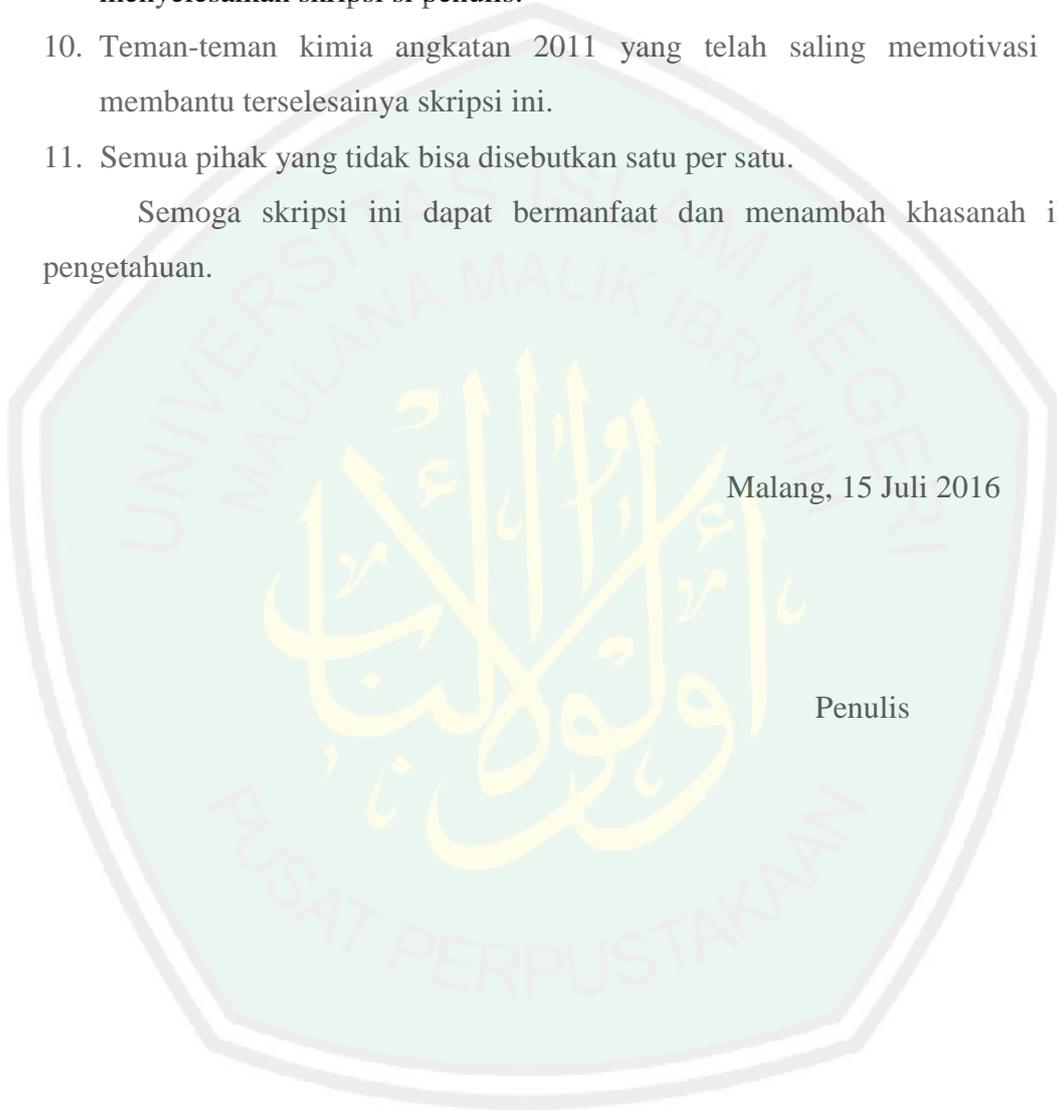
1. Kedua orang tua penulis, Bapak Isnu Kasbullah dan Ibu Marikem serta saudara-saudara penulis Kakak Wawan R.Z sekalian dan Kakak Agus M.S. sekalian yang telah memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan moril dan materil sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. H. MudjiaRaharjo, M.Si.
3. Dekan Fakultas Sains danTeknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Ibrahim Malang Ibu Dr. Drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
4. Ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
5. Para dosen pembimbing Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si, dan Ibu Akyunul Jannah, S.Si., M.P. karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran dan motivasinya penyusunan skripsi dapat diselesaikan
6. Dosen penguji Bapak Ghanaim Fasya, M.Si. karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
7. Seluruh Dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

8. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
9. Khusnan Mustofa, S.Si. dan Desy Maulina, S.Si. yang membantu penulis pada saat kesulitan dengan penuh kesabaran dan keikhlasan dalam menyelesaikan skripsi si penulis.
10. Teman-teman kimia angkatan 2011 yang telah saling memotivasi dan membantu terselesainya skripsi ini.
11. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 15 Juli 2016

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Peran Fotokatalis Pada Proses Reaksi Kimia	8
2.2 Efektifitas Semikonduktor Sebagai Material Fotokatalis	9
2.3 Karakteristik Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Material Fotokatalis	12
2.4 Efek Doping TiO ₂ Menggunakan Ion Logam Transisi	13
2.5 Sintesis TiO ₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Sonikasi Bath	17
2.6 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel Dengan Metode Difraksi Sinar-X	21
2.7 Proses Degradasi Polutan Organik dengan Fotokatalis TiO ₂	22
2.8 Pandangan Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan Air dan Usaha Penanggulangannya	24
BAB III METODE PENELITIAN	28
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.2.1 Alat	28
3.2.1 Bahan	28
3.3 Tahapan Penelitian	28
3.4 Prosedur Kerja	29
3.4.1 Sintesis Material TiO ₂ Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Sonikasi	29
3.4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel Dengan Metode Difraksi Sinar-X Serbuk	30

3.4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ Hasil Sintesis Pada Proses Degradasi Zat Warna Metilen Biru	31
3.4.3.1 Pembuatan Larutan Standar	31
3.4.3.2 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metilen Biru	31
3.4.4 Analisis Data	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Sintesis Material V-TiO ₂ dengan Metode Sonikasi	33
4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel Dengan Metode Difraksi Sinar-X Serbuk	37
4.3 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ Hasil Sintesis Pada Proses Degradasi Zat Warna Metilen Biru	42
4.4 Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam	45
BAB V PENUTUP	49
5.1 Kesimpulan	49
5.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Konstanta laju reaksi pada berbagai konsentrasi Cu	17
Tabel 2.2 Hasil perhitungan ukuran rata-rata partikel berdasarkan persamaan Debye-Scherrer	19
Tabel 2.3 Parameter kisi hasil sintesis	20
Tabel 2.3 Daerah serapan dan energi band gap material sintesis	27
Tabel 4.1 Perubahan Fisik TiO ₂ Sebelum dan Sesudah Kalsinasi	36
Tabel 4.2 Posisi puncak dan intensitas bidang-bidang karakteristik TiO ₂ dan V-TiO ₂	38
Tabel 4.3 Parameter sel satuan TiO ₂ dengan dopan Vanadium (V) pada konsentrasi dopan 1; 1,5 dan 2 % ditentukan menggunakan metode Le Bail	40
Tabel 4.4 Ukuran kristal material V-TiO ₂	41
Tabel 4.5 Konsentrasi akhir hasil degradasi larutan metilen biru	44
Tabel L.1 Jumlah perkusor yang digunakan untuk sintesis	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Daerh energi pada semikonduktor	10
Gambar 2.2	Energi gap, posisi pita valensi, konduksi, dan potensial redoks berbagai semikonduktor	11
Gambar 2.3	Struktur Kristal TiO ₂ Anatas dan Rutil	12
Gambar 2.4	Mekanisme Fotokatalisis dan Perbedaan Energi Celah Pita TiO ₂ .	14
Gambar 2.5	Grafik hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan celah pita	16
Gambar 2.6	Grañk hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan panjang gelombang TiO ₂	16
Gambar 2.7	Kurva XRD dari bubuk TiO ₂ hasil Sintesis dan Degusa P25	20
Gambar 2.8	Skema Proses Fotokatalisis	23
Gambar 4.1	Rumus Struktur TIP (a) dan V _(acac) (b).....	33
Gambar 4.2	Pola difraksi V-TiO ₂ dengan variasi konsentrasi dopan vanadium	37
Gambar 4.3	Kurva standar larutan metilen biru	43
Gambar 4.4	Grafik % degradasi metilen biru pada radiasi sinar UV dan radiasi sinar matahari	44

DAFTAR LAMPIRAN

L.1 Perhitungan jumlah prekursor (Titanium (IV) isopropoksida dan Vanadium (III) asetilasetonat) yang digunakan untuk sintesis V-TiO ₂ dengan metode sonikasi	55
L.2 Diagram Alir Penelitian	58
L.3 Hasil Karakterisasi XRD	59
L.4 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica	62
L.5 Perhitungan dan Analisa Data	67
L.6 Hasil Pengukuran Absorbansi Maksimum Larutan Metilen Biru Setelah Proses Degradasi	68
L.7 JCPDS TiO ₂ Anatas	69
L.8 Dokumentasi	70

ABSTRAK

Albasthomi I. A. 2016. **Sintesis, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) anatas Terdoping Vanadium (III) Menggunakan Metode Sonikasi.** Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Pembimbing II: Akyunul Jannah, M.P. Konsultan: Nur Aini, M.Si

Kata kunci: Titanium Dioksida, Vanadium (III), Sonikasi, dan Fotokatalis, *X-Ray Diffraction* (XRD).

Material semikonduktor TiO₂ anatas memiliki energi celah pita yang lebar yaitu sekitar 3,2 eV yang setara dengan cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm. Modifikasi TiO₂ anatas diperlukan untuk memperlebar aktivitas di daerah sinar tampak (400-900 nm). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik struktur, ukuran partikel dan aktivitas fotodegradasi material semikonduktor TiO₂ anatas yang di doping dengan vanadium (III) hasil sintesis terhadap zat warna metilen biru.

Sintesis material fotokatalis pada penelitian ini menggunakan metode sonikasi menggunakan *cleaning bath ultrasonic*. Konsentrasi dopan vanadium yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1; 1,5 dan 2 %. Karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) bubuk untuk mengetahui karakteristik struktur dan ukuran partikel. Uji aktivitas fotokatalis menggunakan metode spektroskopi UV-Vis yang dilakukan di bawah radiasi sinar UV dan sinar matahari.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa doping vanadium (III) tidak merubah srstruktur TiO₂ anatas, tetapi terjadi pergeseran 2θ kearah yang lebih kecil. Penambahan konsentrasi V (III) sebanyak 2 % menginduksi pertumbuhan fasa rutil pada $2\theta = 27,500$ 8,41 %. Sedangkan ukuran kristal fotokatalis mengalami perubahan akibat adanya dopan vanadium. Ukuran kristal untuk TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 1; 1,5 dan 2 % secara berturut-turut yaitu 34,26; 29,41; 26,49; dan 29,88 nm. Ukuran partikel yang semakin kecil mengakibatkan luas permukaan yang semakin besar, sehingga akan memicu aktivitas katalisnya. Persentase hasil fotodegradasi material hasil sintesis terhadap zat warna metilen biru pada radiasi sinar UV untuk TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 1; 1,5 dan 2 % secara berturut-turut yaitu 35,21; 60,78; 39,78; dan 76,71 %. Sedangkan pada radiasi sinar matahari yaitu 69,36; 50,71; 48,64; dan 63,22 %.

ABSTRACT

Albasthomi, I. A. 2016. **Synthesis, Characterization and Test of Photocatalyst Activity Titanium Dioxide (TiO₂) Anatas Doped Vanadium (III) with Sonication Method.** Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Akyunul Jannah, M.P. Consultant: Nur Aini, M.Si

Key word: Titanium Dioxide, Vanadium (III), Sonication, Photocatalyst, and X-Ray, Diffraction (XRD).

Anatas TiO₂ semiconductor material has a wide band gap energy about 3.2 eV which is equivalent to UV light with a wavelength of 388 nm. Anatas TiO₂ modifications is needed to widen the activity in visible light (400-900 nm) area. The aims of this study are to determine the characteristics of the structure, particle size and photo degradation activity of anatas TiO₂ semiconductor material which is doped by vanadium (III) the synthesis product of the methylene blue dye.

Synthesis of photocatalyst material in this study use sonication method using ultrasonic cleaning bath. Dopant concentration of vanadium which is used in this study is 1; 1.5 and 2%. Characterization which is used are X-Ray Diffraction (XRD) powder to know the characteristics of the structure and particle size. Photocatalytic activity test use UV-Vis Spectroscopy method carried out under UV light radiation and sunlight.

The results research showed that the doping vanadium (III) did not change anatas TiO₂ structure, but there was a friction 2θ to the smaller direction. The concentration addition of Vanadium (III) by 2% to induce the growth of the rutile phase at $2\theta = 27,500$ 8.41%. While the size of the photocatalyst crystals was changed due to dopant vanadium. Crystal size of TiO₂ without doping, V-TiO₂ 1; 1.5 and 2% respectively were 34.26; 29.41; 26.49; and 29.88 nm. The particle size which was smaller made the particle size results in greater surface area, so it would trigger the activity of the catalyst. The result percentage of material Photodegradation from synthesis product to methylene blue dye in UV radiation for TiO₂ without doping, V-TiO₂ 1; 1.5 and 2% respectively were 35.21; 60.78; 39.78; and 76.71%. While from the sunlight radiation were 69.36; 50.71; 48.64; and 63.22%.

مستخلص البحث

البشطي، ط. أ. (٢٠١٦). التحضير و التوصيف و اختبار النشاط على ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي الضوئي زيتها فاناديوم (III) باستخدام طريقة الصوتنة. المشرفة الأولى: رحمواتي نينجسيه الماجستير. المشرف الثاني: أعين الجنة الماجستير. المستشار: نور عيني الماجستير.

الكلمات الرئيسية: ثاني أكسيد التيتانيوم، الفاناديوم (III)، الصوتنة، الضوئي، حيود الأشعة السينية (XRD)، الميثيلين الأزرق، القياس الطيفي للأشعة فوق البنفسجية.

مادة شبه الموصل من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي الضوئي لها طاقة الفجوتية الواسعة في ٣،٢ eV التي تساو بضوء الأشعة فوق بنفسجية في طول الموجة ٣٨٨ nm. يحتاج أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي لتوسيع النشاطه في الضوء المرئي يعني بين ٤٠٠ nm إلى ٨٠٠ nm. احد من طريقة توسيع النشاط ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي الي الضوء المرئي هي بزيدة فاناديوم (III). و كان أهدافها لتعرف توصيف التركيب و حجم الجسيمات و نشاط ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناتاسي الضوئي في تحلل الصبغة الميثيلين الأزرق.

كان تحضير مادة شبه الموصل من ثاني أكسيد التيتانيوم في هذا البحث يستخدم طريقة الصوتنة بلموجات فوق الصوتية في تنظيف حمام بالموجات فوق الصوتية. كمية من الفاناديوم التي يستخدم هي ١،٥ و ٢%. اداة التوصيف في هذا البحث هي حيود الأشعة السينية (XRD). هذا الاداة لتعرف التوصيف التركيب و حجم الجسيمات. اختبار النشاط باستخدام القياس الطيفي للأشعة فوق البنفسجية و ضوء الشمس.

النتيجة من البحث ان فاناديوم (III) لا تغيير هيكل ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي ولكن كان هناك تحول نحو $\theta 2$ أصغر. زيدة الفاناديوم تؤدي إلى نمو الروتيل في % ٤١،٨ $\theta 2 = 500,27$. و تغيير حجم بلور الضوئي بسبب زيدة الفاناديوم. حجم بلور ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي بلا زيدة فاناديوم ٢٦،٣٤ و زيدة ١% فاناديوم حجم بلورها ٤١،٢٩ نانومتر، وزيدتها ١،٥%: ٤٩،٢٦ نانومتر، وزيدتها ٢%: ٨٨،٢٩ نانومتر، أصغر حجم بلور فأكبر المساحة السطحية. التي يسبب الضوئي اكبر. النتيجة من اختبار النشاط الضوئي في تحلل الصبغة الميثيلين الأزرق في الأشعة فوق البنفسجية هي ٢١،٣٥ بثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) أناتاسي بلا زيدة فاناديوم. و ٧٨،٦٠ بزيدتها ١%، و ٧٨،٣٩ بزيدتها ١،٥%، و ٧١،٧٦ بزيدتها ٢%، وفي ضوء الشمس هي ٣٦،٦٩ بثاني

أكسيد التيتانيوم (TiO₂) أناتاسي بلا زيدة فاناديوم, و ٧١,٥٠ بزيديتها ١%, و ٦٤,٤٨ بزيديتها ١,٥%, و ٢٢,٦٣ بزيديتها ٢%.



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan sektor industri tekstil memang memberikan kontribusi bagi pertumbuhan perekonomian Indonesia, akan tetapi hal ini juga dapat menimbulkan masalah yang serius bagi lingkungan, terutama masalah yang diakibatkan oleh limbah cair yang dihasilkan, salah satunya adalah limbah zat warna. Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun tentunya merugikan manusia dan melanggar hak manusia untuk mendapatkan lingkungan yang baik. Hal ini telah jelas dilarang Al Qur'an, seperti yang terdapat dalam surat Asy Syu'araa ayat 183 berikut:

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْتُوا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ۚ ۱۸۳

Artinya:

“Dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan.” (Qs. Asy Syu'araa/26 : 183)

Berbagai metode telah banyak dilakukan oleh peneliti untuk meminimalkan cemaran limbah industri tersebut terhadap lingkungan. Salah satu metode yang sedang dikembangkan sekarang adalah metode fotokatalisis yang memanfaatkan sinar matahari untuk mendegradasi cemaran limbah zat warna tersebut menjadi zat-zat yang lebih sederhana dengan menggunakan semikonduktor sebagai material katalis. Indonesia merupakan negara yang mendapatkan pancaran sinar matahari hampir merata sepanjang tahun, hal ini membuka peluang pemanfaatan

teknik fotokatalisis semikonduktor sebagai metode penguraian limbah zat warna tersebut.

Fotokatalis merupakan substansi yang dapat mempercepat reaksi dengan memanfaatkan foton sebagai sumber energi pemicunya. Reaksi kimia yang melibatkan material fotokatalis disebut juga dengan reaksi fotokatalisis. Dewasa ini teknologi fotokatalisis telah banyak diterapkan untuk berbagai aplikasi antara lain pengolahan lingkungan seperti degradasi alizarin (Roopaei, dkk., 2014), metil orange (Widihati, dkk., 2011) dan metilen biru (Pundisari, dkk., 2013), degradasi limbah fenol (Lestari, dkk., 2012), serta produksi biodisel (Kartika dan Widyaningsih, 2012). Teknologi fotokatalis juga dikembangkan untuk proses *water splitting* (Liao, dkk., 2012), yaitu proses pemecahan air menjadi hidrogen dan oksigen sebagai sumber energi terbarukan. Material yang dapat berperan sebagai fotokatalis adalah material semikonduktor. Apabila material semikonduktor ini dikenai sumber cahaya, akan menghasilkan electron (e^-) dan lubang (h^+) yang berperan sebagai agen oksidasi dan reduksi dalam reaksi fotokatalisis.

Semikonduktor titanium dioksida (TiO_2) telah banyak dilaporkan aktivitas fotokataliknya. Titanium dioksida (TiO_2) memiliki stabilitas termal cukup tinggi, harga yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi, dkk., 2009). Pada umumnya semikonduktor TiO_2 yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2 anatas dan rutil, akan tetapi struktur kristal TiO_2 anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan dengan rutil (Linsebigler, dkk., 1995). Semikonduktor TiO_2 anatas juga memiliki energi celah pita (*band gap*) yang lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 rutil.

Energi celah pita yang dimiliki oleh TiO₂ anatase sebesar E_g 3,2 eV sedangkan TiO₂ rutil sebesar E_g 3,1 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa *hole* pada permukaan TiO₂ anatase merupakan oksidator yang lebih kuat dibandingkan dengan rutil (Palupi, 2006). Besar energi celah pita yang dimiliki oleh material TiO₂ sebesar E_g 3,2 eV, hal tersebut mengakibatkan TiO₂ anatase hanya aktif pada spektrum sinar UV ($\lambda > 400$ nm). Oleh karena itu perlu adanya studi lebih lanjut untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ sehingga material TiO₂ ini tidak hanya aktif pada daerah sinar UV saja akan tetapi juga aktif pada daerah sinar tampak (400 – 700 nm) secara efektif dan efisien.

Berbagai penelitian telah banyak dilakukan untuk memodifikasi material semikonduktor TiO₂ ini untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisnya pada daerah sinar tampak (400-700 nm), salah satunya menggunakan doping terhadap TiO₂, yaitu dengan menambahkan material lain (pengotor) ke dalam material TiO₂. Menurut beberapa peneliti pengotor tersebut dapat berupa logam (Wang, 2012) atau non logam (Liu, 2005), *co-doped* yaitu doping lebih dari satu pengotor (Li, 2012 dan Choi, dkk., 2009), mengkompositkan TiO₂ dengan semikonduktor yang lain yang memiliki celah pita lebih rendah seperti CdS (Hirai, 2001).

Menurut Choi, dkk. (2009), cara terbaik untuk meningkatkan rentang panjang gelombang fotoaktif dan aktifitas fotokatalis TiO₂ di bawah sinar tampak yaitu dengan doping ion logam. Dopan-dopan ion logam yang berpotensi meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ di bawah sinar tampak antara lain vanadium (V³⁺), kromium (Cr³⁺), nikel (Ni²⁺) dan platinum (Pt⁴⁺ dan Pt²⁺). TiO₂ anatase dengan doping ion logam 0,3 % V³⁺ menunjukkan serapan pada panjang gelombang hingga 700 nm. Doping ion logam Cr³⁺, dan Ni²⁺ sebesar 0,3 % menunjukkan

serapan pada panjang gelombang antara 400 – 500 nm. Doping TiO₂ anatas menggunakan Pt⁴⁺ 0,3 % menunjukkan serapan yang mirip dengan serapan dopan V³⁺. Sedangkan doping dengan menggunakan Pt²⁺ menunjukkan serapan kecil pada panjang gelombang 400 – 450 nm. Data pergeseran panjang gelombang yang diserap oleh material TiO₂ yang didoping dengan beberapa logam tersebut menunjukkan bahwa doping logam vanadium memiliki potensi lebih besar untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO₂ pada daerah sinar tampak.

Aktivitas fotokatalis TiO₂ juga dapat ditingkatkan dengan memperkecil ukuran partikelnya. Hal ini perlu dilakukan karena dengan ukuran partikel dalam skala nanometer luas permukaan partikel secara keseluruhan menjadi lebih besar. Aplikasi dalam degradasi polutan organik dengan menggunakan material fotokatalis yang memiliki luas permukaan yang lebih besar, memungkinkan terjadinya kontak molekul yang akan dikatalisis dengan permukaan fotokatalis menjadi lebih banyak (Timuda, 2010), sehingga proses katalisis menjadi lebih efektif. Lestari, dkk. (2012), melaporkan bahwa uji aktivitas fotokatalis ZnO/TiO₂ dalam proses degradasi limbah fenol dengan ukuran partikel ZnO/TiO₂ sebesar 23,66 nm, 19,19 nm dan 17,41 nm secara berturut-turut menunjukkan penurunan konsentrasi fenol yaitu 76,0664 %; 85,0533 % dan 95,3965 %. Ukuran partikel yang relatif kecil dapat diperoleh dengan menggunakan metode sonikasi. Metode sonikasi lebih mudah dilakukan daripada metode yang lain (Kasuma, 2012) karena prosesnya yang sederhana dan cepat. Istigfarini (2013), melaporkan bahwa ukuran partikel SrTiO₃ yang disintesis menggunakan metode padatan yaitu 52,77 nm kemudian mengecil sebesar 25,2 % setelah sonikasi menjadi 39,47 nm, sedangkan SrTiO₃ hasil sintesis metode sonikasi sebesar 26,27 nm. Ukuran

partikel hasil sintesis menggunakan metode sonikasi tunggal besarnya setengah kali ukuran partikel hasil sintesis menggunakan metode padatan-sonikasi.

Penelitian ini akan dilakukan sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping Vanadium (III) menggunakan metode sonikasi. Metode ini dipilih karena sonikasi dapat memecah partikel menjadi ukuran kecil (nano) sehingga diharapkan akan efektif untuk memperoleh material dengan luas permukaan area yang luas. Variasi dopan V_2O_3 sebesar 1; 1,5; dan 2 % digunakan untuk mengetahui pengaruh dopan V^{3+} terhadap perubahan struktur, ukuran kristal TiO_2 anatase dan aktivitas degradasi terhadap zat warna metilen biru. TiO_2 terdoping V^{3+} dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan uji aktivitas fotodegradasi menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis. Karakterisasi XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran partikel TiO_2 anatase. Spektra hasil UV-Vis yang dihasilkan akan digunakan sebagai tolak ukur aktivitas degradasi dari konsentrasi zat warna metilen biru.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil sintesis material TiO_2 anatase terdoping vanadium (III) menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi dopan vanadium (III) sebesar 1; 1,5; dan 2 %?
2. Bagaimana karakter struktur dan ukuran partikel material TiO_2 anatase terdoping vanadium (III) hasil sintesis berdasarkan karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)?
3. Bagaimana aktivitas fotokatalisis material TiO_2 anatase terdoping vanadium (III) hasil sintesis pada radiasi sinar UV dan pada radiasi sinar matahari?

1.3 Tujuan Penelitian

- 1 Untuk mengetahui hasil sintesis material TiO_2 anatas terdopping vanadium (III) menggunakan metode sonikasi dengan konsentrasi dopan vanadium (III) sebesar 1; 1,5; dan 2 %.
- 2 Untuk mengetahui karakter struktur dan ukuran partikel material TiO_2 anatas terdopping vanadium (III) hasil sintesis berdasarkan karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD).
- 3 Untuk mengetahui aktivitas fotokatalisis material TiO_2 anatas terdopping vanadium (III) hasil sintesis pada radiasi sinar UV dan pada radiasi sinar matahari.

1.4 Batasan Masalah

1. Konsentrasi dopan V^{3+} yang digunakan sebesar 1,0 %, 1,5 %, dan 2,0 %.
2. Sintesis material menggunakan metode sonikasi *bath* dilakukan pada frekuensi 20 kHz – 10 MHz selama 40 menit.
3. Kalsinasi dilakukan selama 2 jam pada suhu 500 °C.
4. Karakterisasi struktur dan ukuran partikel menggunakan metode XRD.
5. Uji aktivitas degradasi dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis.
6. Sampel zat warna yang digunakan untuk uji aktivitas material adalah larutan metilen biru 10 ppm.
7. Sumber sinar fotodegradasi berasal dari lampu UV-Blacklight dan sinar matahari.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu dapat memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat dan peneliti tentang karakteristik struktur, ukuran partikel, dan aktivitas material fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium (III) yang disintesis menggunakan metode sonikasi. Selain itu juga dapat membantu pengembangan ilmu dan teknologi material mengenai karakteristik dan desain material fotokatalis TiO_2 pada reaksi degradasi polutan organik.

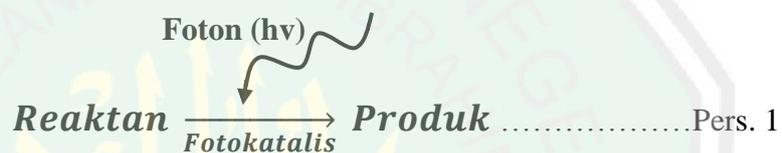


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Peran Fotokatalis Pada Proses Reaksi Kimia.

Fotokatalis merupakan suatu gabungan antara proses fotokimia dan katalis. Proses fotokimia merupakan suatu proses transformasi kimia dengan bantuan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis merupakan suatu substansi yang dapat mempercepat laju reaksi (Persamaan 2.1).



Menurut Prambasto (2013), hal ini disebabkan katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Selama proses reaksi berlangsung katalis akan ikut bereaksi dan pada akhir reaksi katalis dihasilkan kembali. Berdasarkan uraian tersebut dapat disimpulkan bahwa material yang digunakan sebagai katalis dalam suatu reaksi kimia dengan kemampuannya dalam menyerap foton sebagai pemicu aktivitas disebut dengan material fotokatalis. Sedangkan proses reaksi yang melibatkan material fotokatalis disebut dengan reaksi fotokatalisis.

Reaksi fotokatalisis terjadi pada permukaan partikel sehingga efektivitas reaksi fotokatalis dapat dipengaruhi oleh berbagai hal, beberapa diantaranya adalah ukuran dan bentuk partikel yang digunakan. Reaksi fotokatalisis akan efektif apabila ukuran partikel berada pada ukuran nano yaitu 1-100 nm (Naimah, dkk., 2011). Semakin kecil ukuran partikel maka akan memperlebar luas

permukaan partikel, sehingga interaksi antara reaktan pada permukaan partikel akan semakin besar.

2.2 Efektifitas Semikonduktor Sebagai Material Fotokatalis

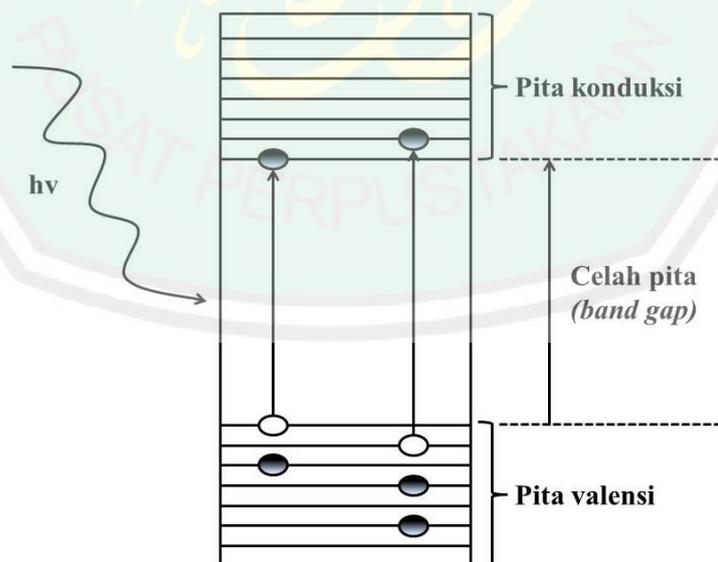
Semikonduktor adalah sebuah bahan dengan konduktifitas yang berada diantara isolator dan konduktor (Sistesya, 2013). Semikonduktor merupakan material yang memiliki pita *bonding* dan pita *antibonding* terluar, kedua pita tersebut dipisahkan oleh energi ambang atau energi celah pita (*gap energy* atau *band gap*) (Effendy, 2010). Pada semikonduktor, pita valensi adalah pita yang berkarakter ikatan (pita *bonding*) dan terisi elektron. Pita konduksi adalah pita yang berkarakter antiikatan (pita *antibonding*) dan tidak terisi elektron (kosong). Berdasarkan keterangan tersebut Apri (2006), menegaskan bahwasanya pada tingkatan pita valensi, elektron terikat sangat erat sedangkan pada pita konduksi mempunyai tingkat kebebasan yang tinggi.

Berdasarkan jumlah mayoritas partikel pembawa muatan, Effendy (2010) menegaskan bahwa semikonduktor dibedakan dalam dua jenis, yaitu semikonduktor tipe-p dan tipe-n. Semikonduktor tipe-p merupakan semikonduktor yang mengalami kekurangan elektron sehingga semikonduktor ini bermuatan positif dengan lubang sebagai pembawa muatan mayoritas. Sedangkan semikonduktor tipe-n mengalami kelebihan elektron, yang menyebabkan semikonduktor ini bermuatan negatif dengan elektron sebagai pembawa muatan mayoritas.

Semikonduktor memiliki energi celah pita cukup kecil. Rentang energi celah pita untuk semikonduktor adalah 1-5 eV, isolator > 5 eV, sedangkan konduktor

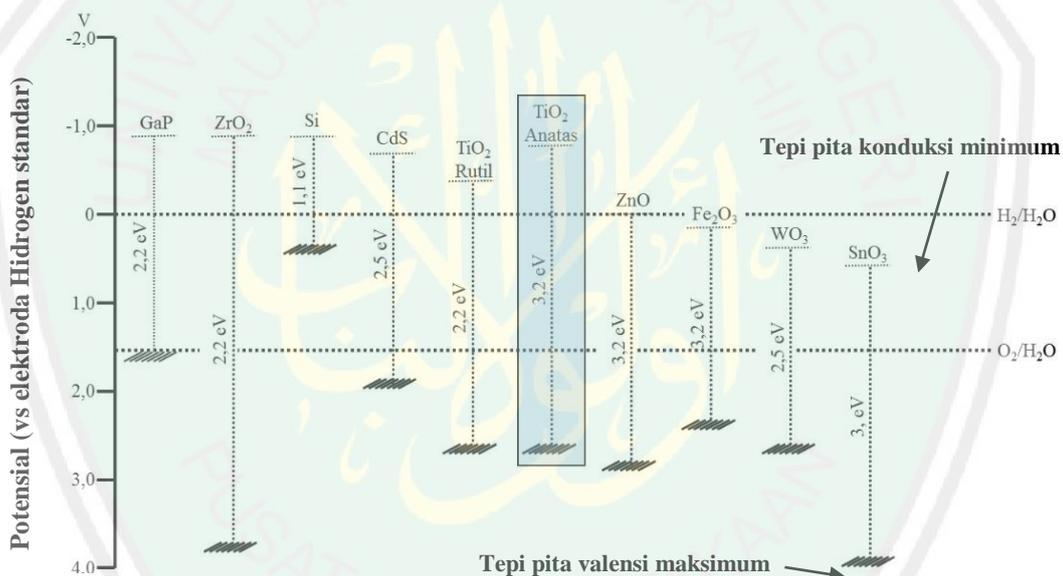
tidak memiliki energi celah pita (Saha, 2007). Semikonduktor dapat berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi bergantung pada besarnya energi celah pita dan jenis spesi yang akan dioksidasi dan direduksi.

Menurut Halliday dan Resnick (1990), energi celah pita (E_g) terjadi karena adanya *overlapping* orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menjadikan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksi oleh cahaya. Bila semikonduktor tersebut dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari energi celah pitanya, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi menghasilkan lubang (h^+) pada pita valensi. Eksitasi dari elektron akan mengisi pita konduksi dengan beberapa elektron dan akan meninggalkan lubang yang sama banyaknya dalam pita valensi. Ilustrasi daerah energi semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.1 berikut :



Gambar 2.1 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)

Terdapat beberapa jenis semikonduktor yang dapat dipakai untuk proses fotokatalisis yaitu dari kelompok oksida logam dan sulfida logam. Beberapa kelompok oksida logam yang dapat digunakan sebagai fotokatalis misalnya: TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , WO_3 , atau SnO_2 , sedangkan dari kelompok sulfida misalnya: CdS , ZnS , CuS , FeS (Slamet, dkk., 2003). Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi, konduktifitas, dan potensial redoks yang berbeda (Gambar 2.2). Semakin tinggi potensial pita valensi, semakin tinggi daya oksidasi yang dimiliki oleh lubang (Palupi, 2006).

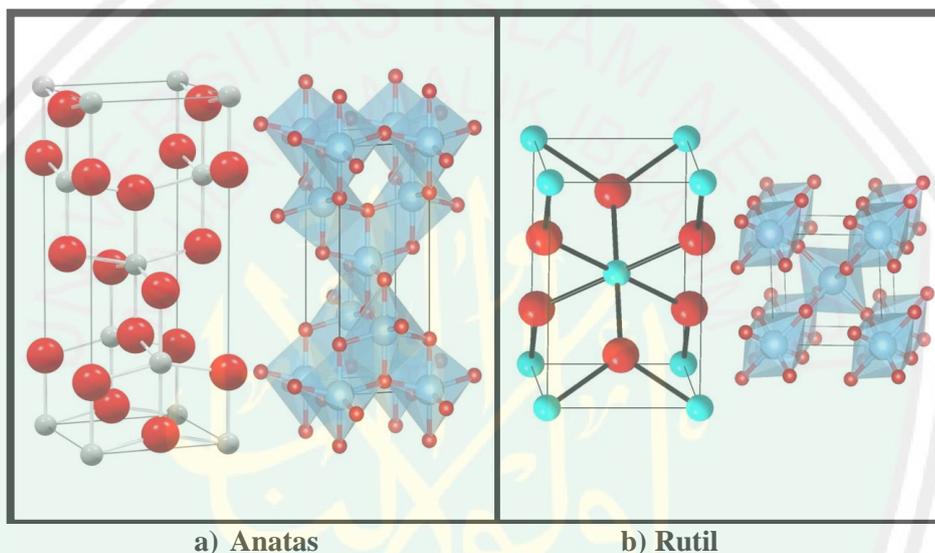


Gambar 2.2 Energi celah pita, posisi pita valensi, konduksi, dan potensial redoks dari berbagai semikonduktor (Palupi, 2006).

Diantara sekian banyak jenis semikonduktor, hingga saat ini serbuk TiO_2 (terutama dalam bentuk kristal anatas) memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi, stabil, dan tidak beracun (Srinivasan, 2003 dalam Dahlan, 2007). Secara komersial serbuk TiO_2 juga mudah didapat dan diproduksi dalam jumlah besar. Berdasarkan kelimpahan dan fotoaktivitas tersebut, TiO_2 sangat potensial untuk dikembangkan lebih lanjut sebagai fotokatalis.

2.3 Karakteristik Semikonduktor TiO₂ Sebagai Material Fotokatalis.

Titanium dioksida yang terdapat di alam sebagai mineral terbentuk dalam tiga model kristal yaitu rutil, anatase dan brookite. Bentuk yang paling umum dan sering dijumpai adalah rutil dan anatase. Rutil merupakan bentuk yang paling stabil, anatase dan brookite bisa dikonversi ke rutil dengan adanya pemanasan. Struktur kristal TiO₂ anatase dan rutil dapat dilihat pada Gambar 2.3,



Gambar 2.3 Struktur Kristal TiO₂ Anatase dan Rutil (Palupi 2006)

Struktur anatase dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO₆. Struktur kedua kristal dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedronnya. Setiap ion Ti⁴⁺ dikelilingi oleh enam atom O²⁻. Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi ortorhombik, sedangkan oktahedron pada anatase memperlihatkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri (Linsebigier, dkk., 1995). Jarak Ti-Ti pada anatase lebih besar (3.79 dan 3.04 Å serta 3.57 dan 2.96 Å untuk rutil), sedangkan jarak ion Ti-O lebih pendek dibandingkan rutil (1,937 Å dan 1,966 Å pada anatase dan 1,946 Å dan 1,983 Å untuk rutil) (Diebold, 2003). Pada rutil setiap oktahedronnya mengalami kontak

dengan 10 oktahedron tetangganya, sedangkan pada anatase setiap oktahedron mengalami kontak dengan delapan oktahedron tetangganya. Perbedaan dalam struktur kisi ini menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk TiO_2 (Linsebigier, dkk., 1995), yaitu anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil. Besar celah pita yang dimiliki pun menjadi berbeda, pada anatase besar rentang energinya adalah 3,2 eV sedangkan rutil 3,1 eV (Gunlazuardi, 2001).

Titanium dioksida (TiO_2) adalah semikonduktor tipe-n yang banyak digunakan pada berbagai jenis aplikasi. Titanium dioksida (TiO_2) banyak digunakan sebagai sel surya (Pandey & Samaddar, 2006; Gratzel, 2003; Longo & De Paoli, 2003), fotokatalis (Kolmakov & Moskovits, 2004; Maddu, dkk., 2006; Jitputti, dkk., 2008), sensor biologis dan kimia (Kolmakov & Moskovits, 2004), produk kesehatan hingga pigmentasi cat (Gratzel, 2003; Kong, dkk., 2007). Bahan semikonduktor ini memiliki sifat tidak beracun, *biocompatible*, tersedia secara luas, serta biaya pembuatannya relatif rendah (Gratzel, 2003).

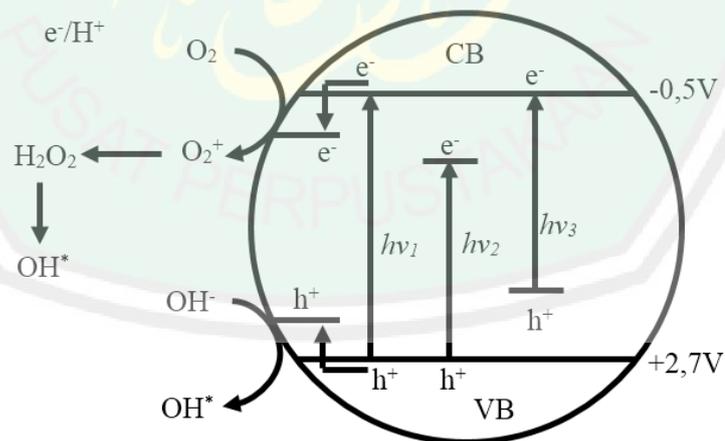
2.4 Efek Doping TiO_2 Dengan Menggunakan Ion Logam Transisi.

Doping merupakan suatu proses memasukkan atom lain (dopan) ke dalam material fotokatalis. Ketika semikonduktor didoping dengan impuritas maka semikonduktor menjadi ekstrinsik. Tujuan pendopingan terhadap material fotokatalis yaitu untuk memperbaiki sifat-sifat bahan sesuai dengan kebutuhan (Lestari, 2009). Doping memiliki beberapa keuntungan diantaranya dapat meningkatkan konduktivitas semikonduktor, memperoleh semikonduktor dengan

hanya satu pembawa muatan (elektron atau lubang) saja, atau mendapatkan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebih rendah dari asalnya.

Dopan yang digunakan untuk mendoping material semikonduktor dapat berupa dopan non logam dan dopan logam. Dopan non logam yang telah terbukti mampu meningkatkan aktivitas fotokatalisis adalah N (Riyani, dkk., 2012) dan C (Natawidha, 2012). Sedangkan dopan logam yang terbukti mampu meningkatkan aktivitas fotokatalisis V, Ni, Pt (Choi, dkk., 2009), dan Cu (Natawidha, 2012).

Dopan logam memiliki kelebihan daripada dopan non logam. Menurut Natawidha (2012) dopan logam mampu merubah posisi pita konduksi dari TiO_2 ke bawah karena nanopartikel logam terdispersi dalam matriks TiO_2 (Gambar 2.5). Selain itu, dopan logam transisi membentuk suatu pita penjebak elektron yang dapat meningkatkan penangkapan (*trapping*) elektron untuk menghambat rekombinasi elektron-lubang selama iradiasi (Gambar 2.).



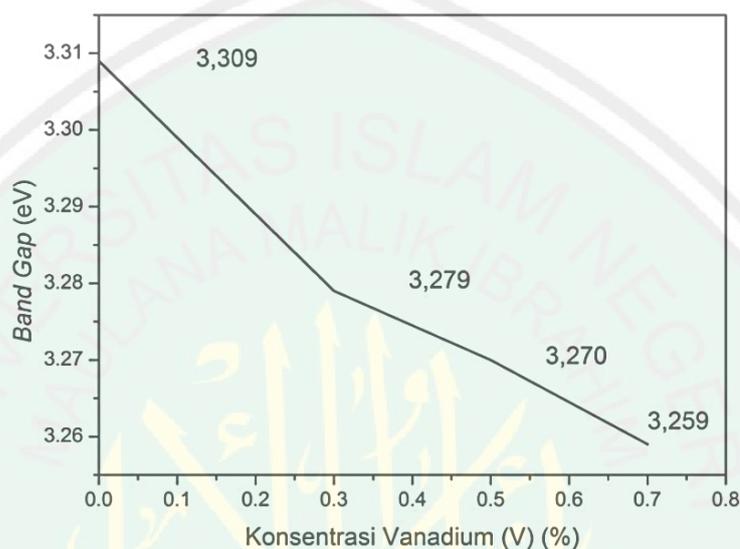
Gambar 2.4 Mekanisme Fotokatalisis dan Perbedaan Energi Celah Pita TiO_2 .
 $h\nu_1$: TiO_2 murni; $h\nu_2$: TiO_2 berdopan logam, dan $h\nu_3$: TiO_2 berdopan non logam
 (Zaleska, 2008)

Beberapa ion logam yang berpotensi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO_2 adalah vanadium, kromium, platinum, dan nikel (Choi, dkk., 2009). Diantara logam-logam transisi tersebut, Choi, dkk. (2009) melaporkan bahwa doping TiO_2 dengan 0,3 % vanadium (III) menghasilkan perluasan spektra serapan terbesar yaitu antara 400-700 nm (daerah sinar tampak) sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis. Dopan vanadium (III) memiliki efek lebih besar terhadap pergeseran serapan sinar material fotokatalis TiO_2 daripada dopan vanadium (IV) dan vanadium (V). Pergeseran serapan sinar TiO_2 yang didoping dengan vanadium (III) memberikan serapan pada daerah antara 400-700 nm (Choi, dkk., 2009). Sedangkan pergeseran serapan sinar TiO_2 yang didoping dengan vanadium (IV) dan vanadium (V) yaitu pada daerah 380 nm (Maulina, 2014 dan Thuy, dkk., 2012).

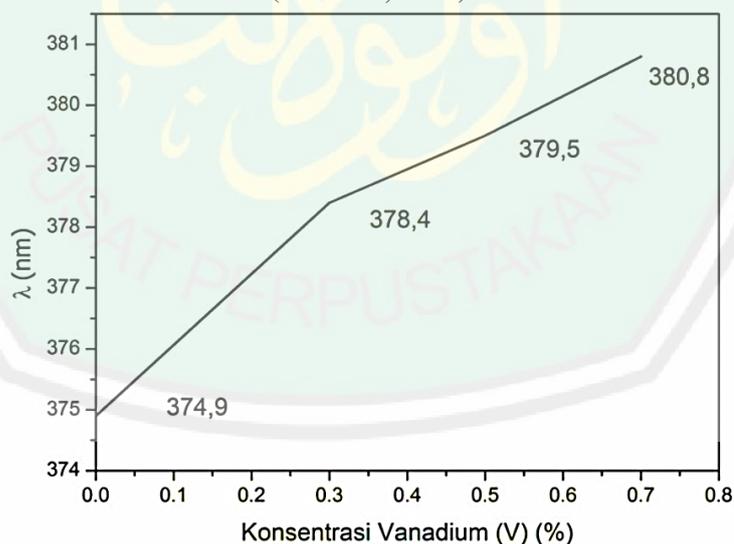
Selain perbedaan jenis dopan, perbedaan konsentrasi dopan juga berpengaruh terhadap perubahan energi celah pita. Prambasto (2012), melaporkan bahwa TiO_2 yang didoping menggunakan 1 % Ni, 2 % Zn dan Ni-Zn (1-2 %) menghasilkan energi celah pita secara berturut-turut adalah 3,08 eV; 3,24 eV, dan 2,93 eV. Selain itu penambahan konsentrasi dopan yang semakin banyak akan mempengaruhi struktur kristal yang terbentuk. Hal ini disebabkan karena semakin banyak pengotor logam maupun non logam yang menggantikan posisi atom oksigen pada material TiO_2 .

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Mustofa (2014), yang melaporkan bahwa hasil analisis energi celah pita dari material TiO_2 dengan penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3 %; 0,5 % dan 0,7 % yang disintesis menggunakan metode padatan menghasilkan energi celah pita yang semakin kecil

(Gambar 2.6). Penambahan variasi dopan tersebut juga menggeser daerah serapan sinar dari UV ke daerah *visible*, akan tetapi hasil tersebut belum bisa menentukan konsentrasi optimum dopan vanadium untuk mencapai serapan sinar maksimal oleh material TiO_2 dengan doping vanadium (Gambar 2.7).



Gambar 2.5 Grafik hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan celah pita (Mustofa, 2014)



Gambar 2.6 Grafik hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan serapan panjang gelombang TiO_2 (Mustofa, 2014)

Penambahan konsentrasi dopan juga perlu diperhatikan. Menurut Jinlong (2010) dalam Afrozi (2010), dopan logam mempunyai batas maksimal, jika suatu

logam didopan pada titanium (IV) oksida dibawah dosis optimalnya, dopan tersebut berfungsi sebagai pusat pemisahan elektron-hole sehingga meningkatkan kinerja fotokatalitik. Namun jika logam yang didopan melebihi batas maksimalnya, maka ion dopan tersebut menjadi pusat rekombinan sehingga sangat merugikan dari segi fotokatalitik. Afrozi (2010), melaporkan bahwa penambahan logam Cu yang berlebih pada material $\text{TiO}_2\text{-N}$ dapat menurunkan konstanta laju reaksi fotodegradasi metilen biru (Tabel 2.1).

Tabel 2.1 Konstanta laju reaksi pada berbagai konsentrasi Cu

Konsentrasi Cu (%)	Konstanta laju reaksi (jam^{-1})
0	0,091
3	0,017
10	0,005

Sumber: Afrozi (2010)

2.5 Sintesis TiO_2 Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Sonikasi Bath.

Material oksida logam pada umumnya disintesis dengan metode reaksi kimia padatan yang membutuhkan waktu sintesis yang lama dan suhu tinggi atau melalui fasa cair seperti metode sol-gel dan kopresipitasi. Kasuma (2012), Metode sol-gel dan kopresipitasi memiliki keterbatasan karena alur sintesisnya yang kompleks, memerlukan waktu yang lama, dan suhu yang tinggi.

Menurut Li, (2009) dan Kas (2012), metode sonikasi (*Ultrasonic Irradiation*) merupakan salah satu metode alternatif yang dapat dikembangkan untuk fabrikasi nanopartikel yang memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi 20 kHz–10 MHz. Metode ini dapat dilakukan pada suhu rendah, waktu yang relatif cepat, peralatan yang otomatis, dan sederhana serta partikel yang dihasilkan seragam. Metode sonikasi ini merupakan metode rutin yang digunakan untuk pembuatan

nanopartikel, amorf logam, karbida, oksida, dan sulfida pada berbagai medium serta pembuatan semikonduktor monokomponen dan kompositnya.

Prinsip metode sonikasi adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan (Suslick, 1999). Ketika suatu larutan diiradiasi dengan gelombang ultrasonik, maka dalam larutan tersebut terjadi tumbukan antar partikel penyusun larutan yang bertekanan tinggi. Ketika antarpartikel penyusun kecil ini saling bertumbukan, maka suhu lokal bisa mencapai 5000 K dengan laju pendinginan 1011 K/s.

Suatu metode sintesis dapat mempengaruhi karakter struktur dan ukuran partikel. Ukuran partikel semikonduktor yang disintesis dengan metode sonikasi dilaporkan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan metode reaksi padatan dan padatan yang dilanjutkan dengan sonikasi. Istigfarini (2013), dalam penelitiannya tentang perbandingan sintesis SrTiO_3 menggunakan metode reaksi padatan ($\text{SrTiO}_3(\text{ssr})$), padatan yang dilanjutkan dengan sonikasi ($\text{SrTiO}_3(\text{ssr/son})$), dan sonikasi tunggal ($\text{SrTiO}_3(\text{son})$) yang dikarakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa struktur partikel tidak terpengaruh oleh metode sintesis tersebut, akan tetapi ukuran partikel yang dihasilkan dari tiga metode tersebut berbeda. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD ukuran rata-rata partikel kristal yang dihasilkan dapat dihitung dengan persamaan Debye-Scherrer (Istigfarini, 2013; Han, dkk., 2004 dan Abdullah, 2009):

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots \dots \dots \text{Pers. 2}$$

Keterangan: D = ukuran partikel (nm); K = konstanta (0,9); λ = panjang gelombang radiasi (nm); β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

Berdasarkan perhitungan yang dihasilkan disajikan dalam table berikut:

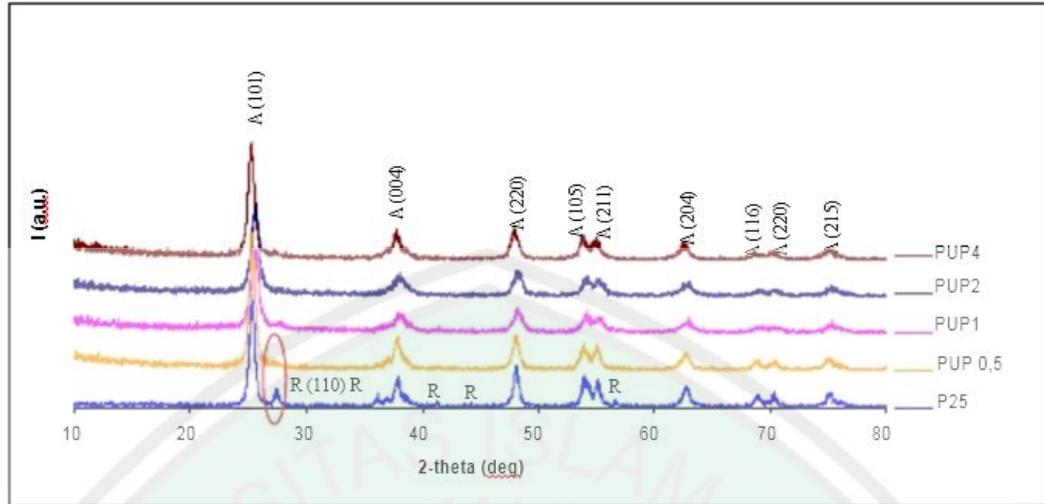
Table 2.2 Hasil perhitungan ukuran rata-rata partikel berdasarkan persamaan Debye-Scherrer

Nama Sampel	Ukuran Partikel (nm)
(SrTiO _{3(ssr)})	52,77
(SrTiO _{3(ssr/son)})	39,47
(SrTiO _{3(son)})	26,27

Sumber: Istigfarini, (2013)

Berdasarkan Tabel 2.2 Istigfarini (2013), melaporkan bahwa urutan besarnya ukuran partikel senyawa yang dihasilkan berturut-turut dimulai dari yang terkecil adalah: SrTiO_{3(son)} < SrTiO_{3(ssr/son)} < SrTiO_{3(ssr)}. Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa setelah perlakuan sonikasi, ukuran partikel senyawa menjadi lebih kecil. Ukuran partikel SrTiO₃ hasil sintesis metode reaksi fasa padat sebesar 52,77 nm mengecil sebesar 25,2 % setelah sonikasi menjadi 39,47 nm, sedangkan SrTiO₃ hasil sintesis metode sonikasi masing-masing sebesar 26,27 nm. Ukuran ini setengah dari ukuran SrTiO₃ yang disintesis dengan metode reaksi fasa padat.

Timuda, dkk., (2010) melaporkan bahwa kurva hasil karakterisasi menggunakan XRD empat bubuk TiO₂ yang disintesis dengan metode sonikasi yang diberi nama PUP0,5; PUP1, PUP2 dan PUP4 . Waktu sonikasi selama 0,5; 1, 2 dan 4 jam dan juga pada bubuk komersil Degusa P25 sebagai pembanding diperlihatkan pada Gambar 2.7. Berdasarkan kurva tersebut ukuran kristal (*Apparent Crystal Size, ACS*) dari sampel bisa dihitung secara kuantitatif menggunakan persamaan 1 dengan λ adalah panjang gelombang sumber sinar-X (dalam hal ini Cu α sebesar 1,542 Å), dan β adalah setengah lebar puncak difraksi (dalam satuan radian). Berdasarkan perhitungan didapatkan hasil nilai ukuran kristal yang ditampilkan pada tabel 2.3.



Gambar 2.7 Kurva XRD dari Bubuk TiO₂ hasil sintesis dan Degusa P25 (Timuda, dkk., 2010).

Table 2.3 Parameter kisi hasil sintesis

Sampel	Parameter kisi	
	Sintesis (Å)	Komersil (Å)
PUP 0,5*	3,780	9,280
PUP 1	3,773	8,596
PUP 2	3,761	8,886
PUP 4	3,792	9,434

*) untuk fase anatase saja. Parameter kisi fase rutil dari sampel ini tidak diamati (Timuda, dkk., 2010)

Berdasarkan data tersebut Timuda, dkk., (2010) menyimpulkan bahwa struktur kristal TiO₂ hasil sintesis lebih kecil ukurannya dibandingkan dengan komersil. Metode sonikasi memiliki batasan energi yang bisa diberikan agar bisa memberikan dampak yang maksimal bagi terjadinya reaksi kimia (Mason & Lorimer 2002). Ketika batasan energi ini dilewati maka efektifitas reaksi kimia menjadi berkurang. Hal tersebut yang menyebabkan ukuran partikel pada sampel PUP4 menjadi besar kembali.

2.6 Karakterisasi Struktur dengan Metode Difraksi Sinar-X (XRD).

Karakterisasi suatu kristal menggunakan metode difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal menggunakan sinar-X. Smallman & Bishop (1999), menjelaskan bahwa metode ini dapat digunakan untuk menentukan jenis struktur, ukuran butir dan konstanta kisi. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki energi diantara 200 eV sampai 1 MeV dengan panjang gelombang diantara 400-800 nm.

Karakterisasi XRD bertujuan menganalisa struktur kristal, rasio fasa anatas dan rutil serta ukuran partikel setiap fasa. Hal ini didasarkan pada paparan Afrozi (2010), tentang prinsip dari *X-ray Diffractometer* (XRD) yang merupakan difraksi gelombang sinar x yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan dari karakterisasi XRD merepresentasikan struktur kristal.

Sinar-X dapat terbentuk apabila suatu logam sasaran ditembak dengan berkas elektron berenergi tinggi. Dalam eksperimen digunakan sinar-X yang monokromatis. Kristal akan memberikan hamburan yang kuat jika arah bidang kristal terhadap berkas sinar-X (sudut θ) memenuhi persamaan Bragg, seperti ditunjukkan dalam persamaan berikut (Callister, 2003):

$$2d \sin \theta = n\lambda \dots \dots \dots \text{Pers. 2}$$

Dimana: d = jarak antar bidang dalam Kristal
 θ = sudut deviasi
 n = orde (0,1,2,3,..)
 λ = panjang gelombang

Ukuran kristal dapat diperoleh dari hasil pengolahan data XRD dengan menggunakan kartu intepretasi atau *software* X-Powder untuk mengetahui fasa

kristal titania. Penentuan ukuran kristal, *software* X-Powder ini menggunakan persamaan *Debye-Schererr* sebagai berikut:

$$S = \frac{k\lambda}{B \cos\theta} \dots\dots\dots \text{Pers. 3}$$

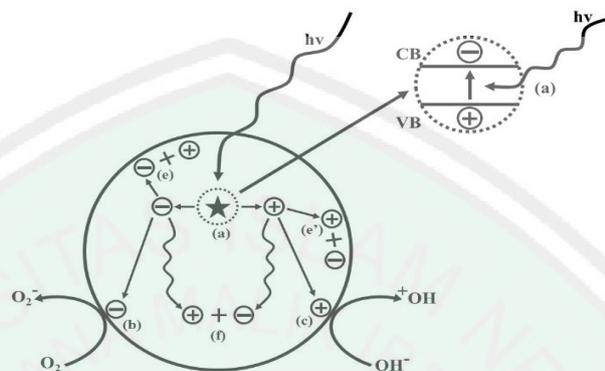
Keterangan: S = ukuran Kristal
 λ = panjang gelombang radiasi-X (CuK α = 0,15406)
 K = konstanta yang dianggap 0,9
 θ = sudut difraksi
 B = garis lebar setengah puncak terting

2.7 Proses Degradasi Polutan Organik dengan Fotokatalis TiO₂.

Fotokatalisis dengan titanium dioksida didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang didasarkan pada pembentukan pasangan elektron-lubang (e⁻/h⁺), ketika fotokatalis TiO₂ teradiasi-UV. Menurut Arutanti, dkk., (2009), dengan pencahayaan ultraviolet (254 nm) permukaan TiO₂ mempunyai kemampuan mengionisasi reaksi kimiawi. Definisi umum tersebut mempunyai implikasi bahwa beberapa langkah-langkah fotokatalis merupakan reaksi redoks yang melibatkan elektron-lubang.

Aktivitas fotokatalis TiO₂ dapat terjadi ketika material tersebut menyerap sinar pada panjang gelombang yang memungkinkan (sama atau lebih besar dari energi *gap*nya) untuk terjadinya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Dari proses eksitasi tersebut dihasilkan lubang pada pita valensi dan juga elektron pada pita konduksi. Adanya pasangan lubang dan elektron tersebut akan menghasilkan reaksi oksidasi reduksi senyawa polutan organik pada permukaan material TiO₂ (Eufinger, dkk., 2008). Menurut Lu (2011) dalam Kasuma (2012), mekanisme reaksi fotokatalitik melalui beberapa tahap yaitu:

absorpsi sinar oleh semikonduktor sehingga menyebabkan pembentukan dan pemisahan (elektron) dan (lubang), absorpsi reaktan, reaksi redoks, dan desorpsi polutan (Gambar 2.8).



Gambar 2.8 Skema Proses Fotokatalisis

Proses reaksi fotokatalisis pada Gambar 2.8 diawali dengan penyerapan foton yang mengakibatkan eksitasi elektron ke pita konduksi dan membentuk lubang pada pita valensi (reaksi a). Pada permukaan partikel, elektron *fotogenerasi* dapat mereduksi oksigen menjadi anion super-oksida (reaksi b) dan lubang *fotogenerasi* dapat mengoksidasi OH^- atau air untuk membentuk radikal hidroksil (reaksi c). Rekombinasi elektron-lubang dapat terjadi pada permukaan semikonduktor (reaksi e dan e') atau di bulk semikonduktor (reaksi f) (Palupi 2006).

Menurut Apri (2006), aktivitas fotokatalitik secara menyeluruh dari suatu semikonduktor dapat diketahui dari beberapa faktor yang terukur meliputi stabilitas semikonduktor, efisiensi proses fotokatalitik, selektivitas produk dan respon kisaran panjang gelombang. Misalnya, semikonduktor dengan energi celah pita kecil seperti CdS dapat mengalami eksitasi di daerah sinar tampak, tetapi bersifat tidak stabil dan terdegradasi oleh cahaya dalam waktu tertentu. Material semikonduktor TiO_2 bersifat lebih stabil, mempunyai energi celah pita yang lebar

yang hanya aktif dalam cahaya ultraviolet, di mana cahaya ultraviolet tersebut hanya 10% dari seluruh cahaya matahari. Keterbatasan sifat semikonduktor tersebut dapat diatasi dengan cara memodifikasi permukaan atau struktur semikonduktor tersebut agar dapat bekerja pada daerah sinar tampak.

Doping ion logam ke dalam material fotokatalis dapat meningkatkan aktivitasnya pada daerah sinar tampak. Menurut Wang (2012), doping (pengotor) material semikonduktor tersebut dapat berupa logam atau non logam (Liu, 2005), *co-doped* yaitu doping lebih dari satu pengotor (Li, 2012 dan Choi, dkk., 2009), mengkompositkan TiO₂ dengan semikonduktor yang lain yang memiliki celah pita lebih rendah seperti CdS (Hirai, 2001), atau dengan *sensitizing* TiO₂ dengan *dyes* seperti *thionine* (Chatterjee, 2001). Secara umum, doping material TiO₂ dengan logam dilaporkan dapat menggeser spektra serapan TiO₂ pada daerah sinar tampak (400-700 nm).

2.8 Pandangan Islam Terhadap Pencemaran Lingkungan Air dan Usaha Penanggulangannya

Menurut pandangan Islam permasalahan yang terjadi pada lingkungan hidup umumnya disebabkan perbuatan manusia. Firman Allah SWT dalam Q.S. Ar Ruum(30) ayat 41 telah menjelaskan mengenai hal tersebut.

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

Artinya :

“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).” (QS Ar Rum (30) : 41).

Dewasa ini permasalahan lingkungan perairan menjadi pusat perhatian publik. Pembuangan limbah terutama limbah zat warna ke lingkungan perairan oleh industri tekstil inilah yang menjadi penyebab tercemarnya lingkungan perairan. Hal tersebut dapat mengakibatkan ketidak seimbangan ekosistem dan mengancam keberlangsungan hidup manusia dan makhluk lainnya. Air merupakan salah satu unsur yang sangat penting bagi kehidupan makhluk hidup. Keberadaan air yang sangat penting ini harus dijaga kelestariannya. Firman Allah dalam Q.S Fushilat (41) ayat 39 telah menegaskan betapa pentingnya air bagi kelangsungan hidup manusia, hewan maupun tumbuhan.

وَمِنْ آيَاتِنَا أَنْكَ تَرَى الْأَرْضَ خُشِعَةً فَإِذَا أَنْزَلْنَا عَلَيْهَا الْمَاءَ اهْتَزَّتْ وَرَبَتْ إِنَّ الَّذِي أَحْيَاهَا لَمُحْيٍ الْمَوْتَى إِنَّهُ عَلَى كُلِّ شَيْءٍ قَدِيرٌ ٣٩

Artinya :

“Dan di antara tanda-tanda-Nya (Ialah) bahwa kau lihat bumi kering dan gersang, maka apabila Kami turunkan air di atasnya, niscaya ia bergerak dan subur. Sesungguhnya Tuhan Yang menghidupkannya, Pastilah dapat menghidupkan yang mati. Sesungguhnya Dia Maha Kuasa atas segala sesuatu.” (QS Fushilat (41) : 39).

Ayat yang lain menyebutkan bahwa air merupakan sumber kehidupan.

أَوَلَمْ يَرَ الَّذِينَ كَفَرُوا أَنَّ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ كَانَتَا رَتْقًا فَفَتَقْنَاهُمَا ۖ وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ ٣٠

Artinya :

“Dan Kami jadikan dari air segala sesuatu yang hidup, apakah mereka beriman?” (Q.s al Anbiya‘ (21) : 30).

Ayat diatas menuntut manusia sebagai *khalifah* di bumi untuk selalu menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkan air secara lestari agar kemaslahatan makhluk hidup baik manusia, hewan maupun tumbuhan dapat terjamin dan berjalan secara berkesinambungan. Terkait dengan pentingnya air sebagai unsur yang sangat penting bagi makhluk hidup, penanggulangan permasalahan lingkungan air ini

sangat penting untuk dilakukan. Berdasarkan hal tersebut, secara tidak langsung penelitian ini merupakan salah satu metode penanggulangan permasalahan lingkungan air. Selain itu penelitian ini juga perlu dikembangkan agar lebih efektif dan efisien. Oleh sebab itu kita sebagai manusia harus terus belajar untuk mendapatkan ilmu pengetahuan yang lebih demi penanggulangan berbagai permasalahan lingkungan. Rasulullah SAW bersabda dalam sebuah hadits :

عن أبي هريرة رضي الله عنه، قال النبي: إِنَّمَا الْعِلْمُ بِالتَّعَلُّمِ وَالْحِلْمُ بِالتَّحَلُّمِ وَمَنْ يَتَحَرَّ الْخَيْرَ يُعْطِهِ وَمَنْ يَتَوَقَّ الشَّرَّ يُوقَهُ. [رواه الخطيب]

Artinya :

"Dari Abu Hurairah r.a., Rasulullah bersabda : Sesungguhnya ilmu pengetahuan hanyalah melalui proses belajar, kesabaran dengan berlatih sabar. Barangsiapa meniti (mencari) kebajikan, maka dia akan diberi kebajikan itu. Dan barangsiapa menjauhi kejahatan, maka dia akan dijauhkan darinya." [H.R. Al Khathib: 9/127].

Hadits diatas menjelaskan bahwa jika manusia ingin mendapatkan ilmu pengetahuan maka manusia harus belajar. Selain itu hadits tersebut juga menganjurkan untuk mencari dan berbuat kebaikan serta menjauhi keburukan. Hadits yang lain menjelaskan bahwa bertindak kebaikan dan menentang kemungkaran adalah suatu hal yang wajib dilakukan oleh umat manusia terutama umat islam.

عَنْ أَبِي سَعِيدٍ الْخُدْرِيِّ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ قَالَ : سَمِعْتُ رَسُولَ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ يَقُولُ : مَنْ رَأَى مِنْكُمْ مُنْكَرًا فَلْيُغَيِّرْهُ بِيَدِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِلِسَانِهِ، فَإِنْ لَمْ يَسْتَطِعْ فَبِقَلْبِهِ وَذَلِكَ أَضْعَفُ الْإِيمَانِ [رواه مسلم]

Artinya :

“Dari Abu Sa’id Al Khudri radiallahuanhu berkata : Saya mendengar Rasulullah shollallohu ‘alaihi wa sallam bersabda : Siapa yang melihat kemunkaran maka rubahlah dengan tangannya, jika tidak mampu maka rubahlah dengan lisannya, jika tidak mampu maka (tolaklah) dengan hatinya dan hal tersebut adalah selemah-lemahnya iman.” [H.R. Muslim]



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Mei sampai dengan Juli 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik UIN Maliki Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, spatula, neraca analitik, krus alumina, tanur, XRD Philips X'pert Pro, *ultrasonic cleaning bath* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), dan Spektrofotometer UV Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan etanol, HNO₃ pekat, titanium (IV) isopropoksida (Sigma Aldrich), vanadium (III) asetil asetonat (Sigma Aldrich), akuades dan akuademin.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel TiO₂ anatas terdoping V³⁺.
2. Karakterisasi struktur dan ukuran partikel rata-rata TiO₂ anatas terdoping V³⁺ dengan XRD bubuk.

3. Uji aktivitas fotokatalisis material TiO_2 hasil sintesis pada proses degradasi zat warna metilen biru dibawah rdiasi sinar UV dan sinar matahari.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Material TiO_2 Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Sonikasi

Sintesis TiO_2 terdoping vanadium (III) dilakukan dengan menambahkan Titanium (IV) isopropoksida (TIP) ke dalam erlenmayer yang berisi etanol dengan volume setengah dari volume total etanol yang digunakan. Sisa etanol diletakkan dalam gelas beaker dan ditambahkan akuademin. Vanadium (III) asetil asetonat ($V(acac)$) ditambahkan kedalam erlenmayer yang berisi campuran TIP dan etanol kemudian digoyang-goyangkan hingga seluruh bubuk $V(acac)$ larut. Campuran sisa etanol dan akuademin didalam gelas beaker ditambahkan ke dalam erlenmayer yang berisi campuran TIP, $V(acac)$ dan etanol kemudian digoyang-goyangkan.

Campuran TIP, $V(acac)$, etanol dan akuademin dalam erlenmayer disonikasi dengan *ultrasonic cleaning bath* selama waktu aktif total 40 menit pada suhu 27 °C. Erlenmeyer diposisikan di tengah-tengah tangki pembersih dari *ultrasonic cleaning bath* dengan bantuan statif. Setelah 40 menit, hasil sonikasi didiamkan selama 2 hari. Kemudian hasil sonikasi dicuci dengan etanol dan disaring. Endapan yang diperoleh diuapkan pelarutnya di dalam oven pada temperatur 105 °C selama 2 jam. Setelah kering, padatan digerus dengan mortar agate dan dibuat

pelet. kemudian dikalsinasi di dalam tanur pada suhu 500 °C selama 2 jam. Perhitungan jumlah perkursor terlampir dalam Lampiran 1.

3.4.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Partikel dengan Difraksi Sinar-X

Serbuk

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kristalinitas sampel. Instrumen yang digunakan adalah XRD merk Philip, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan tensi generator 40 kV dan arus 30 mA menggunakan radiasi Cu K α dengan *step size* 0,02. Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2θ . Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO₂ setelah diberi perlakuan. Proses *refinement* juga akan dilakukan terhadap XRD menggunakan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata TiO₂ hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

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

Di mana D = ukuran partikel (nm); K = konstanta (0,9); λ = panjang gelombang radiasi (nm); β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian). Sehingga akan didapatkan ukuran rata-rata partikel TiO₂ setelah adanya perlakuan.

3.4.3 Uji Aktivitas Fotokatalisis Material TiO₂ Hasil Sintesis Pada Proses Degradasi Zat Warna Metilen Biru.

3.4.3.1 Pembuatan Larutan Standar

Tahap pertama diawali dengan membuat larutan induk metilen biru dengan konsentrasi 10 ppm. Setelah itu diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui absorbansi awal larutan induk metilen biru.

Tahap selanjutnya dibuat kurva standar metilen biru menggunakan variasi konsentrasi 1 – 10 ppm dengan rentang 1 ppm. Pembuatan larutan tersebut dilakukan dengan mengencerkan larutan induk. Selanjutnya masing-masing larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah didapatkan pada pengukuran panjang gelombang maksimum larutan induk. Hasil yang didapatkan kemudian dilakukan pengolahan data menggunakan microsoft excel sehingga diperoleh kurva standar metilen biru.

3.4.3.2 Uji Aktivitas Fotodegradasi Larutan Metilen Biru

Proses degradasi zat warna metilen biru dilakukan pada dua kondisi yaitu degradasi dibawah sinar UV dan degradasi dibawah sinar matahari. Tahap pertama disiapkan 10 buah gelas beker 100 mL dan dibagi menjadi 2 dan diberi label A – E untuk degradasi dengan sinar UV dan A' – E' untuk degradasi dibawah sinar matahari. Label (A dan A') untuk blanko larutan metilen biru tanpa katalis, (B dan B') larutan metilen biru dengan katalis TiO₂ tanpa doping, (C dan C') sampai (E dan E') secara berturut-turut untuk larutan metilen biru dengan katalis V-TiO₂ 1 ; 1,5 % dan 2 %.

Proses reaksi degradasi dilakukan selama 2 jam. Larutan metilen biru hasil degradasi, masing-masing disentrifuge untuk memisahkan padatan material fotokatalis dan supernatan. Supernatan yang didapatkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis.

3.4.4 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS TiO₂ anatase (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO₂ setelah diberi perlakuan. Data XRD juga akan dilakukan proses *refinement* struktur dengan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.
2. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

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

Keterangan : D = ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

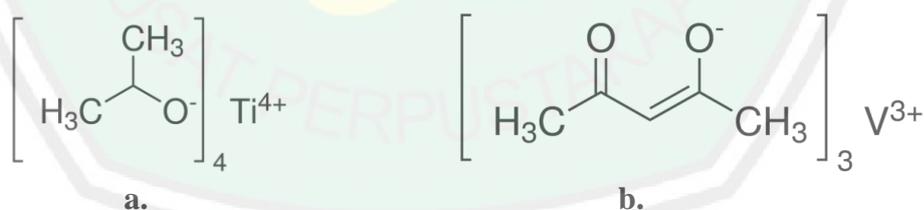
3. Absorbansi maksimal spektra UV-Vis dari hasil degradasi larutan metilen biru dimasukkan ke persamaan regresi ($y = ax + b$) dari kurva standar untuk mengetahui konsentrasi akhir larutan metilen biru setelah proses degradasi. Nilai x yang diperoleh merupakan harga konsentrasi dari metilen biru.

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material V-TiO₂ dengan Metode Sonikasi

Sintesis fotokatalis TiO₂ yang didoping dengan logam Vanadium (III) dilakukan menggunakan metode sonikasi. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Titanium (IV) isopropoksida (TIP) dan vanadium (III) asetil asetonat (V_(acac)) (Gambar 4.1). Metode sonikasi yang digunakan dalam penelitian ini ialah pemberian perlakuan ultrasonik (gelombang ultrasonik, $\nu = 40$ kHz) pada campuran prekursor menggunakan cleaning bath ultrasonic melalui medium cair (akuademin dan etanol). Sintesis material V-TiO₂ ini dilakukan dengan variasi konsentrasi dopan Vanadium (III) sebesar 0; 1; 1,5 dan 2 % dari jumlah produk yang dihasilkan. Jumlah reaktan-reaktan yang digunakan ditentukan berdasarkan perbandingan stoikiometri atom-atom Ti dan V (Lampiran 1).



Gambar 4.1 Rumus Struktur TIP (a) dan V_(acac) (b).

Tahap awal sintesis dilakukan dengan mencampurkan TIP dan V_(acac) kedalam erlenmayer yang berisi medium cair. Medium cair ini berfungsi sebagai perambat gelombang dalam wadah pada saat proses sonikasi berlangsung. Etanol digunakan sebagai medium cair karena sifatnya yang sedikit volatil dan tidak

melarutkan bahan. Sedangkan penambahan akuademin pada etanol dilakukan untuk memperbanyak jumlah medium cair sehingga tidak cepat habis karena penguapan. Selain itu akuademin tidak mengandung mineral (ion-ion logam) sehingga tingkat ketidakmurnian material hasil sintesis dapat diminimalisir. Medium cair yang volatil mempunyai tekanan uap yang tinggi sehingga gelembung akan mudah terbentuk. Menurut Wardiyati (2004), uap medium cair akan mengisi gelembung yang terbentuk sehingga energi yang diperlukan untuk terbentuknya kavitas lebih kecil.

Tahap selanjutnya, campuran yang diperoleh disonikasi dalam *cleaning bath* ultrasonic yang dilakukan secara tidak langsung (*indirect cleaning bath*) selama 40 menit. Media perambat gelombang ultrasonik yang digunakan adalah akuades. Hal ini dimaksudkan untuk meminimalisir terjadinya reaksi antara material dengan partikel-partikel pengotor yang terkandung di dalam media perambat akibat energi ultrasonik yang cukup besar. Campuran hasil sonikasi didiamkan selama 2 hari untuk memaksimalkan proses kristalisasi material.

Padatan yang diperoleh kemudian dikeringkan dan dibentuk menjadi pelet. Pembentukan pelet ini bertujuan untuk meningkatkan luas kontak partikel-partikel reaktan sehingga reaksi akan dapat berlangsung lebih cepat serta meminimalisir kontak reaktan dengan wadah krusibel (Ismunandar, 2006). Wadah yang digunakan untuk proses kalsinasi berupa krusibel alumina karena sifatnya yang inert dan tahan terhadap suhu yang sangat tinggi hingga 1950 °C. Hal ini dimaksudkan agar pada saat proses kalsinasi berlangsung partikel dari wadah tidak mempengaruhi reaksi yang terjadi di dalamnya. Selain itu material juga diberi alas berupa pelet tipis yang dibuat dari bahan yang sama.

Selanjutnya material dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam menggunakan tanur tanpa pengkondisian udara atmosfer. Proses ini dilakukan untuk meningkatkan laju difusi ion yang merupakan salah satu faktor penentu laju reaksi dalam sintesis. Pemanasan pada suhu tinggi juga dapat menghilangkan sisa zat organik yang tersisa pada material fotokatalis. Selain itu waktu kalsinasi selama 2 jam dimaksudkan agar ion-ion reaktan berdifusi secara merata serta tidak mengalami pengurangan berat yang signifikan pada material.

Suhu kalsinasi merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi transformasi struktur kristal TiO₂ anatase menjadi rutil. Menurut Habel, dkk. (2006), apabila material TiO₂ bereaksi dengan logam vanadium, maka perubahan struktur TiO₂ dari anatase menjadi rutil dapat terjadi pada suhu lebih rendah dibandingkan dengan suhu transformasi biasa yaitu 900-1000 °C. Oleh sebab itu, reaksi antara titanium dan vanadium untuk suhu di atas 500 °C perlu dihindari. Menurut Purnama (2013), transformasi struktur TiO₂ dari anatase ke rutil disebabkan oleh ion dopan yang tersubstitusi ke dalam kisi-kisi struktur kristal, sehingga terjadi proses penataan ulang yang menyebabkan perubahan jarak Ti-O-Ti dan O-Ti-O menjadi lebih panjang dari struktur TiO₂ anatase murni.

Berdasarkan pengamatan fisik dari material hasil sintesis didapatkan perubahan warna pada material V-TiO₂ sebelum dan sesudah kalsinasi. Hal ini disebabkan karena hilangnya komponen-komponen organik dari TIP dan V(acac) menghasilkan TiO₂ terdoping Vanadium (III). Tabel 4.1 menunjukkan hasil pengamatan perubahan fisik material V-TiO₂ yang telah disintesis menggunakan metode sonikasi. Dokumentasi diperlihatkan pada Lampiran 8.

Tabel 4.1 Perubahan Fisik TiO₂ Sebelum dan Sesudah Kalsinasi

Material	Pengamatan	
	Sebelum kalsinasi	Sesudah kalsinasi
	Warna	Warna
TiO ₂	Putih	Putih
1 % V-TiO ₂	Coklat	Abu-abu cerah
1,5 % V-TiO ₂	Coklat	Abu-abu
2 % V-TiO ₂	Coklat	Abu-abu gelap

Perubahan warna yang terjadi pada material menunjukkan adanya reaksi yang terjadi antara TiO₂ dengan dopan Vanadium pada saat proses kalsinasi. Berdasarkan hasil pengamatan variasi konsentrasi doping vanadium memberikan perbedaan yang cukup signifikan pada warna material. Hal ini dimungkinkan karena selisih variasi konsentrasi dopan yang cukup besar yaitu 0,5 %.

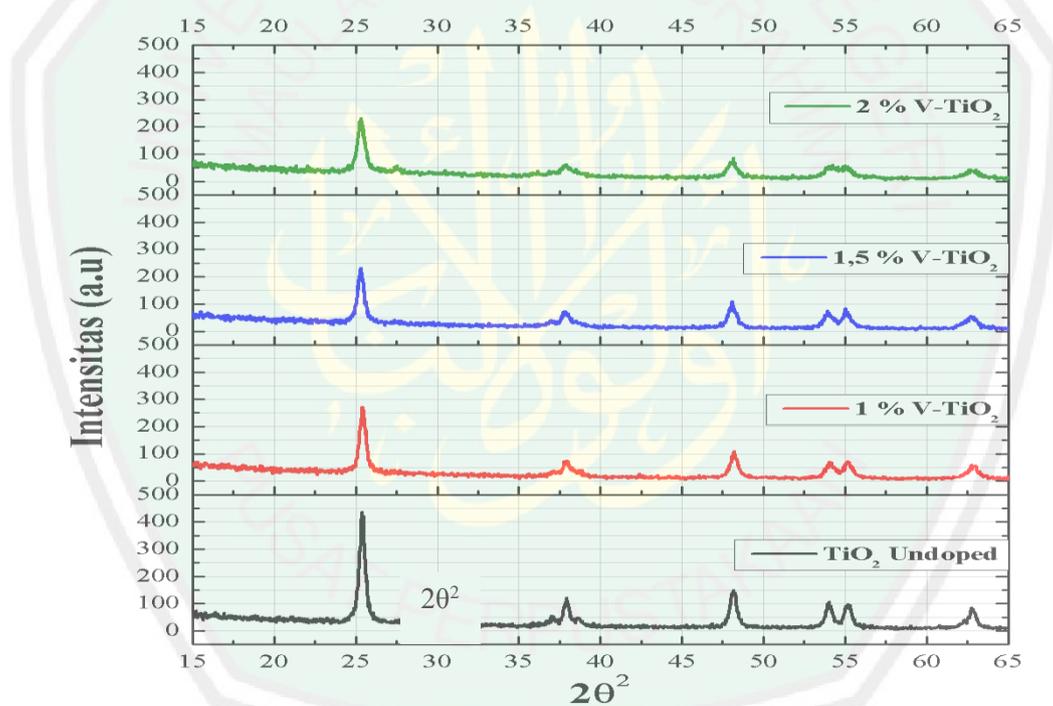
Pengotor yang sengaja dimasukkan dalam kisi kristal (suatu dopan) dapat mensubstitusi sebagian atom pusat pada kisi struktur atau terinterstisi kedalam selitan diantara atom-atom dalam kristal. Mekanisme substitusi dan intertisi dapat diprediksi berdasarkan perbedaan ukuran jari-jari atom pusat dan dopan (Effendy, 2010). Apabila perbedaan jari-jari sebesar kurang dari 15 % maka doping mengalami mekanisme substitusi. Jika perbedaan jari-jari lebih besar dari 15 % maka dopan akan masuk pada posisi interstisi.

Ion logam V (III) memiliki jari-jari sebesar 0,74 Å dan memiliki perbedaan jari-jari sebesar 7,25 % dengan ion Ti⁴⁺, sehingga diprediksi ion V³⁺ akan menggantikan posisi Ti⁴⁺ dalam kisi kristal.

4.2 Karakterisasi Struktur Material V-TiO₂ dengan Metode Difraksi

Sinar-X

Struktur, kristalinitas dan ukuran partikel material hasil sintesis sangat berpengaruh pada kinerja fotokatalis. Untuk mengidentifikasi struktur, kristalinitas dan ukuran partikel V-TiO₂ dilakukan karakterisasi menggunakan XRD pada *X-ray tube*: Cu (1.54060 Å), *voltage*: 40.0 kV, *current*: 30.0 mA. Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi dari material V-TiO₂ yang disintesis dengan metode sonikasi.



Gambar 4.2 Pola difraksi V-TiO₂ dengan variasi konsentrasi dopan vanadium

Berdasarkan data JCPDS no. 21-1272, pada posisi $2\theta = 25,281^\circ$ memiliki nilai intensitas tertinggi yang merupakan ciri khas dari pola difraksi TiO₂ anatase. Pola difraksi yang sama juga ditunjukkan ketiga material hasil sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa masing-masing material hasil sintesis masih dalam fasa TiO₂ anatase. Berdasarkan difraktogram tersebut juga dapat dilihat bahwa tingkat

kristalinitas dari material mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya konsentrasi dopan. Hal tersebut menunjukkan adanya pengaruh dopan vanadium terhadap tingkat kristalinitas material TiO₂ anatas.

Puncak-puncak karakteristik V-TiO₂ anatas yang muncul pada ketiga material serta indeks bidangnya (hkl) (dibandingkan dengan pola difraksi TiO₂ reaktan) disajikan dalam Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Posisi puncak dan intensitas bidang-bidang karakteristik TiO₂ dan V-TiO₂

Hkl	Posisi (2θ°)				Intensitas relatif (%)			
	TiO ₂	1 % V	1,5 % V	2 % V	TiO ₂	1 % V	1,5 % V	2 % V
(011)	25,420	25,442	25,306	25,322	100,00	100,00	100,00	100,00
(013)	-	-	-	27,500	-	-	-	8,41
(004)	37,948	37,922	37,835	37,887	23,18	21,02	24,96	16,61
(020)	48,172	48,201	48,067	48,099	32,30	38,83	42,13	28,81
(015)	54,012	54,095	53,951	54,107	21,45	24,13	26,76	19,09
(121)	55,178	55,174	55,072	55,036	21,07	24,21	28,71	20,11
(024)	62,819	62,918	62,772	62,800	16,83	18,47	20,76	13,40

Berdasarkan data dari tabel tersebut puncak pengotor tidak terbaca pada masing-masing difraktogram material hasil sintesis. Hal ini menunjukkan bahwa material hasil sintesis memiliki tingkat kemurnian yang cukup tinggi. Selain itu, puncak-puncak karakteristik vanadium (III) oksida juga tidak muncul, hal ini dapat diindikasikan bahwa logam vanadium telah masuk ke dalam kisi TiO₂ (Wu dan Chen, 2004) dengan menggantikan posisi Ti⁴⁺ karena perbedaan ukuran V³⁺ dan Ti⁴⁺ masih memenuhi syarat untuk terjadinya substitusi kation.

Secara umum, keseluruhan pola XRD mengalami pergeseran 2θ kearah yang lebih kecil akibat adanya dopan vanadium. Terdapat perbedaan puncak

karakteristik pada material 2 % V-TiO₂, yaitu muncul puncak baru pada posisi $2\theta = 27,500$. Puncak tersebut diduga adalah puncak karakteristik fasa TiO₂ rutil yang terbentuk akibat penambahan dopan vanadium yang terlalu banyak (Rodella dan Mastelaro, 2003). Fasa rutil memiliki karakteristik puncak pada nilai $2\theta = 27,41$. Berdasarkan hal tersebut puncak pada $2\theta = 27,500$ diduga merupakan puncak untuk fasa rutil yang terbentuk akibat penambahan dopan vanadium dalam konsentrasi yang lebih tinggi (2 %). Rodella dan Mastelaro (2003), melaporkan bahwa penambahan dopan V₂O₅ sebanyak 6 % menghasilkan transformasi fasa rutil pada suhu sintesis 450 °C. Hal ini mengindikasikan bahwa pada konsentrasi tertentu, dopan dapat menginduksi pertumbuhan fasa baru TiO₂ yaitu fasa rutil. Doping vanadium (III) yang dilakukan pada penelitian ini, fasa rutil muncul pada konsentrasi dopan 2 % dengan intensitas relatif sebesar 8,41 %.

Selanjutnya dilakukan refinement (penghalusan struktur) dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica. Hal ini dilakukan untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur fotokatalis akibat doping V³⁺ pada TiO₂ anatas yang disintesis menggunakan metode sonikasi. Model awal atau input yang digunakan adalah TiO₂ anatas yang memiliki grup ruang I4₁/amd dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel $a = b = 3,785$ (Å), $c = 9,513$ (Å), dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (JCPDS 21-1272).

Data parameter struktur material hasil refinement akhir Rietica disajikan pada Tabel 4.2. Secara keseluruhan, hasil penghalusan struktur dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica menghasilkan derajat kesesuaian antara data observasi dan kalkulasi yang tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kesesuaian goodness-of-fit (GoF), χ^2 0,45-0,59 %. Secara umum, pencocokan (fitting)

dengan metode Le Bail bisa dinyatakan selesai mengikuti dua kriteria utama yaitu plot selisih antara pola terhitung dan pola terukur memiliki fluktuasi yang relatif kecil yang hanya dapat diamati secara visual yaitu titik-titik difraksi (titik-titik hitam) terjangkau oleh garis kalkulasi (titik-titik merah), tidak dapat dikuantifikasi serta nilai GoF (χ^2) mendekati 1 dan kurang dari 4 % (Kisi, 1994).

Tabel 4.3 Parameter sel satuan TiO_2 dengan dopan Vanadium (V) pada konsentrasi dopan 1; 1,5 dan 2 % ditentukan menggunakan metode Le Bail

Parameter	TiO_2	1 % V- TiO_2	1,5 % V- TiO_2	2 % V- TiO_2
Grup ruang	I4 ₁ /amd	I4 ₁ /amd	I4 ₁ /amd	I4 ₁ /amd
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Satuan asimetrik (Z)	4	4	4	4
a (Å)	3,8025	3,7838	3,7768	3,7791
b (Å)	3,8025	3,7838	3,7768	3,7791
c (Å)	9,5593	9,5095	9,4886	9,4811
A	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
B	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	138,217880	136,146423	135,350082	135,407227
Rp (%)	13,67	15,30	14,70	15,68
Rwp (%)	12,15	13,86	14,11	15,31
GoF (χ^2)	0,54	0,47	0,45	0,59

Berdasarkan hasil refinement diketahui bahwa TiO_2 yang didoping dengan vanadium (III) pada konsentrasi dopan 1; 1,5 dan 2 % tidak merubah grup ruang dari TiO_2 yaitu I4₁/amd dan kisi kristal tetragonal dengan satuan asimetrik (Z) 4. Parameter sel satuan TiO_2 terdoping Vanadium (III) mengalami pergeseran dibanding TiO_2 tanpa doping. Menurut hukum Vegard's, larutan padat yang

terbentuk dari penambahan dopan dapat mengalami pemendekan atau pemanjangan parameter sel satuan.

Berdasarkan tabel 4.3 dapat diketahui bahwa parameter a dan b mengalami penurunan. Penurunan yang cukup jelas teramati pada parameter kisi c yang merupakan parameter khas dari kisi tetragonal. Parameter kisi c TiO_2 tanpa doping senilai $9,5593 \text{ \AA}$ mengalami penurunan menjadi $9,4812 \text{ \AA}$ dengan adanya dopan 2 % vanadium. Hal ini menunjukkan bahwa dopan vanadium (III) sebesar 1; 1,5; dan 2 % dapat menyebabkan pemendekan parameter-parameter kisi kristal sehingga secara linier juga mengakibatkan penurunan nilai volume sel satuan.

Ukuran kristal dari TiO_2 dan ketiga material hasil sintesis berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer disajikan dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.4 Ukuran kristal material V- TiO_2

Material	Ukuran kristal (nm)
TiO_2	34,26
1 % V- TiO_2	29,41
1,5 % V- TiO_2	26,49
2 % V- TiO_2	29,88

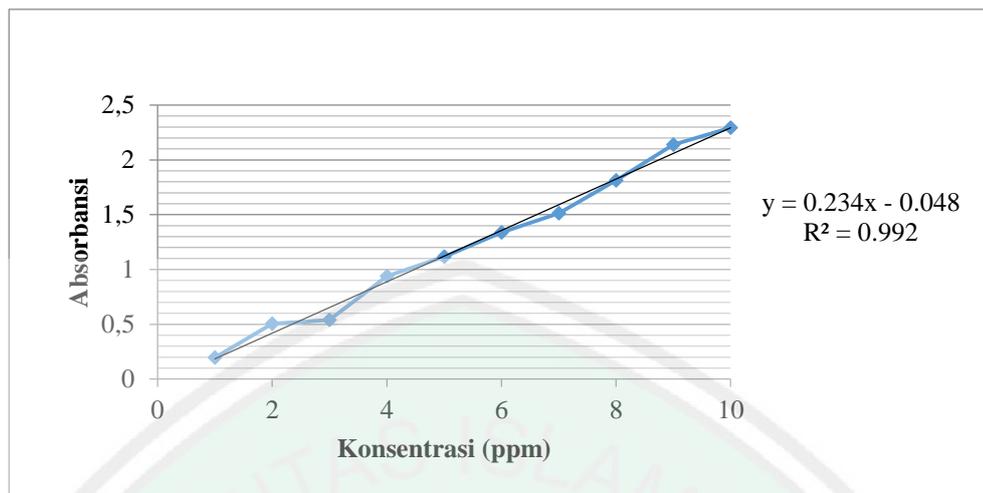
Berdasarkan Tabel 4.4 diketahui bahwa ukuran kristal V- TiO_2 hasil sintesis berada pada kisaran 26-34 nm yang menandakan bahwa kristal tersebut tergolong dalam nanokristal. Metode sintesis menggunakan sonikasi ini menghasilkan ukuran partikel yang jauh lebih kecil jika dibandingkan dengan metode reaksi padatan. Mustofa (2014), melaporkan bahwa doping V_2O_5 sebesar 0,3; 0,5 dan 0,7 % pada TiO_2 anatase menghasilkan ukuran partikel antara 47,6-79,6 nm. Menurut Naimah, dkk. (2011), material fotokatalis yang berukuran nano

(1-100 nm) akan memberikan aktivitas katalitik yang tinggi. Semakin kecil ukuran fotokatalis maka luas permukaan fotokatalis akan semakin besar, sehingga laju reaksi fotokatalitik menjadi semakin besar. Berdasarkan hal tersebut, material fotokatalis hasil sintesis dengan metode sonikasi dalam penelitian ini berpotensi memiliki aktivitas katalitik yang tinggi dan menjadi suatu fotokatalis yang efektif.

4.3 Uji Aktifitas Fotokatalis pada Reaksi Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru.

Uji aktivitas fotokatalis dilakukan dengan menggunakan metode UV-Vis dengan sampel uji larutan metilen biru 10 ppm. Sampel tersebut diukur panjang gelombang maksimumnya menggunakan spektroskopi UV-Vis pada rentang panjang gelombang 400-800 nm. Berdasarkan pengukuran yang dilakukan diperoleh data panjang gelombang maksimum larutan sampel yaitu 665 nm dengan absorbansi sebesar 1,582. Panjang gelombang ini digunakan sebagai standar dalam pengukuran absorbansi maksimum sampel uji degradasi.

Selanjutnya dibuat kurva standar dengan mengukur absorbansi larutan metilen biru menggunakan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm. Variasi konsentrasi larutan metilen biru yang digunakan sebagai kurva standar adalah 1-10 ppm dengan rentang 1 ppm. Berdasarkan pengukuran diperoleh kurva standar sebagai berikut.



Gambar 4.3 Kurva standar larutan metilen biru

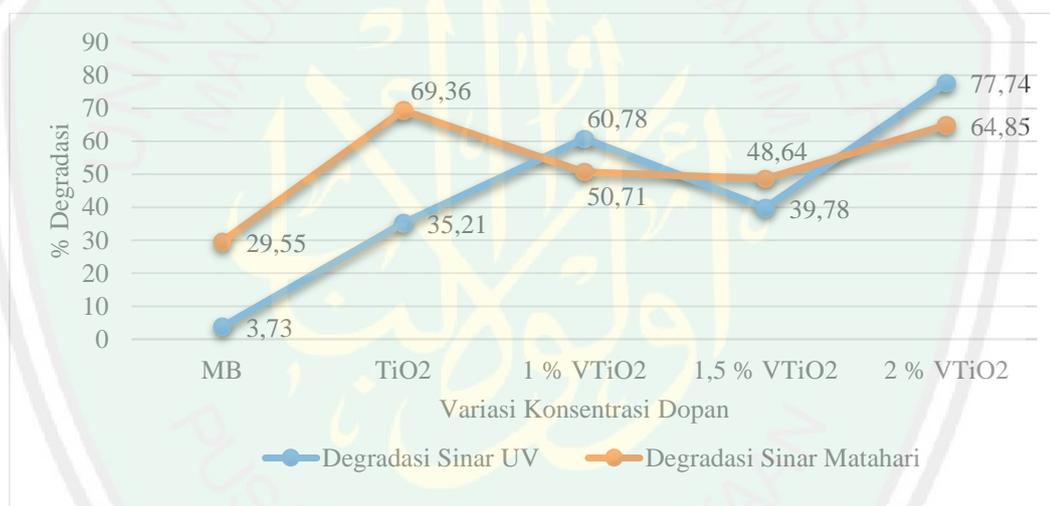
Berdasarkan kurva tersebut didapatkan persamaan regresi $y = 0.234x - 0.048$. Persamaan tersebut digunakan untuk menghitung konsentrasi larutan metilen biru setelah didegradasi. Nilai (y) merupakan absorbansi dari larutan sedangkan nilai (x) adalah konsentrasi yang didapat.

Tahap selanjutnya yaitu proses fotodegradasi larutan metilen biru menggunakan material fotokatalis hasil sintesis. Proses fotodegradasi dilakukan dengan variasi sumber sinar radiasi yaitu radiasi dari lampu UV dan sinar matahari. Waktu penyinaran masing-masing dilakukan selama 1 jam. Perbandingan larutan metilen biru dan material fotokatalis yaitu 50:10 (mL:mg). Setelah proses fotodegradasi larutan metilen biru diukur absorbansinya menggunakan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang 665 nm. Absorbansi tersebut kemudian dimasukkan dalam persamaan regresi yang diperoleh dari kurva standar ($y = 0,234x - 0,048$) untuk mengetahui konsentrasi larutan setelah proses fotodegradasi. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh data konsentrasi larutan metilen biru hasil degradasi sebagai berikut.

Tabel 4.5 Konsentrasi akhir hasil degradasi larutan metilen biru

Komposisi	Kondisi			
	Radiasi sinar UV		Radiasi sinar matahari	
	Konsentrasi	% Penurunan	Konsentrasi	% Penurunan
Metilen biru (MB)	6,7059	3,73	4,9072	29,55
MB + TiO ₂	4,5128	35,21	2,1342	69,36
MB + 1 % V-TiO ₂	2,7321	60,78	3,4333	50,71
MB + 1,5 % V-TiO ₂	4,1948	39,78	3,5774	48,64
MB + 2 % V-TiO ₂	1,5508	77,74	2,4487	64,85

Berdasarkan data tersebut didapatkan grafik % degradasi sebagai berikut:



Gambar 4.4 Grafik % degradasi metilen biru pada radiasi sinar UV dan radiasi sinar matahari

Berdasarkan diagram tersebut dapat dilihat bahwa larutan metilen biru mengalami penurunan konsentrasi yang cukup signifikan akibat adanya material fotokatalis. Akan tetapi penurunan konsentrasi larutan metilen biru tidak stabil seiring dengan bertambahnya dopan. Ketidakstabilan tersebut terlihat jelas pada degradasi di bawah radiasi sinar matahari. Hal ini disebabkan karena reaksi pada fotokatalis yang terdoping vanadium terjadi cepat di awal dan mengalami rekombinasi pada waktu tertentu. Sedangkan TiO₂ yang tidak terdoping reaksinya

lambat dan selama degradasi berlangsung tidak mengalami rekombinasi. Menurut Afrozi (2010), penambahan doping yang berlebih akan memperkecil celah pita pada semikonduktor TiO_2 sehingga kemungkinan terjadinya rekombinasi elektron dan hole semakin besar.

Pengaruh lain dari peningkatan persen degradasi pada radiasi sinar matahari adalah intensitas cahaya. Intensitas sinar matahari jauh lebih besar daripada intensitas sinar UV pada reaktor (Chatti, dkk., 2010). Selain itu, sinar matahari mengandung lebih dari satu panjang gelombang, yaitu sekitar 40% sinar tampak dan 3% sinar UV (Charanpahari, dkk., 2012), sehingga energi foton dari sinar matahari lebih besar daripada sinar UV. Sedangkan penurunan persen degradasi juga disebabkan oleh meningkatnya turbiditas larutan akibat terhamburnya fotokatalis V- TiO_2 di dalam larutan metilen biru, sehingga mengurangi kuantitas sinar yang dapat diserap oleh permukaan fotokatalis (Kadam, dkk., 2014). Berkurangnya kuantitas sinar yang mengenai sisi aktif fotokatalis ini menyebabkan sedikitnya $\cdot\text{OH}$ yang terbentuk, sehingga kemampuan fotokatalis V- TiO_2 dalam mendegradasi senyawa metilen biru menjadi berkurang.

4.4 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian ini diketahui bahwa material TiO_2 yang didoping dengan logam vanadium (III) memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan material TiO_2 tanpa doping. Hasil ini menunjukkan bahwa material V- TiO_2 memiliki potensi sebagai fotokatalis yang efektif dan efisien untuk reaksi fotodegradasi limbah zat warna dengan konsentrasi dopan tertentu. Ukuran

partikel V-TiO₂ yang lebih kecil memungkinkan reaksi fotodegradasi limbah zat warna akan berlangsung lebih cepat.

Penelitian tentang material V-TiO₂ merupakan suatu bentuk usaha menjaga dan melindungi lingkungan. Dari penelitian ini diketahui bahwa material V-TiO₂ memiliki potensi sebagai fotokatalis yang efektif dan efisien untuk reaksi fotodegradasi limbah zat warna yang berbahaya bagi lingkungan perairan. Seperti yang telah disinggung sebelumnya, fotodegradasi merupakan metode pengolahan limbah yang sedang dikembangkan saat ini karena relatif lebih efisien dibandingkan metode lainnya

Manusia khususnya umat Islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah Swt yang berada di langit, di bumi, diantara langit dan bumi, sebagaimana telah disinggung dalam al-qur'an surat Ali Imran (3): 190–191. Allah Swt telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak ada yang sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah Swt dalam surat Shaad (38): 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَلِكُمْ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ
لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ۚ ٢٧

“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.” (Q.S. Shaad /38: 27)

Titanium dioksida merupakan salah satu ciptaan Allah Swt yang sangat bermanfaat. Modifikasi fotokatalis TiO₂ agar dapat diaktifkan oleh cahaya tampak merupakan salah satu bentuk berpikir manusia terhadap ciptaan Allah Swt. Material fotokatalis ini sangat berguna bagi kesejahteraan lingkungan makhluk hidup. Perlindungan lingkungan adalah salah satu bentuk konservasi bagi kesejahteraan lingkungan yang merupakan tujuan tertinggi syari'ah (Abdullah,

2010). Al Quran sebagai sumber ajaran Islam banyak mengungkapkan isu-isu lingkungan. Muhammad Shomali (2009) dalam Abdullah (2010) menyatakan bahwa terdapat lebih dari 750 ayat di dalam al Quran yang terkait dengan alam, seperti penggunaan fenomena alam, tumbuhan dan hewan sebagai nama surah (al Fajr, al Anfal, dan at Tin) dan penyebutan komponen-komponen lingkungan (al Ma' : air, as Sama' : langit, al Ardh : bumi). Hal tersebut menunjukkan bahwa al Quran peduli pada masalah perlindungan lingkungan sebagai tempat pengagungan kepada Allah dan cara menghormati Sang Pencipta.

Limbah zat warna yang berbahaya bagi lingkungan perairan harus dikelola terlebih dahulu untuk menjadikannya relatif lebih aman. Material V-TiO₂ dapat digunakan sebagai fotokatalis yang efisien dan efektif dalam proses pengolahan limbah tersebut. Pengolahan limbah untuk menjadikannya lebih aman bagi lingkungan merupakan suatu bentuk tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* atau wakil Allah yang ditugaskan untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat Fathir (35): 39 menegaskan posisi manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* terkait masalah lingkungan.

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ وَلَا يَزِيدُ
الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا رَبَّهُمْ إِلَّا مَقْتًا وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرُهُمْ إِلَّا خَسَارًا
٣٩

Artinya :

“Dia-lah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka” (Q.S Fathir /35: 39)

Penelitian tentang material V-TiO₂ juga merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai *khalifatullah fil al 'ardh*. Seperti halnya pemanfaatan sinar matahari untuk proses penanggulangan kerusakan lingkungan yang merupakan salah satu hasil berfikir manusia sebagai *khalifatullah fil al 'ardh*. Matahari sebagai pusat tata surya yang merupakan sumber energi untuk kehidupan yang berkelanjutan. Allah berfirman Swt dalam surat Nuh (71): 16 yang berbunyi:

وَجَعَلَ الْقَمَرَ فِيهِنَّ نُورًا وَجَعَلَ الشَّمْسَ سِرَاجًا ۝ ١٦

Artinya:

“Dan Allah menciptakan padanya bulan sebagai cahaya dan menjadikan matahari sebagai pelita” (Q.S Nuh/71: 16)

Maksud dari ayat tersebut adalah Allah menciptakan matahari bersinar dan bulan bercahaya yang bermanfaat bagi kehidupan semua makhluk berdasarkan kenyataan, keperluan dan mempunyai hikmah yang tinggi. Dan Allah menerangkan tanda-tanda kekuasaan-Nya itu kepada orang-orang yang menggunakan akal pikirannya dengan benar dan kepada orang-orang mengakui kenyataan dan beriman berdasarkan bukti-bukti yang diperolehnya itu.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan data XRD, penambahan dopan vanadium (III) dengan konsentrasi 1; 1,5 dan 2 % pada TiO₂ memberikan pengaruh pada struktur TiO₂ yang diketahui dari pergeseran sudut difraksi ke nilai yang lebih kecil, perubahan intensitas difraksi dan parameter sel serta pengurangan ukuran partikel. Ukuran partikel TiO₂ juga menjadi lebih kecil sehingga luas permukaan semakin besar. Ukuran material untuk untuk V-TiO₂ 0; 1; 1,5 dan 2 % secara berurutan adalah 34,26; 29,41; 26,49 dan 29,88 nm. Persentase hasil fotodegradasi material hasil sintesis terhadap zat warna metilen biru pada radiasi sinar UV untuk V-TiO₂ 0; 1; 1,5 dan 2 % secara berturut-turut yaitu 35,21; 60,78; 39,78; dan 76,71 %. Sedangkan pada radiasi sinar matahari yaitu 69,36; 50,71; 48,64; dan 63,22 %.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan uji variasi waktu reaksi untuk mengetahui batas maksimal reaksi degradasi
2. Perlu dilakukan analisis DRS-UV/Vis untuk mengetahui band gap material fotokatalis TiO₂ terdoping Vanadium (III) hasil sintesis menggunakan metode sonikasi.
3. Perlu dilakukan uji variasi konsentrasi larutan metilen biru, variasi waktu kalsinasi, variasi waktu sonikasi, variasi waktu reaksi degradasi, dan variasi suhu kalsinasi untuk mengetahui efektifitas material fotokatalis.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2009. Pengantar Nanosains. Bandung: ITB
- Abdullah, M. 2010. *Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah*. Jakarta : Dian Rakyat.
- Afrozi, Agus Salim. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air*. Depok: Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UI.
- Apri, Irma Puspaningtyas. 2006. *Modifikasi Permukaan Semikonduktor Lapis Tipis Grafit/Komposit TiO₂-SiO₂ dengan Penempelan Logam Timbal (Pb) Secara Elektrodeposisi*. Skripsi. Tidak diterbitkan. Surakarta: FMIPA, UN
- Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal., dan Mahfudz, H. 2009. *Penjernihan Air Dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalisis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂)*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. Edisi Khusus ISSN I979-088V, 53-55.
- Callister, J.W.D., 2003. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Chattejee, D., dan Mahata, A. 2001. *Demineralization of Organic Pollutants on the Dye Modified TiO₂ Semiconductor Particulate System Using Visible Light*. Appl Catal B Environ, Vol. 25 hlm. 149-125.
- Choi, J., Park, H., dan Hoffinan, M.R. 2009. *Combinatorial Doping of TiO₂ with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation*. Journal of Materials Research, Vol. 25 hlm. 149-158
- Diebold, U. 2003. *The Surface Science of Titanium Dioxide*. Surface Science Report 48: 53-229.
- Effendy, 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Eufinger, K., Poelman, D., Poelman, H., De Gryse, R., dan Marin, G.B. 2008. *TiO₂ Thin Films for Photocatalytic Applications*. Transworld Research Network 37/661 (2), hlm. 189-227 ISBN: 978-81-7895-314-4
- Gratzel, M., 2003. *Review: Dye-Sensitized Solar Cells*. Journal Of Photochemistry and Photobiology. Photochemistry Reviews, 4: 145-153.

- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia.
- Halliday, D., dan Resnick, R. 1990. *Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Han, H., Zan, L., Zhong, J., Zhang, L., dan Zhao, X. 2004. *The Preparation of High-surface-area Nanocrystalline TiO₂ Films Using Easy-reggregation Particles in Solution*. *Material Science and Engineering B*; 110: 227-232.
- Hirai, T., Suzuki, K., dan Komasaawa, I. 2001. *Preparation and Photocatalytic Properties of Composite CdS Nanoparticles-Titanium Dioxide Panicles*. *Journal Colloid Interface Science*. Vol. 244, hlm. 262-265.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Istigfarini, Vina Nurul. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Gabungan SrTiO₃ dan Sr₂TiO₄ sebagai Material Fotokatalis*. Tesis. Tidak diterbitkan. Bandung: Program Studi Kimia, FMIPA, ITB
- Kas, R., dan O.Birer. 2012. *Sonochemical Shape Control of Copper Hydroxysulfates*. *Journal of Ultrasound and Sonochemistry*. 19: 692-700.
- Kasuma, Nola Yulia. 2012. *Penggunaan Komposit ZnO-CuO yang Disintesis Secara Sonochemistry yang Digunakan Sebagai Katalis untuk Fotodegradasi Metil Orange dan Zat Antibakteri*. Tesis. Tidak diterbitkan. Padang: Program Studi Kimia, Pascasarjana, Universitas Andalas.
- Kisi, E. H., 1994. *Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns*. *Material Forum*. Vol. 18. Hal. 135 – 153.
- Kolmakov, A. dan Moskovits, M. 2004. *Chemical Sensing and Catalysis by One-dimensional metal-oxide Nanostructures*. *Annu Rev Mater Res*; 34: 151-80.
- Kong, F.T., Dai, S.Y., dan Wang, K.J. 2007. *Review of Recent Progress in Dye-Sensitized Solar Cells*. Hindawi Publishing Corporation *Advances in Opto Electronics*; (Article ID 75384): 13 halaman.
- Lestari, Mastuti Widi. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis Cu/TiO₂ yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Depok: Jurusan Kimia, FMIPA, UNES.

- Li, H., Y. Ni., dan J. Hong. 2009. *Ultrasound-Assisted Preparation, Characterization and Properties of Flower-like ZnO Microstructures*. *Journal of Scripta Materiala*. 60: 524-527.
- Li, Y.F., Xu, D., Oh, J.I., Shen, W., Li, Xi, dan Yu, Y. 2012. *Mechanistic Study of Co-doped Titania with Nonmetal and Metal Ions : A case of C⁺Mo Co⁻ doped TiO₂*. *American Chemical Society Catalysis*. Vol 2, hlm. 391-398.
- Liao, C.H., C.W. Huang, & J.C.S. Wu. 2012. Hydrogen Production from Semiconductor based Photocatalysis via Water Splitting. *Catalysis*. 2(1):490-516.
- Licciulli, A., dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. *Universita Degli Studio Di Lecce*.
- Linsebigier, dkk. 1995. *Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results*. *Chem. Rev* 95: 735-758.
- Liu, Y., Chen, X., Li, J., dan Burda, C. 2005. *Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Nitrogen Doped TiO₂ Nanocatalys*. *Chemosphere*, Vol. 61, hlm. 11-18.
- Longo C, Paoli MA De. 2003. *Dye-Sensitized Solar Cells: a Successful Combination of Materials*. *J Braz Chem Soc*; 14 (6): 889-901.
- Lu, Y., L. Wang., D. Wang., T. Xie., L. Chen., dan Y. Lin. 2011. *A Comparative Study on Plate-Like and Flower-Like ZnO Nanocrystals Surface Photovoltage Property and Photocatalytic Activity*. *Journal of Material Chemistry and Physic*. 129 : 281-287. Dalam Kasuma, Nola Yulia. 2012. *Penggunaan Komposit ZnO-CuO yang Disintesis Secara Sonochemistry yang Digunakan Sebagai Katalis untuk Fotodegradasi Metil Orange dan Zat Antibakteri*. Tesis. Tidak diterbitkan. Padang: Program Studi Kimia, Pascasarjana, Universitas Andalas.
- Mason, T.J. dan Lorimer, J.P. 2002. *Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*. Wiley-VCH Verlag GmbH: Weinheim.
- Maulina, Desy. 2014. *Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis T : '02 T erdoping Vanadium (V) dengan Metode Reaksi Padatan Sonikasi*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Malang: Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maliki Malang.
- Mustofa, Khusnan. 2014. *Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Metode Reaksi Padatan*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Malang: Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maliki Malang.

- Naimah, Siti., dan Ermawati, Rahyani. 2011. *Efek Fotokatalis Nano TiO₂ Terhadap Mekanisme Antimikroba E-Coli dan Salmonella*. Jurnal Riset Industri; Vol. V, No. 2 : 113-120.
- Natawidha, Catur Nitya Vinaya. 2012. *Degradasi Limbah Deterjen (Senyawa Linear Alkilbenzena Sulfonat) dengan Fotokatalis Komposit Berbasis TiO₂ dan Batu Apung*. Skripsi. Tidak Diterbitkan. Depok: Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UI.
- Palupi, Endang. 2006. *Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂*. Skripsi. Tidak diterbitkan. Bogor : Departemen Fisika, FMIPA, IPB.
- Pandey A, Samaddar A.B. 2006. *Dye Sensitized Photo Volataic Devices: An Answer to The Daunting Challenge of Future Energy Crisis*. Advances in Energy Research: 497-502.
- Prambasto, Satrio Bektu Uji. 2012. *Sintesis Fotokatalis M/TiO₂ dan Aplikasinya untuk Dekomposisi Air*. Skripsi. Tidak diterbitkan. Semarang: Jurusan Kimia, FMIPA, UNNES.
- Purnama, A. 2013. *Sintesis Ni-TiO₂ dengan Metode Sol Gel dan Uji Aktivitasnya untuk Dekomposisi Air*. Skripsi. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Riyani, Kapti., Setyaningtyas Tien., dan Dwiasih, Dian Windy. 2012. *Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokalalis TiO₂-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari*. Valensi Vol. 2 No. 5, Nopember 2012 (581-587)
- Rodela, C. B. dan Mastelaro, V. R. 2003. *Structural Characterization of The V2O5/TiO2 System Obtained by the sol-gel method*. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 64 , hlm. 833-839.
- Sistesya, Dilla dan Sutanto, Heri. 2013. *Sifat Optis Lapisan ZnO:Ag Yang Dideposisi di Atas Substrat Kaca Menggunakan Metode Chemical Solution Deposition (CSD) dan Aplikasinya Pada Degradasi Zat Warna Methylene Blue*. *Youngster Physics Journal*. Vol. 1, No. 4, hal. 71- 80
- Slamet, Syakur, Riyadi., dan Danumulyo, Wahyu. 2003. *Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (VI) Dengan Fotokatalis TiO₂*. Makara, Teknologi, Vol. 7, No. 1.
- Smallman, R. dan Bishop, R. 1999. *Modern Physics Metallurgy and Materials Engineering*. Oxford: Butterworth-Heinemann.

- Srinivasan, C., dan Somasundaram, N. 2003. *Bactericidal and Detoxification of Irradiated Semiconductor Catalyst TiO₂*. *Curr. Sci.*, 85 (10): 1431-1438. dalam Dahlan, dkk. 2007. *Inaktivasi Fotoelektrokatalisis Escherichia coli Menggunakan Elektroda TiO₂/SnO₂*. *J. Sains MIPA*, Vol. 13, No. 2, Hal: 77 – 83.
- Suslick, KS., dan Price, GJ. 1999. *Application of Ultrasound to Material Chemistry*. *Annual Review of Materials Science*, 29, 295 - 326.
- Thuy, Nguyen Minh., Van, Duong Quoc., dan Hai, Le Thi Hong. 2012. *The Visiblelight Activity of the TiO₂ and TiO₂:V⁴⁺ Photocatalyst*. *Journal of Nanomaterials and Nanotechnology*. Vol. II. No. 14. Vietnam.
- Timuda, Gerald Ensang., Maddu, Akhiruddin., Irmansyah., dan Widiyatnrieko, Bambang. 2010. *Sintesis Partikel Nanocrystalline TiO₂ Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sonokimia*. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XriV HFI Jateng dan DIY*. Semarang. Hal. 104-109
- Wang, Liwei. dan Egerton, T. 2012. *The Effects of Transition Metal on The Optical Properties and Photoactivity of Nano-particulate Titanium Dioxide*. *Journal of Materials Science Research*. Vol. 1, No. 4, hlm. 19-27.
- Wardiyati, S. 2004. *Pemanfaatan Ultrasonik dalam Bidang Kimia*. *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Bahan*. Serpong : Puslitbang Iptek Bahan (P3IB)-Batan 7 September 2004.
- Wu, J. C.S. dan Chen, C-H. 2004. A Visible Ligth Response Vanadium Doped Titania Nanocatalyst by Sol Gel Method, *Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Vol. 163 hlm.509-515.
- Zalseka, Adriana. 2008. *Doped-TiO₂: A Review*. Bentham Science Publishers, Department of Chemical Technology, Gdansk University of Technology, 80-952-Gdansk, Poland.

LAMPIRAN

L.1 Perhitungan jumlah prekursor (Titanium (IV) isopropoksida dan Vanadium (III) asetilasetonat) yang digunakan untuk sintesis V-TiO₂ dengan metode sonikasi

L.1.1 V-TiO₂ 1,0 %

1,0 % V-TiO₂ mol atom V dalam senyawa akhir adalah 1,0 % dari mol atom Ti

Ditentukan :

TIP 97 % (Sigma Aldrich)

Volume TIP = 6 mL

Mr = 284,1975 g/mol

Densitas = 0,96 g/mL

V(acac)

Mr = 348,2388 g/mol

Berat 6 mL TIP

W = densitas x volume

$$= 0,96 \text{ g/mL} \times 6 \text{ mL}$$

$$= 5,76 \text{ g}$$

mol = w/Mr

$$= 5,76 \text{ g} / 284,1975 \text{ (g/mol)}$$

$$= 0,0203 \text{ mol}$$

mol Ti dalam TIP

mol Ti = mol TIP x Ar Ti / Mr TIP

$$= 0,0203 \text{ mol} \times 47,8671 \text{ g/mol} / (284,1975 \text{ g/mol})$$

$$= 0,0034 \text{ mol}$$

mol V = 1,0/100 x 0,0034

$$= 3,4 \times 10^{-5} \text{ mol}$$

mol V(acac) untuk mol V demikian

mol V(acac) = mol V x Mr V(acac) / Ar V

$$= 3,4 \times 10^{-5} \text{ mol} \times 348,2388 \text{ g/mol} / (50,9421 \text{ g/mol})$$

$$= 2,3242 \times 10^{-4} \text{ mol}$$

w V(acac) = mol V(acac) x Mr V(acac)

$$= 2,3242 \times 10^{-4} \text{ mol} \times 348,2388 \text{ g/mol}$$

$$= 0,0809 \text{ g}$$

L.1.2 V-TiO₂ 1,5 %

1,5 % V-TiO₂ mol atom V dalam senyawa akhir adalah 1,5 % dari mol atom Ti

Ditentukan :

TIP 97 % (Sigma Aldrich)

Volume TIP = 6 mL

Mr = 284,1975 g/mol

Densitas = 0,96 g/mL

V(acac)

Mr = 348,2388 g/mol

Berat 6 mL TIP

W = densitas x volume

= 0,96 g/mL x 6 mL

= 5,76 g

mol = w/Mr

= 5,76 g / 284,1975 (g/mol)

= 0,0203 mol

mol Ti dalam TIP

mol Ti = mol TIP x Ar Ti / Mr TIP

= 0,0203 mol x 47,8671 g/mol / (284,1975 g/mol)

= 0,0034 mol

mol V = 1,5/100 x 0,0034

= 5,1 x 10⁻⁵ mol

mol V(acac) untuk mol V demikian

mol V(acac) = mol V x Mr V(acac) / Ar V

= 5,1 x 10⁻⁵ mol x 348,2388 g/mol / (50,9421 g/mol)

= 3,4863 x 10⁻⁴ mol

w V(acac) = mol V(acac) x Mr V(acac)

= 3,4863 x 10⁻⁴ mol x 348,2388 g/mol

= 0,1214 g

L.1.3 V-TiO₂ 2,0 %

2,0 % V-TiO₂ mol atom V dalam senyawa akhir adalah 2,0 % dari mol atom Ti

Ditentukan :

TIP 97 % (Sigma Aldrich)

Volume TIP = 6 mL

Mr = 284,1975 g/mol

Densitas = 0,96 g/mL

V(acac)

Mr = 348,2388 g/mol

Berat 6 mL TIP

W = densitas x volume

= 0,96 g/mL x 6 mL

= 5,76 g

mol = w/Mr

= 5,76 g / 284,1975 (g/mol)

= 0,0203 mol

mol Ti dalam TIP

mol Ti = mol TIP x Ar Ti / Mr TIP

= 0,0203 mol x 47,8671 g/mol / (284,1975 g/mol)

= 0,0034 mol

mol V = 2,0/100 x 0,0034

= 6,8 x 10⁻⁵ mol

mol V(acac) untuk mol V demikian

mol V(acac) = mol V x Mr V(acac) / Ar V

= 6,8 x 10⁻⁵ mol x 348,2388 g/mol / (50,9421 g/mol)

= 4,6485 x 10⁻⁴ mol

w V(acac) = mol V(acac) x Mr V(acac)

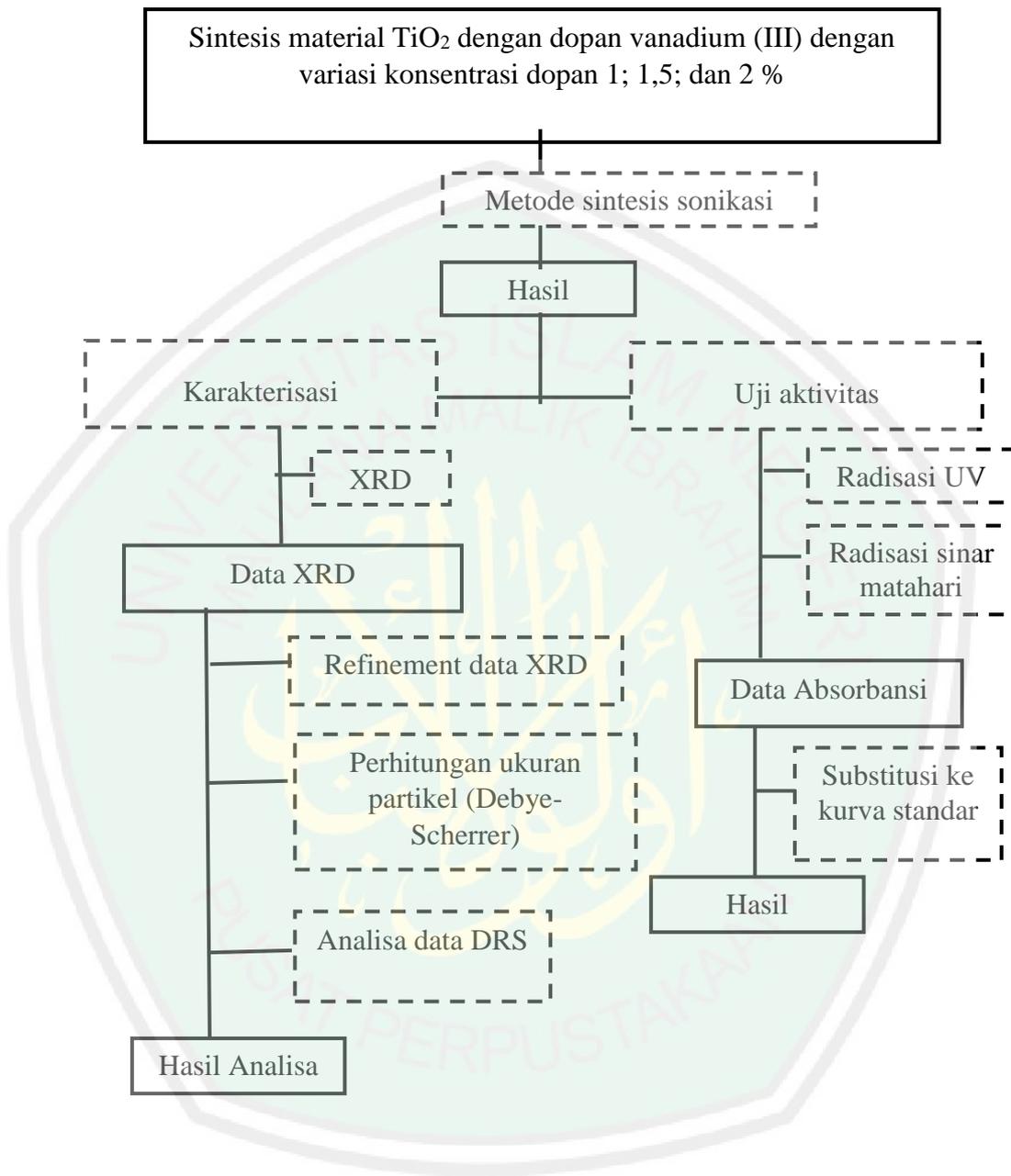
= 4,6485 x 10⁻⁴ mol x 348,2388 g/mol

= 0,1619 g

Tabel L.1 Jumlah perkursor yang digunakan untuk sintesis material V-TiO₂

V:Ti	1,0 : 100	1,5 : 100	2,0 : 100	Total
TIP (mL)	6	6	6	18
V(acac) (g)	0,0809	0,1214	0,1619	0,3642
EtOH (mL)	11,8309	11,8309	11,8309	35,4927
Akuademin (mL)	0,3654	0,3654	0,3654	1,0962

L.2 Diagram Alir Penelitian



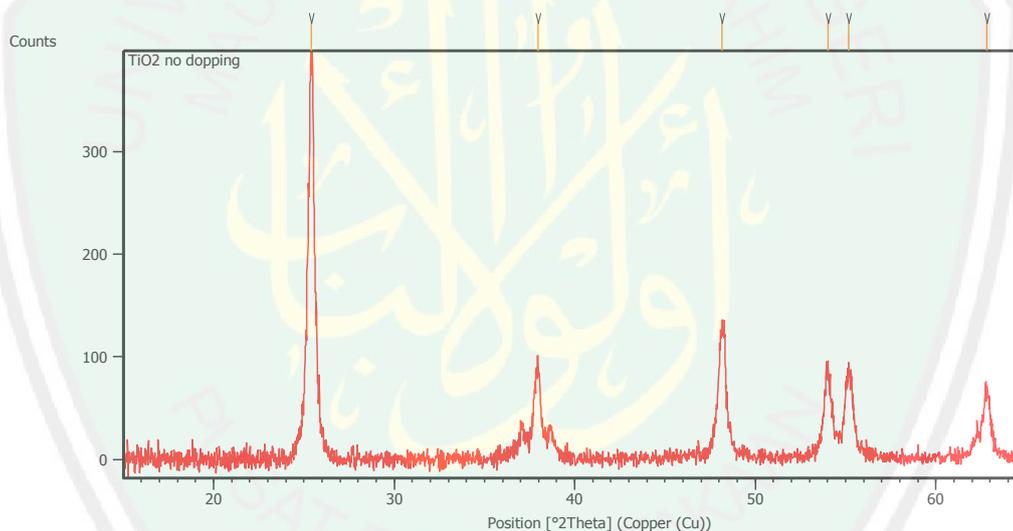
L.3 Hasil Karakterisasi XRD

XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

Diffraction Type : X Pert MPD
 Diffraction Number : 1
 Anode : Cu
 Wavelength Alpha 1 : 1.54060
 Wavelength Alpha 2 : 1.54443
 Ratio alpha 21 : 0.50000
 Generator Voltage : 40 kV
 Tube Current : 30 A
 Data Angle Range : 5-59.9864 ($^{\circ}2\theta$)

L.3.1 Pola Difraksi Material

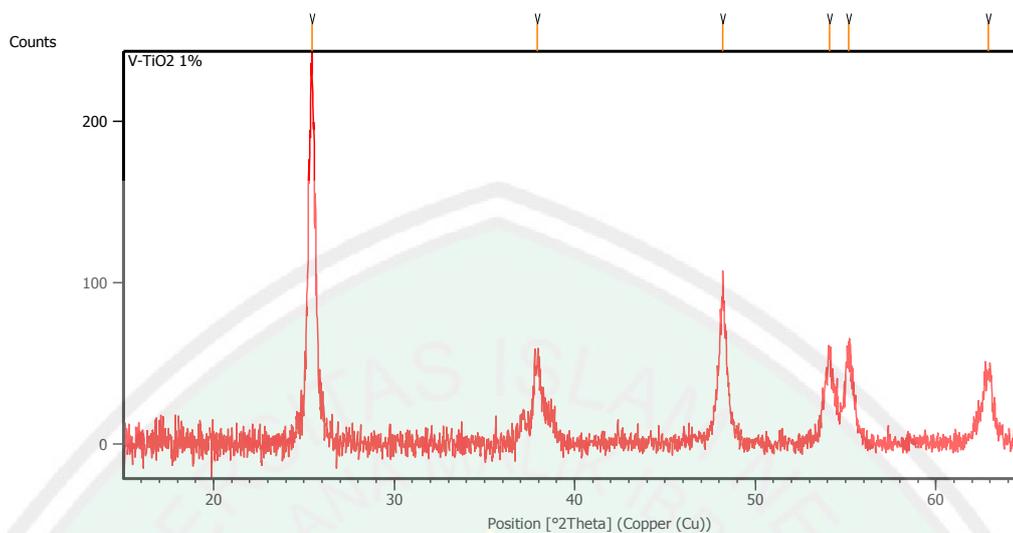
L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel TiO₂



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4203	388.07	0.2342	3.50396	100.00
37.9482	89.95	0.2007	2.37109	23.18
48.1723	125.34	0.3346	1.88904	32.30
54.0125	83.23	0.4015	1.69777	21.45
55.1780	81.78	0.4684	1.66464	21.07
62.8199	65.31	0.4015	1.47928	16.83

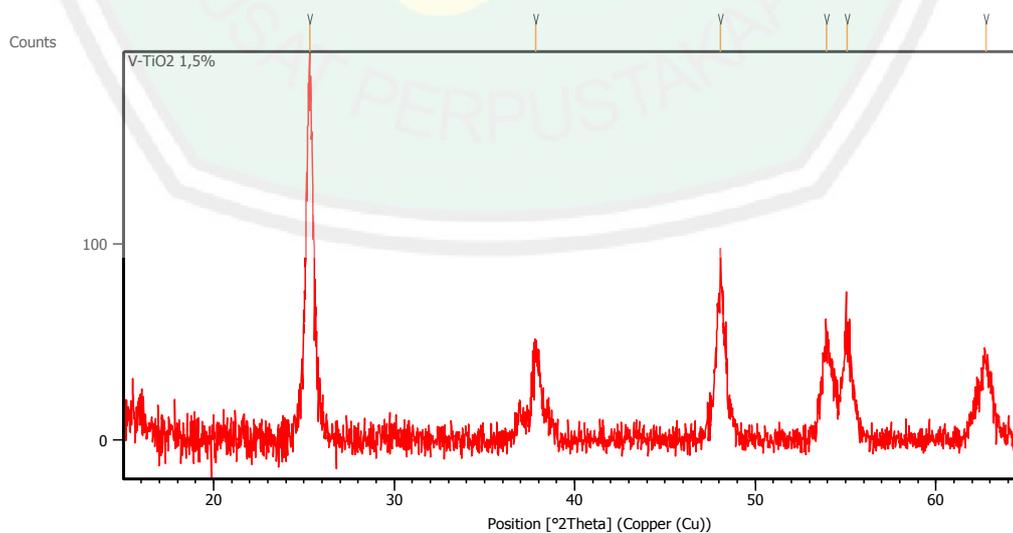
L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 1 %



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.4427	234.01	0.3680	3.50092	100.00
37.9223	49.19	0.3346	2.37265	21.02
48.2016	90.87	0.2676	1.88796	38.83
54.0950	56.46	0.2676	1.69538	24.13
55.1749	56.65	0.5353	1.66472	24.21
62.9187	43.22	0.4015	1.47719	18.47

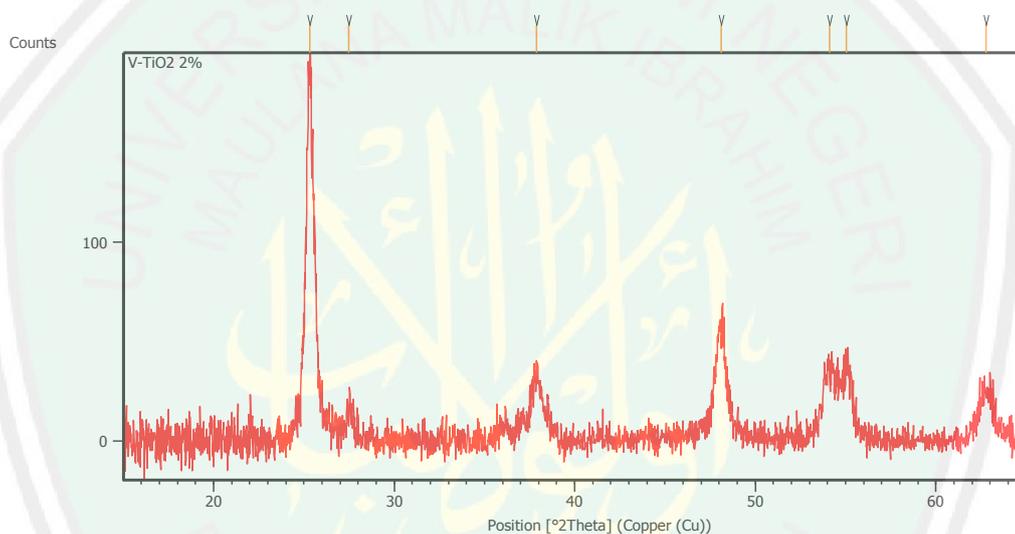
L.3.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 1,5%



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.3068	191.28	0.3011	3.51941	100.00
37.8350	47.74	0.4684	2.37792	24.96
48.0670	80.58	0.5353	1.89294	42.13
53.9518	51.18	0.3346	1.69954	26.76
55.0722	54.92	0.4015	1.66759	28.71
62.7728	39.71	0.5353	1.48027	20.76

L.3.1.4 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 2 %

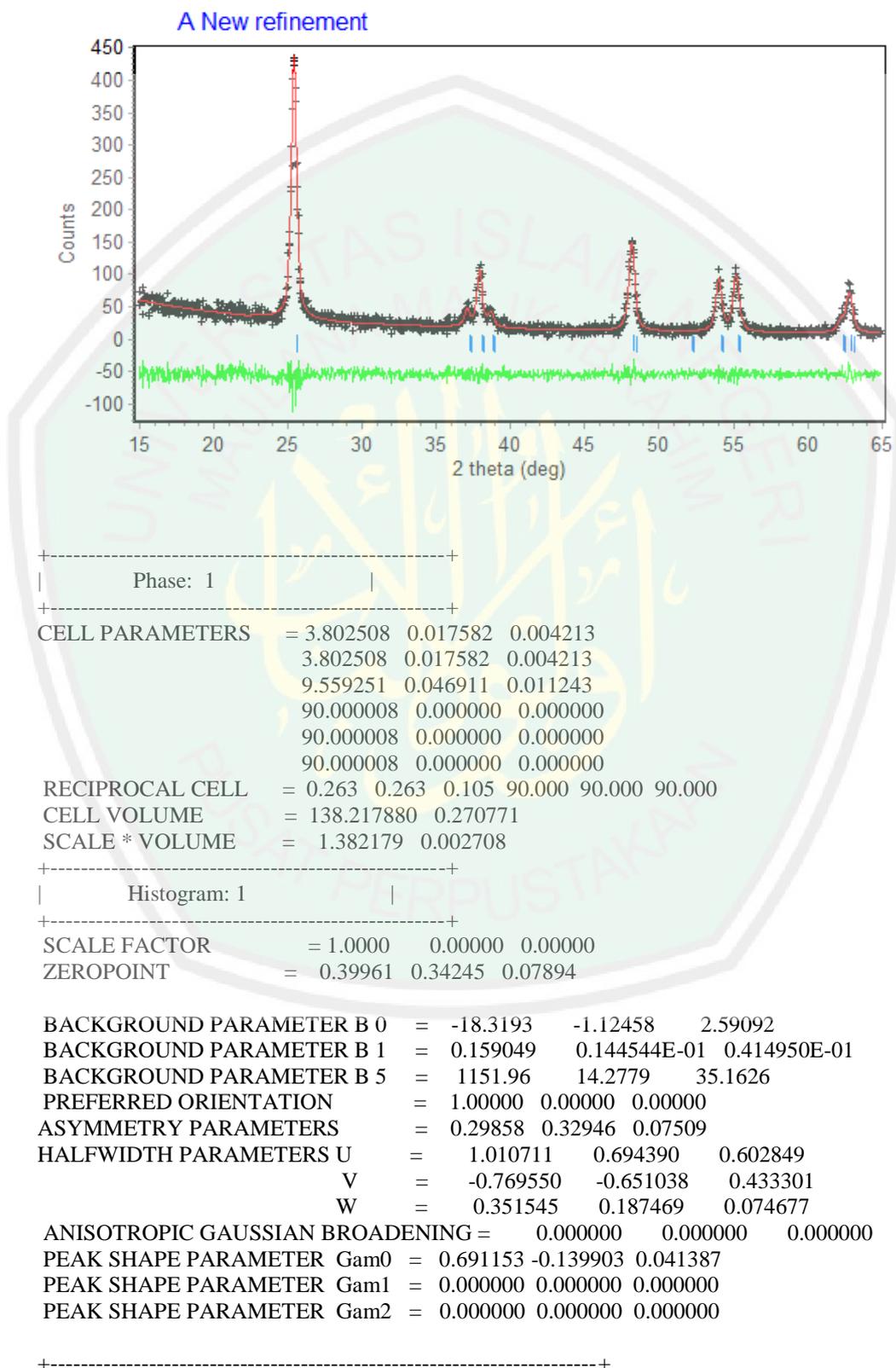


Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.3221	185.58	0.2676	3.51732	100.00
27.5005	15.60	0.4015	3.24345	8.41
37.8874	30.83	0.4015	2.37475	16.61
48.0995	53.46	0.4684	1.89173	28.81
54.1076	35.43	0.5353	1.69501	19.09
55.0369	37.31	0.4684	1.66857	20.11
62.8008	24.87	0.6691	1.47968	13.40

L.4 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

L.4.1 TiO₂

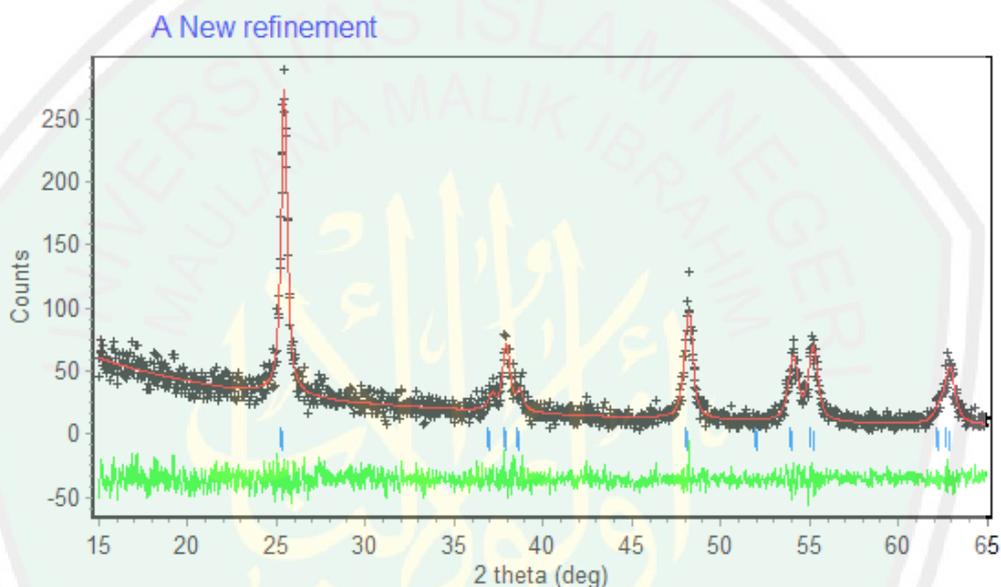


```

| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 13.67 | 12.15 | 52.12 | 1.954 | 1.990 | 1483 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.6751E+04 | 0.4937E+05 | 0.4958E+05 | 0.5459E+04 | 0.5435E-01 | 0.1096E+15 |
+-----+

```

L.4.2 V-TiO₂ 1 %



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
CELL PARAMETERS = 3.783758 0.000004 0.005583
                 3.783758 0.000004 0.005583
                 9.509542 0.000019 0.014889
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME     = 136.146423 0.355154
SCALE * VOLUME  = 1.361464 0.003552
+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR    = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT      = 0.07274 0.00000 0.10551

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -13.5284 0.157638E-02 2.40547
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.568770E-01 -0.452392E-04 0.385303E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1094.45 -0.143560E-01 32.6426
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000

```

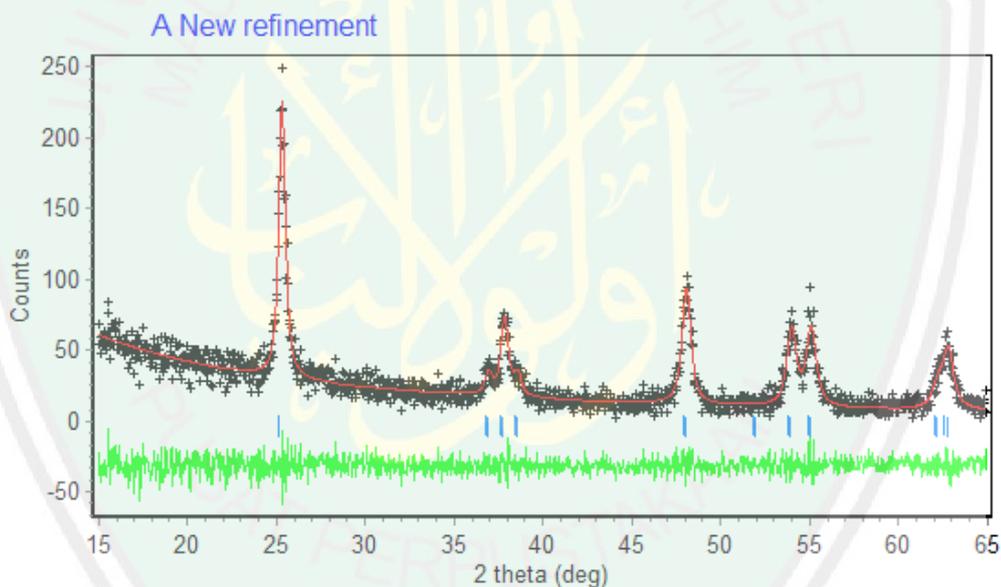
```

ASYMMETRY PARAMETERS      = -0.03894 -0.00006 0.10147
HALFWIDTH PARAMETERS U    =  1.500850  0.001855  1.185850
      V      = -0.611949 -0.001046  0.840958
      W      =  0.232758  0.000121  0.141922
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =  0.837170 0.000085 0.062165
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  0.000000 0.000000 0.000000
    
```

```

-----+-----
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
-----+-----
|  1 | 15.30 | 13.86 | 64.05 |  2.015 |  2.052 | 1483 |
-----+-----
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
-----+-----
| 0.6612E+04 | 0.4321E+05 | 0.4320E+05 | 0.3614E+04 | 0.4681E-01 | 0.3520E+14 |
-----+-----
    
```

L.4.3 V-TiO₂ 1,5 %



```

-----+-----
|          Phase: 1          |
-----+-----
CELL PARAMETERS      =  3.776846 -0.000029 0.001694
      3.776846 -0.000029 0.001694
      9.488550 -0.000048 0.004448
      90.000008 0.000000 0.000000
      90.000008 0.000000 0.000000
      90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      =  0.265 0.265 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME          =  135.350082 0.106770
SCALE * VOLUME       =  1.353501 0.001068
    
```

```

-----+-----
|          Histogram: 1          |
-----+-----
    
```

```

+-----+
SCALE FACTOR          = 1.0000  0.00000  0.00000
ZEROPOINT             = -0.16612 -0.00043  0.01680

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -16.8430  0.108074  2.35498
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  0.106512 -0.213853E-02  0.377230E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1144.49  -1.21416  31.9580
PREFERRED ORIENTATION   = 1.00000  0.00000  0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS    = -0.15072 -0.00039  0.01648
HALFWIDTH PARAMETERS U  =  0.893389  0.010085  1.216660
      V =  0.113043  0.000144  0.847237
      W =  0.051510 -0.001196  0.133428
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.945598  0.001291  0.066812
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000  0.000000  0.000000
EXTINCTION PARAMETER     = 0.000000  0.000000  0.000000

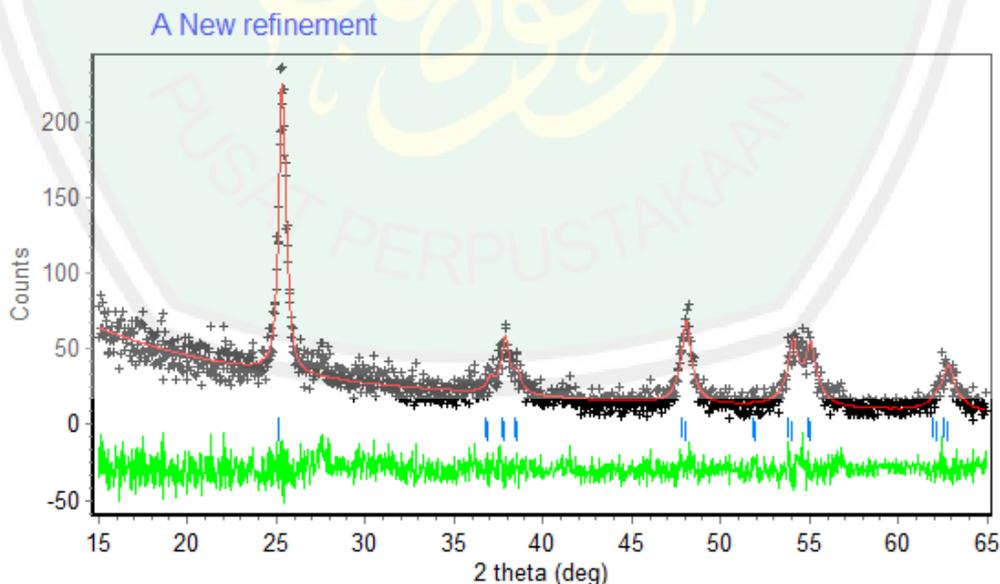
```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1 | 14.70 | 14.11 | 66.60 |  2.063 |  1.995 | 1483 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.6408E+04 | 0.4359E+05 | 0.4359E+05 | 0.3343E+04 | 0.4487E-01 | 0.2503E+14 |
+-----+

```

L.4.4 V-TiO₂ 2 %



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+

```

CELL PARAMETERS = 3.779115 0.000000 0.002937
 3.779115 0.000000 0.002937
 9.481165 -0.000013 0.007453
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 90.000008 0.000000 0.000000
 RECIPROCAL CELL = 0.265 0.265 0.105 90.000 90.000 90.000
 CELL VOLUME = 135.407227 0.182982
 SCALE * VOLUME = 1.354072 0.001830

+-----+
 | Histogram: 1 |
 +-----+

SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
 ZEROPOINT = -0.15342 -0.00002 0.02053

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -8.85456 0.508387E-01 2.69703
 BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.282310E-02 -0.109708E-02 0.432132E-01
 BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1094.17 -0.554126 36.5942
 PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
 ASYMMETRY PARAMETERS = -0.18583 -0.00002 0.01338
 HALFWIDTH PARAMETERS U = 3.286552 0.038108 1.996124
 V = -1.293384 -0.019060 1.330331
 W = 0.189497 0.002468 0.201535
 ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.338085 -0.000955 0.107970
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
 EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

+-----+
 | Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
 +-----+
 | 1 | 15.68 | 15.31 | 63.17 | 2.012 | 2.151 | 1483 |
 +-----+
 | SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
 +-----+
 | 0.7160E+04 | 0.4568E+05 | 0.4571E+05 | 0.3716E+04 | 0.5877E-01 | 0.1295E+14 |
 +-----+

L.5 Perhitungan Ukuran Partikel Materian V-TiO₂ Hasil Sintesis

L.5.1 Ukuran Partikel V-TiO₂

persamaan Debye-Scherrer:

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

Dimana:

D = ukuran partikel (nm) λ = panjang gelombang radiasi (nm)

K = konstanta (0,9) β = integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

1. TiO₂ Tanpa Doping

Diketahui:

λ (K α) : 1,54060 Å

β (FWHM) : 0,2342° \longrightarrow = $\frac{0,2342}{180} \times 3,14 = 0,004085$

2 θ : 25,4203 \longrightarrow $\theta = \frac{25,3879}{2} = 12,71015$

Cos θ : 0,9896815

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,004085 \times 0,9896815} = 342,9610 \text{ Å} = \mathbf{34,29 \text{ nm}}$$

2. V-TiO₂ 1 %

Diketahui:

λ (K α) : 1,54060 Å

β (FWHM) : 0,3680° \longrightarrow = $\frac{0,3680}{180} \times 3,14 = 0,006419$

2 θ : 25,4427 \longrightarrow $\theta = \frac{25,4427}{2} = 12,72135$

Cos θ : 0,9880147

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,006419 \times 0,9880147} = 294,1315 \text{ Å} = \mathbf{29,41 \text{ nm}}$$

3. V-TiO₂ 1,5 %

Diketahui:

λ (K α) : 1,54060 Å

β (FWHM) : 0,3011° \longrightarrow = $\frac{0,3011}{180} \times 3,14 = 0,005253$

2 θ : 25,3068 \longrightarrow $\theta = \frac{25,3068}{2} = 12,6534$

Cos θ : 0,9962153

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,005253 \times 0,9962153} = 264,9548 \text{ Å} = \mathbf{26,49 \text{ nm}}$$

4. V-TiO₂ 2 %

Diketahui:

λ (K α) : 1,54060 Å

β (FWHM) : 0,2676° \longrightarrow = $\frac{0,2676}{180} \times 3,14 = 0,004661$

2 θ : 25,3221 \longrightarrow $\theta = \frac{25,3221}{2} = 12,66105$

Cos θ : 0,9955213

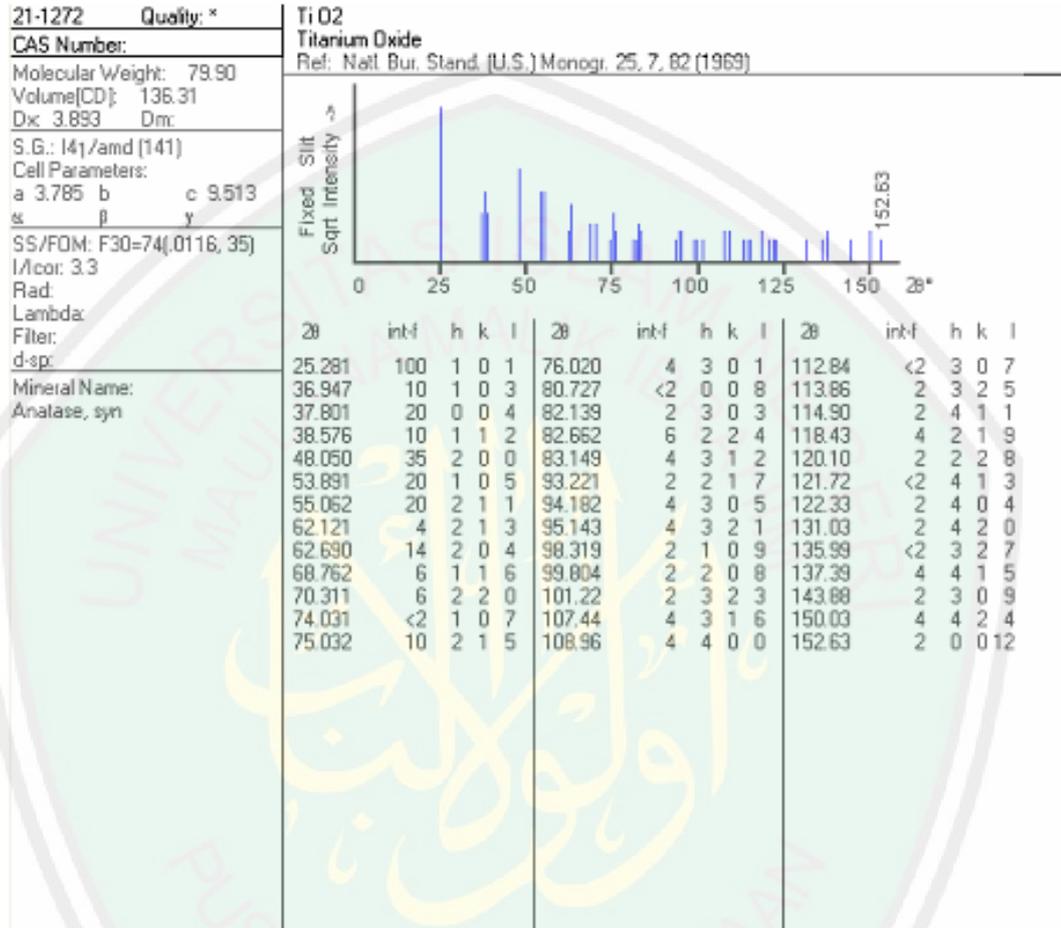
Ditanya : D ?

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54060}{0,004661 \times 0,9955213} = 298,81523 \text{ Å} = \mathbf{29,88 \text{ nm}}$$

L.6 Hasil Pengukuran Absorbansi Maksimum Larutan Metilen Biru Setelah Proses Degradasi

Komposisi	Kondisi	
	Radiasi sinar UV	Radiasi sinar matahari
	Abs.	Abs.
Metilen biru (MB)	1,5212	1,1003
MB + TiO ₂	1,008	0,4514
MB + 1 % V-TiO ₂	0,5913	0,7554
MB + 1,5 % V-TiO ₂	0,9336	0,7891
MB + 2 % V-TiO ₂	0,3149	0,5250

L.7 JCPDS TiO₂ Anatas



L.8 Dokumentasi



