SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 TERDOPING VANADIUM (V) DENGAN METODE KOMBINASI REAKSI PADATAN-SONIKASI

SKRIPSI

oleh :

DESY MAULINA

NIM. 10630006

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI

MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG

2014

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 TERDOPING VANADIUM (V) DENGAN METODE KOMBINASI REAKSI PADATAN-SONIKASI

SKRIPSI

oleh :
DESY MAULINA
NIM. 10630006

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 TERDOPING VANADIUM (V) DENGAN METODE KOMBINASI REAKSI PADATAN-SONIKASI

SKRIPSI

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

oleh:
DESY MAULINA
NIM. 10630006

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 TERDOPING VANADIUM (V) DENGAN METODE KOMBINASI REAKSI PADATAN-SONIKASI

SKRIPSI

oleh:
DESY MAULINA
NIM. 10630006

Telah disetujui oleh :

Pembimbing I	Pembimbing II
Rachmawati Ningsih, M.Si	Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm
NIP. 19810811 200801 2 010	NIP. 19830628 200912 2 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains danTeknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TiO_2 TERDOPING VANADIUM (V) DENGAN METODE KOMBINASI REAKSI PADATAN-SONIKASI

SKRIPSI

oleh:
DESY MAULINA
NIM. 10630006

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 10 September 2014

PengujiUtama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)
Ketua Penguji	: Ahmad Hanapi, M. Sc NIPT. 20140201 1 422	(.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Anggota Penguji	: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm NIP. 19830628 200912 2 004	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains danTeknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERSEMBAHAN

ٱلْعَٰلَمِينَ رَبِّ لِلَّهِ ٱلْحَمْدُ

Segala puji bagi al ‘Aliim, yang telah mengizinkan saya untuk berpikir dan menulis perjuangan ini sehingga dapat mempersembahkannya kepada mereka yang menempatkan saya pada urutan cinta setelah cinta yang wajib.

Latifah, S.Pd.I, wanita yang harus merasakan sakit ketika kulit Desy Maulina mulai bersentuhan dengan molekul-molekul yang bergerak sangat bebas itu. Meskipun sakitnya mungkin belum berakhir ketika Desy Maulina mulai mengerti gerakan molekul-molekul itu, tetapi Desy Maulina berjanji akan berusaha membuat Desy Maulina menjadi alasan baginya untuk bebas memilih balasan sempurna yang dijanjikan al Latif bagi hamba-Nya di akhir nanti.

Amir, wujud pria dari Desy Maulina. *Provider* do’a Jumat spesial. Panasnya Sumbawa tidak menjadikannya lupa akan kewajiban untuk memberikan molekul-molekul dengan gerakan yang bervariasi agar Desy Maulina tetap menjadi Desy Maulina.

Aldi Maulana Malik, pria lain yang ada dalam kantong ingatan Desy Maulina. Pria yang membuat Desy Maulina berhati-hati dalam segala tindakan karena sadar bahwa ada pengikut yang bisa menuntut untuk diberikan contoh yang baik.

Perjuangan ini untuk kalian..!!!!

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

MOTTO

وَأَن لَّيْسَ لِلْإِنسَٰنِ إِلَّا مَا سَعَىٰ ﴿٣٩﴾ وَأَنَّ سَعْيَهُۥ سَوْفَ يُرَىٰ ﴿٤٠﴾ ثُمَّ يُجْزَىٰهُ ٱلْجَزَآءَ ٱلْأَوْفَىٰ ﴿٤١﴾

"*Dan bahwasanya seorang manusia tiada memperoleh selain apa yang telah diusahakannya. Dan bahwasanya usaha itu kelak akan diperlihat (kepadanya). Kemudian akan diberi Balasan kepadanya dengan Balasan yang paling sempurna*" (An Najm (53) : 39-41)

Allah hanya melihat usaha saya dan bukan hasilnya, lakukan yang terbaik dan serahkan hasilnya pada Allah, Allah akan memberikan balasan yang paling sempurna.

وَإِلَىٰ رَبِّكَ فَٱرْغَب ﴿٨﴾

"*Dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap*" (al Insyirah (94) : 8)

Dalam hal apapun, saya hanya bisa berharap pada Allah.

لا حول ولا قوة إلا بالله

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawahini :

Nama	:	Desy Maulina
NIM	:	10630006
Fakultas / Jurusan	:	Sains danTeknologi / Kimia
Judul Penelitian	:	Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 Terdoping Vanadium (V) dengan Metode Kombinasi Reaksi Padatan-Sonikasi

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 10 September 2014
Yang Membuat Pernyataan,

Desy Maulina
NIM. 10630006

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

ٱلْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ ٱلْعَٰلَمِينَ

Segala puji bagi Allah SWT yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul "Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 Terdoping Vanadium (V) dengan Metode Kombinasi Reaksi Padatan-Sonikasi" sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin, walupun 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 konstribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan skripsi ini kepada:

1. Kedua orang tua dan adik tercinta 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 danTeknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Para dosen pembimbing Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si, dan Ibu Begum Fauziyah, S.Si, M. Farm, karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran dan motivasinya penyusunan skripsi dapat diselesaikan
6. Dosen penguji Ibu Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si dan Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
7. Bapak Anton Prasetyo, M.Si atas bantuan penyediaan V_2O_5 yang sangat berharga sehingga penelitian ini dapat berjalan dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si atas bantuan peminjaman laboratorium ITS.
8. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang atas bantuan dana penelitian melalui Kompetisi Penelitian Mahasiswa.
9. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.
10. Teman-teman kimia angkatan 2010 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, 10 September 2014

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL i
HALAMAN JUDUL ii
HALAMAN PERSETUJUAN iii
HALAMAN PENGESAHAN iv
PERSEMBAHAN v
MOTTO vi
HALAMAN PERNYATAAN vii
KATA PENGANTAR viii
DAFTAR ISI x
DAFTAR GAMBAR xii
DAFTAR TABEL xiii
DAFTAR RUMUS xiv
DAFTAR LAMPIRAN xv
ABSTRAK xvi

BAB I PENDAHULUAN
1.1 Latar Belakang 1
1.2 Rumusan Masalah 6
1.3 Tujuan Penelitian 6
1.4 Batasan Masalah 7
1.5 Manfaat Penelitian 7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA
2.1 Semikonduktor TiO_2 sebagai Material Fotokatalis 8
2.2 Pengaruh Doping Logam terhadap Struktur dan Aktivitas Fotokatalisis 14
2.3 Metode Reaksi Padatan Sonikasi untuk Preparasi Fotokatalis TiO_2 18
2.3.1 Metode Reaksi Padatan 18
2.3.2 Metode Sonikasi 20
2.4 Karakterisasi Material V-TiO_2 22
2.5.1 Identifikasi Struktur dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) 22
2.5.2 Analisis Daerah Serapan dan Energi *Band Gap* dengan Spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflactans* 24
2.5 Pencemaran Lingkungan dalam Perspektif Islam dan Usaha Penanggulangannya 27

BAB III METODOLOGI PENELITIAN
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian 31
3.2 Alat dan Bahan 31
3.2.1 Alat 31
3.2.2 Bahan 31
3.3 Tahap Penelitian 31
3.4 Prosedur Kerja 32
3.4.1 Sintesis Material TiO_2 dengan Dopan Vanadium (V) .. 32
3.4.2 Karakterisasi Material V-TiO_2 33

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5 Analisis Data 33

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material V-TiO_2 ($Ti_{1-x}V_xO_{2+x/2}$) dengan Metode Kombinasi Reaksi Padatan-Sonikasi 35

4.2 Karakterisasi Struktur Material V-TiO_2 ($Ti_{1-x}V_xO_{2+x/2}$) dengan Metode Difraksi Sinar X 40

4.3 Analisis Daerah Serapan Sinar dan Energi *Band Gap* Material V-TiO_2 ($Ti_{1-x}V_xO_{2+x/2}$) dengan Metode Spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflactans*..... 46

4.4 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam 50

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan 55

5.2 Saran 55

DAFTAR PUSTAKA 57

LAMPIRAN 63

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Daerah energi pada semikonduktor	9
Gambar 2.2	Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor	9
Gambar 2.3	Struktur kristal anatas TiO_2.....	13
Gambar 2.4	Struktur kristal rutil TiO_2	13
Gambar 2.5	Diagram orbital TiO_2 anatas ……...	14
Gambar 2.6	Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah susbsitusi atom ……...	15
Gambar 2.7	Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah intertisi atom ……..	16
Gambar 2.8	Spektra UV-Vis TiO_2, doping Ni-TiO_2, Cr-TiO_2 dan V-TiO_2.....	17
Gambar 2.9	Mekanisme aktivitas fotokatalisis TiO_2 :*hv*1 (TiO_2 tanpa doping), *hv*2 (TiO_2 dengan doping logam) dan *hv*3 (TiO_2 dengan doping non logam)	17
Gambar 2.10	Ilustrasi reaksi antarmuka reaktan pada pembentukan $MgAl_2O_4$……	19
Gambar 2.11	Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitasi akustik ……	21
Gambar 2.12	Perbandingan difraktogram TiO_2, Pt-TiO_2, Cr-TiO_2, dan Pt-Cr-TiO_2……..	23
Gambar 2.13	Macam-macam refleksi ……..	25
Gambar 2.14	Spektra *diffuse reflectance*…….	26
Gambar 2.15	Contoh penentuan energi *band gap* sampel ……..	26
Gambar 4.1	Susunan partikel TiO_2 dan V_2O_5 ……	35
Gambar 4.2	Pola difraksi V-TiO_2 dengan variasi konsentrasi dopan vanadium ……	41
Gambar 4.3	Spektra UV Vis *diffuse reflactans* (panjang gelombangvs % reflactans) ……...	47
Gambar 4.4	Spektra UV Vis *diffuse reflactans* (panjang gelombang vs absorbansi) ……	47
Gambar 4.5	Plot $(h\nu A)^2$ vs hν untuk menentukan energi *band gap*……	49

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO_2.....	13
Tabel 2.2	Suhu Tamman beberapa oksida logam …….	19
Tabel 4.1	Posisi puncak dan intensitas bidang-bidang karakteristik TiO_2 dan V-TiO_2……...	41
Tabel 4.2	Parameter sel satuan TiO_2 dengan dopan Vanadium (V) pada konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 dan 0,7 % ditentukan menggunakan metode Le Bail …….	44
Tabel 4.3	Ukuran kristal material V-TiO_2……	45
Tabel 4.4	Daerah serapan dan energi *band gap* material sintesis …….	49

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1	Reaksi fotokatalitik semikonduktor	10
Persamaan 2.2	Reaksi rekombinasi pasangan elektron-hole.....	10
Persamaan 2.3	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	10
Persamaan 2.4	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	10
Persamaan 2.5	Reaksi adsorpsi di permukaan fotokatalis	10
Persamaan 2.6	Persamaan Bragg	23
Persamaan 2.7	Rumus penentuan persentase reflektansi (% R)	26
Persamaan 4.1	Reaksi pembentukan produk $Ti_{(1-x)}V_xO_{2+\frac{x}{2}}$	38

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir penelitian.....	63
Lampiran 2	Skema kerja sintesis material TiO_2 dengan metode reaksi padatan-sonikasi …….....	64
Lampiran 3	Perhitungan dalam sintesis material ……..	65
Lampiran 4	Hasil karakterisasi XRD ……	67
Lampiran 5	Hasil karakterisasi spektroskopi UV Vis difus reflektansi ……..	78
Lampiran 6	Perhitungan dan analisa data …….	82
Lampiran 6.1	Ukuran partikel V-TiO_2…….	82
Lampiran 6.2	Penentuan energy *band gap* ……	83
Lampiran 7	Dokumentasi ……..	86
Lampiran 8	JCPDS TiO_2 Anatas ……...	87

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Maulina, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 Terdoping Vanadium (V) dengan Metode Kombinasi Reaksi Padatan-Sonikasi. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing II: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm; Konsultan: NurAini, M.Si.

Kata Kunci: TiO_2 anatas, doping, vanadium (V), reaksi padatan-sonikasi, XRD, DRS UV Vis

Air merupakan salah satu komponen utama lingkungan yang dalam al Quran disebutkan sebagai sumber kehidupan (Q.s al Anbiya' (21) : 30). Memelihara, mempertahankan, meningkatkan kelestarian lingkungan yang merupakan bagian dari bumi adalah tugas manusia sebagai makhluk yang ditunjuk oleh Allah untuk menja di wakil-Nya di bumi (*khalifatullah fi al 'ardh*), seperti yang disebutkan dalam al Quran surat Hud (11) ayat 61. Air dilindungi dari segala hal yang dapat membuatnya menjadi berbahaya seperti limbah zat warna. Industri tekstil dan produk tekstil sebagai pengguna zat warna harus mengolah terlebih dahulu limbah yang dihasilkan agar menjadi relatif aman bagi lingkungan perairan. Metode pengolahan limbah yang sedang dikembangkan saat ini adalah metode fotodegradasi dengan bantuan fotokatalis. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkaraterisasi fotokatalis TiO_2 yang ditambahkan (doping) logam vanadium (V).

Metode sintesis yang digunakan dalam penelitian ini adalah reaksi padatan-sonikasi. Pencampuran dan penggerusan dilakukan dengan mortar agate. Suhu kalsinasi yang digunakan adalah 500 ˚C dan semua proses diulang sebanyak 2 kali. Pemberian perlakuan ultrasonik (gelombang ultrasonik, v = 40 kHz) pada padatan hasil sintesis menggunakan *cleaning bath ultrasonic* secara tidak langsung melalui medium cair (akuademin dan etanol). Karakterisasi struktur dilakukan dengan XRD, analisis daerah serapan sinar energi *band gap* dilakukan dengan Spektroskopi *Diffuse Reflectans* UV Vis.

Ketiga material V-TiO_2 yang dihasilkan dalam penelitian ini memiliki fasa anatas. Doping vanadium mengakibatkan pergeseran sudut difraksi, perubahan intensitas puncak, perubahan parameter sel dan pengurangan ukuran partikel. Energi *band gap* TiO_2 juga menjadi lebih kecil yang mengindikasikan bahwa TiO_2 (V-TiO_2) mampu menyerap sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar. Energi *band gap* untuk material TiO_2, 0,3 % V-TiO_2; 0,5 % V-TiO_2 dan 0,7 % V-TiO_2 secara berurutan adalah 3,295; 3,278; 3,274 dan 3,274 eV.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Maulina, D. 2014. Solid State Reaction-Sonication Synthesis and Characterization of TiO_2 Photocatalyst Doped by Vanadium (V). Thesis. Chemistry Department Faculty of Science and Technology *Islamic University* of Maulana Malik Ibrahim *Malang* State. 1st Supervisor: Rachmawati Ningsih, M.Si; 2nd Supervisor: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm; Consultant :NurAini, M.Si.

Key word : TiO_2 anatase, doping, Vanadium (V), solid state reaction-sonication, XRD, UV Vis DRS

Water is an essential component of environments and has been mentioned in al Qur'an as a source of life (Q.s al Anbiya' (21) : 30). Protect, defend, evolve the eternal of environment are the duty of man as *khalifatullah fi al 'ardh* (representative of Allah in earth), like mentioned in al Qur'an surah Hud (11) : 61. Dye pollutants produced from the textile industries are becoming a major source of environmental contamination. The method that is developing for the treatment of dye-containing is photodegradation with photocatalyst as accelerator of reaction. This research was aimed to synthesize and characterize TiO_2photocatalyst doped vanadium (V).

The synthesis method was solid state reaction-sonication. Mixing and braying was conducted in agate mortar. The calcined temperature was 500 ^oC and all of process was repeated for two times. Sonication method refer to treatment of ultrasonic wave (v= 40 kHz) in indirect cleaning bath ultrasonic using liquid medium (aquademin and ethanol). Characterization of structure was performed using XRD and light absorption property and band gap energy was conducted using Diffuse Reflectans UV Vis Spectroscopy.

For all doping sample, the XRD patterns show only anatase TiO_2 peaks. Compared with the spectrum of pure titania, the downshift was clearly observed in the series of V/TiO_2. Change in intensity of peak and cell parameter was also observed, which indicated the vanadium incorporation into the TiO_2 host lattice. Band gap energy of doping samples are smaller than undoped TiO_2, which indicated that the doping sample can absorb light with greater wavelength. The band gap energy of TiO_2 and sample dopings 0,3 % $V\text{-}TiO_2$; 0,5 % $V\text{-}TiO_2$dan 0,7 % $V\text{-}TiO_2$ respectively are 3,295; 3,278; 3,274 and 3,274 eV.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ملخص البحث

مولينا ،د. ٢٠١٤. الدولة الصلبةر دفعل– صوتنة توليف وتوصيف حفاز صوئي التيتانيوم TiO_2مخدر من الفاناديوم (٥) .البحث العلمي. شعبة الكيمياء. بجامعة مولانا مالك إبراهيم الاسلا مية الحكومية مالانج, المشرفة الأولى:رحموةنيعسيه الماجستيرة فى العلوم ,المشرفة الثانية :بكوم فوزية الماجستيرة فيالصيدلة.

الكلمات الرئيسية: التيتانيوم أناستازي, مخدر ,الفاناديوم (٥) الدولة الصلبةر دفعل– صوتنة توليف,حيود الأشعة السينية ,مطيافية الأشعة فوق البنفسجية / المرئية منتشر الانعكاس

الماء أحدمن البيئات و لقد ذكر في القرآن كمصدر للحياة. حماية والدفاع عنها، وتتطور الأبدية البيئة هيواجبا لرجل هوخليفة الله في الأرض كماورد فيا لقرآن الكر يمسورة آلهود وينبغي أن يتم حماية وقائي من الماء عن طريق الناس كخليفة االله فيالأرض. صبغ الملوثات الناتجة من الصنعات عات النسيجية أصبحت مصدرارئيسيا للتلوث البيئي. الطريقة التي تتطور لعلاج صبغ يحويهوالتحللالضوئي مع حفاز ضوئي والسريع منردود الفعل. ويهدف هذا البحث إلى توليف وتوصيفحفازضوئيالتيتانيوم مخدرالفناديوم.

كان طريق تركيب الحالة الصلبةردفعل صوتنة. اجريت خلطونهيق هاون في العقيق. درجة الحرارة٥٠٠ درجة تكررت لمرتين. طريقة صوتنة الرحوع إلىعلاج الموجات فوق الصوتية (ت = ٤٠ كيلوهرتز) بالموجات فوق الصوتية غيرمباشر في حمام التنظيف باستخدام السائل المتوسطة(أكواالتنقيه و الايثانول) إجراء توصيف هيكل باستخدام حيود الأشعة السينية والممتلكات الامتصاص وفجوة الطاقة الضوئية أجريت باستخدام الأشعة فوق الصوتية منتشرالا نعكاس فيس الطيفي.

لجميع عينة المنشطات، تظهرأنما طحيود الأشعة السينية فقطقمم التيتانيوم أناستازيالتيتانيوم مقارنة مع الطيف من تيتانيا النقي، با لاستعداد لوحظبشكل واضح في سلسلة V/TiO_2. تغييرفي كثافة الذروة والمعلمة الخلايا أيضا، مما يدل على إدماج الفاناديوم في شعرية المضيف التيتانيوم وكانت الفرقة فجوة الطاقة منعينات المنشطات أصغرمن التيتانيوم التيأشارت إلىأنعينة المنشطات يمكن أن تمتص ضوء مع طول موجي أكبر.الطاقة فجوة عصابة منعينة المنشطات ٣٪,$V-TiO_2$٠،٥٪,$V-TiO_2$٠،٧٪,$V-TiO_2$٠،على التوالي كانت ٣،٢٧٨ فولت،٣،٢٧٤فولت و٣،٢٧٤ فولت.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) merupakan salah satu sektor industri yang sedang berkembang di Indonesia. Jumlah unit usaha sektor ini terus bertambah tiap tahunnya. Asosiasi Pertekstilan Indonesia (API) mencatat hingga akhir tahun 2012, jumlah unit usaha TPT di Indonesia mencapai 2.886 unit dan jumlah ini naik menjadi 2.916 unit hingga akhir Februari 2013 (Mahandi, 2013). Perkembangan sektor industri ini 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.

Sebagian besar limbah zat warna berupa senyawa sintesis *non biodegradable*, beracun dan stabil terhadap pengaruh lingkungan seperti efek pH, suhu dan mikroba. Zat warna di lingkungan perairan akan menghalangi masuknya sinar matahari sehingga akan menghambat proses fotosintesis tumbuhan air (Namasivayam, *et al.,* 1998). Selain itu, zat warna juga dapat menyebabkan dermatitis alergika, iritasi kulit, kanker dan mutasi gen (Widjanarko, *et al.,* 2006). Beberapa zat warna yang biasa digunakan dalam industri tekstil adalah rhodamin B, metilen biru, metil oranye, eritrosin B.S. dan *crystal violet*. Senyawa-senyawa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ini dapat menyebabkan kerusakan ekosistem akuatik dengan gejala yang paling mudah diketahui adalah matinya organisme perairan (Al-Kdasi, 2004).

Ekosistem akuatik merupakan salah satu bagian penting dari lingkungan. Memelihara, mempertahankan, meningkatkan kelestarian lingkungan yang merupakan bagian dari bumi adalah tugas manusia sebagai makhluk yang ditunjuk oleh Allah sebagai wakil-Nya di bumi (*khalifatullah fi al 'ardh*), seperti yang disebutkan dalam al Quran surat Hud (11) ayat 61.

۞ وَإِلَىٰ ثَمُودَ أَخَاهُمْ صَٰلِحًا ۚ قَالَ يَٰقَوْمِ ٱعْبُدُوا۟ ٱللَّهَ مَا لَكُم مِّنْ إِلَٰهٍ غَيْرُهُۥ ۖ هُوَ أَنشَأَكُم مِّنَ ٱلْأَرْضِ وَٱسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَٱسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تُوبُوٓا۟ إِلَيْهِ ۚ إِنَّ رَبِّى قَرِيبٌ مُّجِيبٌ ﴿٦١﴾

Artinya :
"Dan kepada Tsamud (kami utus) saudara mereka shaleh. Shaleh berkata: "Hai kaumku, sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada bagimu Tuhan selain Dia. Dia telah menciptakan kamu dari bumi (tanah) dan menjadikan kamu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunan-Nya, kemudian bertobatlah kepada-Nya, Sesungguhnya Tuhanku Amat dekat (rahmat-Nya) lagi memperkenankan (doa hamba-Nya)." (QS Hud (11) : 61).

Membuang limbah berbahaya seperti limbah zat warna ke lingkungan perairan merupakan suatu tindakan yang menunjukkan ketidakamanahan manusia terhadap tugasnya sebagai *khalifatullah fi al 'ardh*. Oleh karena itu, pengolahan limbah zat warna untuk mengurangi bahayanya dan menjadikannya relatif aman bagi lingkungan perlu dilakukan sebagai bentuk pemeliharaan dan peningkatan kelestarian lingkungan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Terdapat beberapa metode pengolahan limbah zat warna hasil industri yang telah digunakan untuk mencegah dampak negatif dari limbah tersebut, diantaranya adalah lumpur aktif (Elias, 2001), adsorpsi oleh karbon aktif, filtrasi, koagulasi dan teknologi ozon (Lorimer, *et al*., 2001). Tingginya konsentrasi limbah dalam perairan menjadikan metode-metode tersebut tidak lagi efektif (Souther dan Alspaugh 1957; Hamza dan Hamoda, 1980). Metode adsorpsi kurang begitu efektif karena adsorbat yang terakumulasi di dalam adsorben yang pada akhirnya akan menimbulkan persoalan baru. Metode lumpur aktif memerlukan waktu yang cukup lama (Elias, 2001). Metode koagulasi (menggunakan tawas) membutuhkan biaya yang besar. Pada metode filtrasi, beberapa mol zat warna dapat melewati penyaring. Selain itu, metode koagulasi dan filtrasi juga dapat menyebabkan pembentukan lumpur beracun sebagai hasil sampingnya. Adapun teknologi ozon, pengolahan limbah zat warna dengan metode ini memang tidak membentuk lumpur beracun tetapi membutuhkan biaya yang besar (Byrappa, *et al.,* 2006). Ketidakefektifan metode-metode tersebut mendorong para saintis untuk mengembangkan metode alternatif yang lebih efektif dan efisien.

Saat ini, metode pengolahan limbah yang sedang dikembangkan adalah metode fotodegradasi dengan menggunakan material semikonduktor dan radiasi sinar ultra violet. Fotodegradasi adalah proses peruraian suatu senyawa (biasanya senyawa organik) dengan bantuan energi foton. Sebenarnya fotodegradasi dapat terjadi secara alami oleh adanya sinar matahari, namun reaksi ini berlangsung relatif lambat, karena intensitas cahaya UV yang sampai ke permukaan bumi relatif rendah (Dae-Hee, *et al.,* 1999 dan Al-Kdasi, 2004). Proses fotodegradasi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dapat dipercepat dengan menggunakan suatu fotokatalis. Penggunaan fotokatalis ini mempunyai beberapa kelebihan, diantaranya: (1) sifat oksidasinya kuat; (2) tidak membentuk senyawa baru yang beracun; (3) ikatan kimianya stabil terhadap cahaya; (4) tidak larut dalam air; dan (5) biayanya yang relatif lebih murah (Aliah, *et al.,* 2012). Material semikonduktor yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2.

Material TiO_2 banyak diaplikasikan sebagai fotokatalis dalam pemurnian air, udara dan permasalahan lingkungan yang lain seperti degradasi polutan organik. Hal ini karena TiO_2 memiliki stabilitas kimiawi yang baik, aktivitas fotokatalisis yang tinggi, harga relatif terjangkau dan juga memiliki tingkat toksisitas yang rendah (Eufinger, *et al.,* 2008). TiO_2 memiliki tiga fase struktur kristal, yaitu anatas, rutil, brukit. Akan tetapi hanya anatas dan rutil saja yang keberadaanya di alam cukup stabil dan memiliki sifat fotokatalis (Hoffmann, *et al.*, 1995). Fotoaktivitas semikonduktor TiO_2 dipengaruhi oleh morfologi, luas permukaan, kristanilitas dan ukuran partikel. Anatas diketahui sebagai kristal titania yang lebih fotoaktif daripada rutil. Hal ini dikarenakan energi pita celah TiO_2 jenis anatas yang lebih tinggi yaitu sebesar 3,2 eV sedangkan rutil sebesar 3,0 eV. Energi pita celah yang lebih tinggi akan menghasilkan luas permukaan aktif yang lebih besar sehingga menghasilkan fotoaktivitas yang lebih efektif (Fujishima, *et al.*, 1999). Meskipun demikian, karena lebih dari 96 % cahaya matahari mencapai bumi dalam daerah sinar tampak (*visible* λ = 400-600 nm) akibat filterisasi sinar UV dalam lapisan ozon (Wu dan Chen, 2004) menyebabkan penggunaan material TiO_2 sebagai fotokatalis masih dinilai belum cukup efisien karena hanya aktif

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pada 2 % spektrum sinar matahari. Oleh karena itu, berbagai penelitian telah dikembangkan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 pada daerah sinar tampak.

Beberapa pendekatan yang dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 pada daerah sinar tampak antara lain dengan doping TiO_2 yaitu menambahkan pengotor ke dalam material semikonduktor TiO_2, pengotor tersebut dapat berupa logam (Wang, 2012) atau non logam (Liu, 2005), *co-doped* yaitu doping lebih dari satu pengotor (Li, 2012 dan Choi, *et al.,* 2009), mengkompositkan TiO_2 dengan semikonduktor lain yang memiliki *band gap* lebih rendah seperti CdS (Hirai, 2001), atau dengan *sensitizing* TiO_2 dengan *dyes* seperti *thionine* (Chatterjee, 2001). Secara umum, doping material TiO_2 dengan logam dilaporkan dapat menggeser spektra serapan TiO_2 pada daerah sinar tampak (400-700 nm). Beberapa logam yang berpotensi untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 adalah vanadium, kromium, platinum, dan nikel (Choi, *et al.,* 2009). Doping TiO_2 dengan logam vanadium dapat meningkatkan serapan sinar dari daerah UV ke daerah sinar tampak (Choi, *et al*., 2009; Wu dan Chen, 2004; Thuy, *et al*., 2012) sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalisis. Choi, *et al.* (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.

Vanadium memiliki beberapa bilangan/keadaan oksidasi (umumnya, V^{3+}, V^{4+} dan V^{5+}) yang dapat memberikan pengaruh pada struktur dan morfologi TiO_2. Bhatti, *et al*. (2013) mengestimasi dalam laporan penelitiannya bahwa doping V^{5+}

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pada kisi TiO_2 dapat menyebabkan pengurangan ukuran kristal karena V^{5+} memiliki ukuran yang lebih kecil, perubahan morfologi dan peningkatan pertumbuhan kristal TiO_2 pada bidang tertentu.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium dengan variasi konsentrasi dopan vanadium untuk melihat pengaruhnya terhadap struktur dan energi *band gap*nya. Material V-TiO_2 disintesis dengan metode reaksi padatan-sonikasi. Material yang dihasilkan dengan metode reaksi padatan dilaporkan memiliki kualitas (kemurnian) dan kuantitas (jumlah) yang lebih baik dibandingkan metode sol-gel atau kopresipitasi (Idayati, 2008). Adapun proses sonikasi telah banyak digunakan untuk memberikan efek fisika berupa kavitasi yang dapat menghasilkan material berukuran nano (Hielscher, 2005).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dapat dirumuskan permasalahan yaitu bagaimana pengaruh doping vanadium (V) terhadap karakter struktur, daerah serapan sinar, dan energi *band gap* material TiO_2 yang disintesis dengan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh doping vanadium (V) terhadap karakter struktur, daerah serapan sinar, dan energi *band gap* material TiO_2 yang disintesis dengan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.4 Batasan Masalah

Batasan permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Metode sintesis yang digunakan adalah kombinasi reaksi padatan-sonikasi, yaitu material dipreparasi dengan metode reaksi padatan terlebih dahulu kemudian dilanjutkan dengan sonikasi.
2. Persentase dopan yang ditambahkan adalah 0,3 ; 0,5 dan 0,7 %
3. Karakterisasi struktur dilakukan dengan instrumen XRD dan analisis daerah serapan sinar serta *band gap* dilakukan dengan metode spektroskopi UV-VIS *Diffuse Reflectance.*

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan :

1. Memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat dan peneliti tentang karakter material (struktur, daerah serapan sinar dan energi *band gap*) TiO_2 dengan doping vanadium (V) yang disintesis menggunakan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi yang dapat membantu pengembangan ilmu dan teknologi material mengenai karakteristik dan desain material fotokatalis TiO_2 pada reaksi degradasi polutan organik.
2. Memberikan konsep/pola baru dalam desain material fotokatalis yang dapat digunakan untuk reaksi degradasi polutan organik. Konsep ini dapat memberikan sumbangan kepada ilmu dasar kimia, khususnya bidang material dan fotokatalisis serta sumbangan informasi kepada masyarakat atau peniliti di bidang kimia lingkungan sebagai sumber alternatif dalam pemurnian air atau media lain dari polutan organik.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

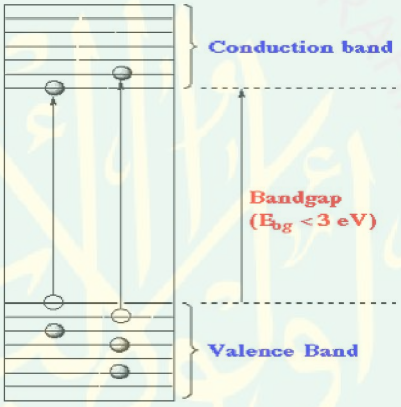
2.1 Semikonduktor TiO_2 sebagai Material Fotokatalis

Fotokatalisis merupakan suatu kombinasi antara fotoreaksi dan katalis, dimana suatu fotoreaksi dipercepat oleh kehadiran katalis (Castellote dan Bengtsson, 2011). Fotoreaksi adalah suatu reaksi yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Adapun katalis adalah suatu substansi yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia tetapi tidak dikonsumsi sebagaimana reaktan, dengan kata lain, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis adalah sama. Reaksi fotokatalitik (reaksi yang berdasar pada fotokatalisis) dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, sedangkan reaksi katalitik jenis konvensional, aktivasi katalis dilakukan secara termal (Afrozi, 2010). Katalis yang berperan dalam fotokatalisis disebut fotokatalis.

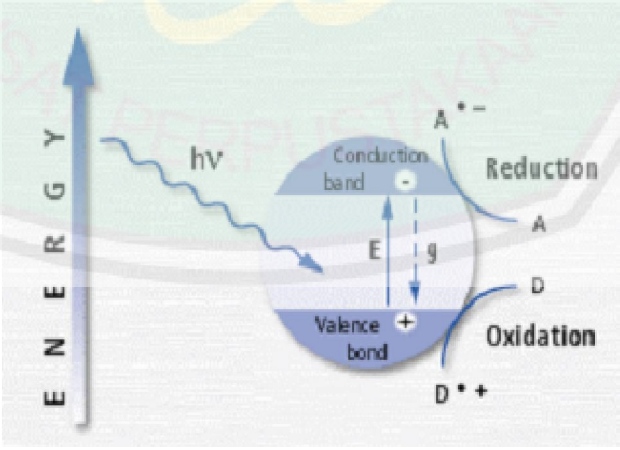
Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang atau energi sela pita (*band gap energi*). Berdasarkan pengertian ini, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki *band gap* tersebut yang terletak di antara batas pita konduksi dan pita valensi (Gambar 2.1). Semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalgonide* (oksida : TiO_2, ZnO, ZrO, CeO_2 atau sulfida: ZnS, CdS) (Afrozi, 2010). Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dipahami dengan penjelasan seperti ditunjukkan oleh

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gambar 2.2. Jika suatu semikondutor dikenai cahaya (*hυ*) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau di dalam partikel *bulk*. Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikondutor. Dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001).



Gambar 2.1 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)



Gambar 2.2 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Jadi, pada proses fotoeksitasi dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada peristiwa ini adalah (Afrozi, 2010) :

$$\text{Semikonduktor} + h\upsilon \rightarrow (e_{CB}^{-} + h_{VB}^{+}) \qquad (2.1)$$

Ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pasangan elektron-*hole* yang terbentuk, yaitu (Afrozi, 2010) :

1. Sebagian pasangan berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*).
2. Pasangan elektron-*hole* berekombinasi di permukaan (*surface recombination*) atau pada bulk partikel hanya dalam waktu beberapa nanodetik(energi hilang sebagai panas). Reaksi rekombinasi pasangan elektron-*hole* dapat dituliskan sebagai berikut:

   $$\text{Semikonduktor} (e_{CB}^{-} + h_{VB}^{+}) \rightarrow \text{Semikonduktor} + \textit{heat} \qquad (2.2)$$

3. Pasangan elektron-*hole* masing-masing dapat bereaksi dengan spesies donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal hidroksil. Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:

   $$h\upsilon + \text{semikonduktor} \rightarrow e^{-} + h^{+} \qquad (2.3)$$

   $$A\ (ads) + e^{-} \rightarrow A^{-}\ (ads) \qquad (2.4)$$

   $$D\ (ads) + h^{+} \rightarrow D^{+}(ads) \qquad (2.5)$$

Energi pita valensi dan pita konduksi semikonduktor akan mengontrol kemampuan transfer muatan yang diawali oleh radiasi molekul teradsorpsi pada

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

permukaan semikonduktor. Molekul penerima muatan (akseptor) harus memiliki tingkat potensial yang lebih positif (terletak lebih di bawah pada kurva energi potensial) daripada tingkat energi potensial pita konduksi semikonduktor. Sedangkan untuk molekul donor muatan harus memiliki tingkat potensial yang lebih negatif (lebih atas pada kurva energi potensial) daripada tingkat potensial pita valensi semikonduktor tersebut (Afrozi, 2010).

Material semikonduktor yang banyak digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2. Fotokatalis TiO_2 merupakan semikonduktor yang memiliki berbagai keunggulan yaitu antara lain, memiliki kestabilan yang tinggi ketika terekspos senyawa asam atau basa, tidak beracun, harga yang relatif murah, oksidator yang baik (Castellote dan Bengtsson, 2011), potensial redoks dari pasangan H_2O/*OH (-2,8 eV) berada pada energi *band gap* TiO_2 (Eufinger, *et al*., 2008) ketahanan terhadap korosi, dan ketersediaan yang melimpah di alam (Radecka, 2008).

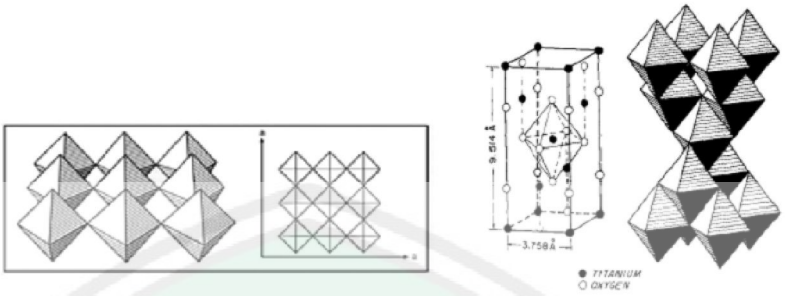
Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas TiO_2 sebagai fotokatalis adalah bentuk kristalnya (Tjahjanto, 2001). Tipe struktur yang berbeda akan memberikan sifat material yang berbeda sehingga tipe struktur merupakan faktor penting dalam berbagai aplikasi material TiO_2. Semikonduktor TiO_2 dilaporkan memiliki 3 jenis polimorf struktur yaitu anatas, rutil dan brukit. Struktur kristal brukit sulit untuk dipreparasi sehingga biasanya hanya struktur kristal rutil dan anatas yang umum digunakan pada reaksi fotokatalitik. Secara fotokatalitik, struktur anatasmenunjukkan aktivitas yang lebih baik dari segi kereaktifan dibandingkan dengan struktur rutil. Struktur anatas merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

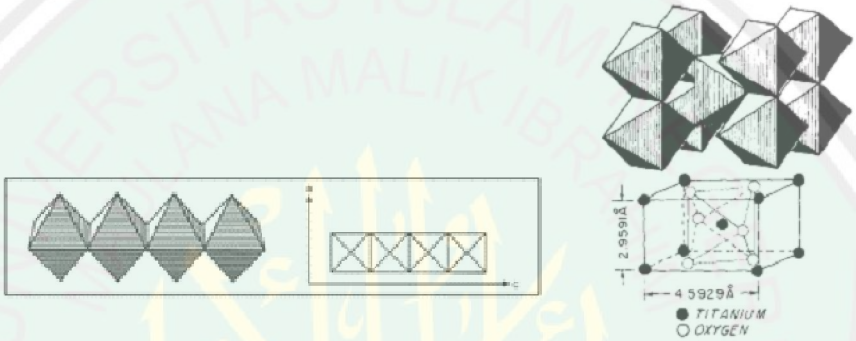
ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan struktur rutil dan struktur ini muncul pada rentang suhu pemanasan senyawa titanium 400-650 ^{o}C. Selain itu energi *band gap* anatas lebih besar daripada rutil sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Licciuli, 2002). Gambaran struktur anatas dan rutil dapat dilihat pada Gambar 2.3 dan 2.4. Perbedaan umum di antara kedua bentuk kristal dapat dilihat di Tabel 2.1.

Struktur anatas dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO_6. Struktur kedua kristal dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola susunan rantai oktahedronnya (Gambar 2.3 dan 2.4) setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam atom O^{2-}. Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi ortorhombik, sedangkan oktahendron pada anatas memperlihatkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri (Leisenberg, *et al.,* 1995). Jarak Ti-Ti pada anatas 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 anatas dan 1,946 Å dan 1,983 Å untuk rutil) (Diebold, 2003). Pada rutil setiap oktahedronnya mengalami kontak dengan 10 oktahedron tetangganya, sedangkan pada anatas 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 (Leisenberg, *et al.,* 1995). Yaitu anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil. Besar *band gap* yang dimiliki pun menjadi berbeda, pada anatas besar rentang energinya adalah 3,3 eV sedangkan rutil 3,1 eV.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.3 Struktur kristal anatas TiO_2 (Licciulli, 2002)



Gambar 2.4 Struktur kristal rutil TiO_2 (Licciulli, 2002)

Tabel 2.1 Perbandingan struktur kristal TiO_2 anatas dan rutil

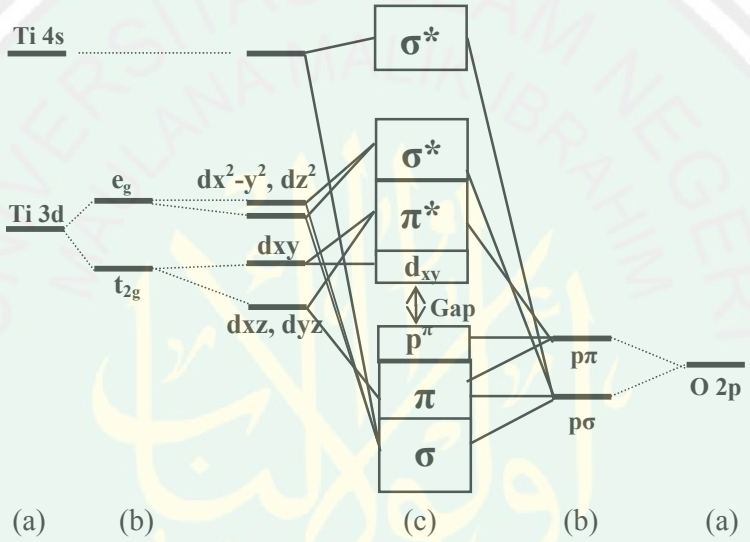
Faktor perbedaan	Anatas	Rutil
Energi *band gap* (Eg), eV	3,3	3,1
Massa jenis (ρ), gr/cm^3	3,894	4,250
Jarak Ti-Ti, Å	3,79 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O, Å	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1980
Parameter kisi, Å	a = 3,784 c = 9,515	a = 4,593 c = 2,959

Sumber : Leisenberg, *et al.* (1995)

TiO_2 anatas mengkristal dalam kisi kristal tetragonal berpusat badan yang terdiri dari empat tepi yang saling terdistorsi oktahedral (Gambar 2.3). Simetri di sekitar daerah kation adalah D_2d. Menurut teori medan kristal, keadaan 5 orbital *degenerate* Ti^{4+} 3d mengalami pemisahan menjadi keadaan e_g dan t_{2g}, sedangkan orbital 2p dari atom O terpisah menjadi orbital p_σ dan p_π yang masuk dan keluar bidang Ti_3O secara berurutan (Gambar 2.5). Keadaan orbital p_σ atom O dan orbital

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$3d_{x^2-y^2}$, $3d_{z^2}$ atom Ti^{4+} dari ikatan σ berada pada daerah energi yang rendah dari pita valensi dan orbital σ* antibonding berada pada energi yang lebih tinggi pada pita konduksi, daerah yang memiliki energi sedang dari pita valensi dan pita konduksi terbentuk ikatan lemah antara keadaan O p_π dan Ti $3d_{xz}$, $3d_{yz}$ serta mendapatkan konstribusi kecil dari O p_σ non bonding pita konduksi minimum terdiri dari keadaan Ti_3d_{xy} (Peng, *et al.,* 2008).



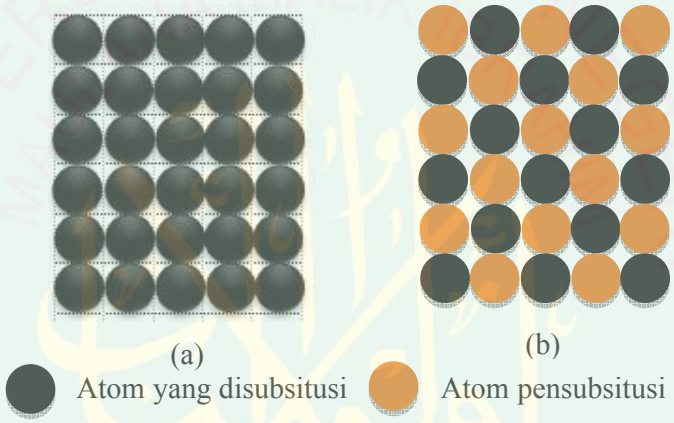
Gambar 2.5 Diagram orbital TiO_2 anatas, (a) tahap atomik; (b) tahap pemisah bidang kristal; (c) tahap akhir (Peng, *et al.*, 2008)

2.2 Pengaruh Doping Logam terhadap Struktur dan Aktivitas Fotokatalisis TiO_2

Doping atau penambahan pengotor ke dalam struktur material semikonduktor TiO_2 dengan berbagai jenis logam dapat mempengaruhi karakteristik struktur, morfologi dan fotoaktivitas material TiO_2. Logam yang dapat bertindak sebagai dopan potensial antara lain Fe, V, Cr, Ni dan Pt (Choi, *et al.,* 2009). Dopan logam tersebut dapat membentuk larutan padat substitusi atau interstisi dengan TiO_2 bergantung pada ukuran dan tingkat oksidasi ion logam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

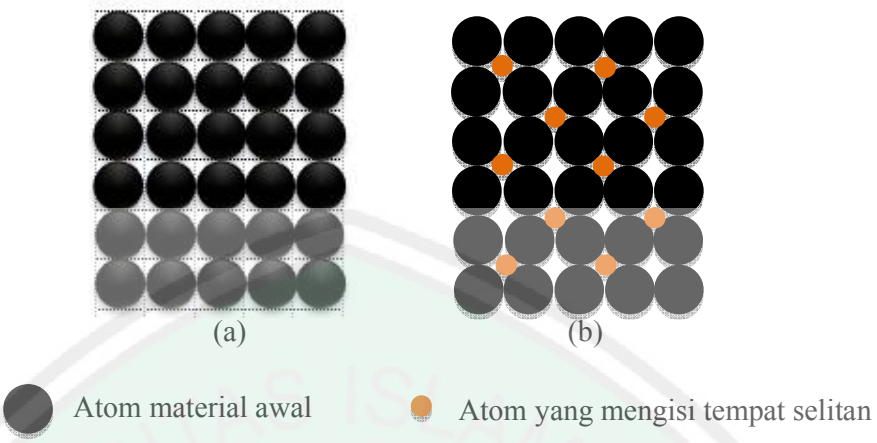
Pada larutan padat subsitusi (Gambar 2.6), sebagian atom dalam struktur suatu material digantikan oleh satu atau lebih atom lain. Adapun pada larutan pada intertisi (Gambar 2.7), tempat selitan yang terdapat pada struktur material diisi oleh atom lain. Larutan padat subsitusi dapat terjadi apabila perbandingan jari-jari atom pengganti dengan atom yang digantikan tidak lebih dari 15 % sedangkan larutan padat intertisi dapat terjadi apabila jari-jari atom yang ingin dimasukkan sama atau lebih kecil dari ukuran tempat selitan (Effendy, 2010).



Gambar 2.6 Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah susbsitusi atom (a) susunan atom awal (b) susunan atom pada larutan padat subsitusi (Effendy, 2010)

Ion V^{5+} dapat mensubstitusi Ti^{4+} pada kisi kristal karena jari-jari ion yang mirip dengan ion Ti^{4+} (V^{5+}= 0,68 Å dan Ti^{4+} = 0,745 Å) dengan perbedaan jari-jari ion sebesar 8,725 %. Doping TiO_2 dengan logam vanadium dapat meningkatkan serapan sinar dari daerah UV kedaerah sinar tampak (Choi, *et al*., 2009; Wu dan Chen, 2004; Thuy, *et al*., 2012) sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalisis.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.7 Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah intertisi atom (a) susunan atom awal (b) susunan atom pada larutan padat intertisi (Effendy, 2010)

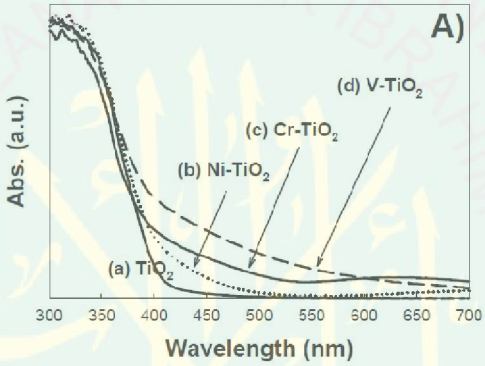
Pada Gambar 2.8 dapat dilihat bahwa TiO_2 anatas tanpa doping menghasilkan batas serapan UV-Vis pada 400 nm (~3,1 eV), Ni-TiO_2 dan Cr-TiO_2 menghasilkan perluasan spektra antar 400-500 nm sedangkan V-TiO_2 menghasilkan perluasan spektra yang paling besar yaitu antara 400-700 nm. Berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa doping dengan vanadium menghasilkan perluasan spektra yang paling lebar sehingga diharapkan memberikan aktivitas fotokatalisis yang lebih efisien. Vanadium memiliki beberapa bilangan/keadaan oksidasi (umumnya, V^{3+}, V^{4+} dan V^{5+}) yang dapat memberikan pengaruh pada struktur dan morfologi TiO_2. Bhatti, *et al.* (2013) mengestimasi bahwa doping V^{5+} pada kisi TiO_2 dapat menyebabkan pengurangan ukuran kristal, perubahan morfologi dan peningkatan pertumbuhan kristal TiO_2 pada bidang tertentu.

Secara umum, proses fotokatalisis pada semikonduktor TiO_2 telah dijelaskan pada Gambar 2.1. Fakta bahwa doping TiO_2 dengan logam dapat mengubah

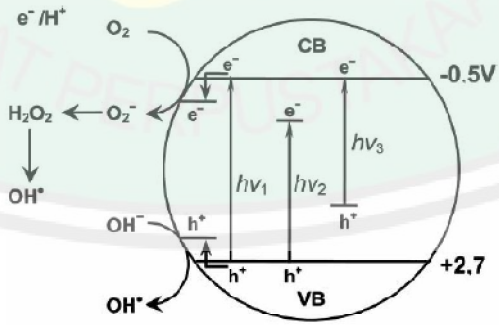
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

spektra serapan dapat dilihat pada Gambar 2.8. Aktivitas fotokatalisis TiO_2 pada daerah sinar tampak disebabkan adanya tingkat energi baru pada *band gap* TiO_2 dengan adanya logam yang terdispersi pada matrik TiO_2. Mekanisme aktivitas fotokatalitik TiO_2 dengan doping logam dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Elektron dapat dieksitasi ke tingkat energi baru dengan panjang gelombang hv_2 atau hv_3 dengan tingkat energi yang dengan panjang gelombang yang lebih besar dari panjang gelombang TiO_2 tanpa doping (hv_1).



Gambar 2.8 Spektra UV-Vis TiO_2, doping Ni-TiO_2, Cr-TiO_2 dan V-TiO_2 (Choi, *et al.*, 2009)



Gambar 2.9 Mekanisme aktivitas fotokatalisis TiO_2 : hv_1 (TiO_2 tanpa doping), hv_2 (TiO_2 dengan doping logam) dan hv_3 (TiO_2 dengan doping non logam) (Zaleska, 2008)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis fotokatalis TiO_2 dengan variasi konsentrasi dopan vanadium untuk melihat pengaruhnya terhadap struktur, daerah serapan dan energi *band gap* material fotokatalis.

2.3 Metode Reaksi Padatan Sonikasi untuk Preparasi Fotokatalis TiO_2

Metode reaksi padatan sonikasi terdiri dari metode reaksi padatan dan metode sonikasi. Dalam pelaksanaannya, material dipreparasi dengan metode reaksi padatan terlebih dahulu kemudian dilanjutkan dengan sonikasi.

2.3.1 Metode Reaksi Padatan

Reaksi fasa padat merupakan metode yang paling banyak digunakan dalam mensintesis bahan anorganik. Dalam reaksi kimia padat, terjadi proses difusi yang melibatkan pemanasan antara campuran dua padatan atau lebih untuk membentuk suatu padatan baru (Ismunandar, 2006). Metode ini biasanya menggunakan suhu yang tinggi bahkan mencapai 1000-1500 °C. Suhu ini dipilih karena dalam kenyataannya padatan-padatan tidak akan bereaksi pada suhu kamar.

Suhu yang digunakan pada reaksi padatan umumnya lebih besar dibandingkan suhu Tamman reaktan terkait mobilitas ion dalam suatu kisi oksida (Haber, *et al.,*1995). Pada suhu tersebut suatu padatan memiliki 70 % kebebasan vibrasinya sehingga memungkinkan difusi ke dalam kisi padatan lain (Anandprakash, 1998). Suhu Tamman reaktan dapat dihitung dengan membagi dua titik leleh dari reaktan tersebut. Berikut adalah suhu Tamman dari beberapa oksida logam:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Tabel 2.2 Suhu Tamman beberapa oksida logam

Oksida Logam	Titik Leleh (K)	Suhu Tamman (K)
V_2O_5	963	482
MoO_3	1068	534
Bi_2O_3	1098	549
CuO	1599	780
WO_3	1745	873
Fe_2O_3	1838	919
TiO_2	2128	1064
ZnO	2248	1124
NiO	2257	1129
Cr_2O_3	2538	1269

Sumber : Ross, 2012

Gambar 2.10 menunjukkan reaksi antarmuka reaktan pada pembentukan $MgAl_2O_4$ dengan metode reaksi padatan. Daerah berwarna biru muda merupakan daerah antarmuka dimana difusi ion-ion reaktan terjadi. Daerah antar muka terbentuk setelah pemberian sejumlah besar panas pada campuran padatan reaktan. Pada akhirnya, produk akan ditemukan pada daerah ini.

Laju reaksi dalam reaksi kimia padat dipengaruhi oleh (Ismunandar, 2006):

1. Luas area kontak antara permukaan padatan pereaksi

Laju reaksi dalam reaksi kimia padatan dapat diperbesar dengan memperluas area kontak antara permukaan padatan pereaksi. Hal ini bisa dilakukan dengan memperkecil ukuran atau dengan membuat pelet dari campuran berbagai pereaksi.

2. Laju nukleasi fasa produk

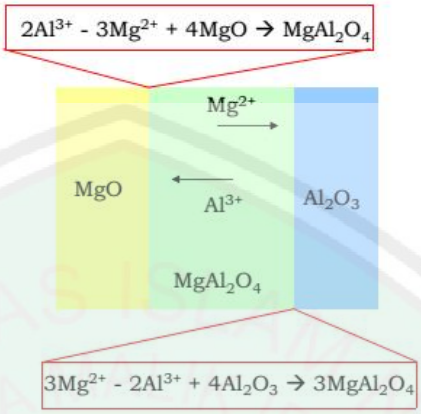
Laju nukleasi atau pembentukan inti dapat ditingkatkan dengan menggunakan reaktan yang memiliki struktur kristal yang mirip dengan struktur kristal produk.

3. Laju difusi ion-ion pada pembentukan produk

Laju difusi ion-ion dapat diperbesar dengan meningkatkan temperatur dan memasukkan cacat atau defek. Defek dapat dimasukkan dengan memulai reaksi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dengan reagen yang terdekomposisi dulu sebelum atau selama bereaksi.



Gambar 2.10 Ilustrasi reaksi antarmuka reaktan pada pembentukan $MgAl_2O_4$ (West, 1999)

2.3.2 Metode Sonikasi

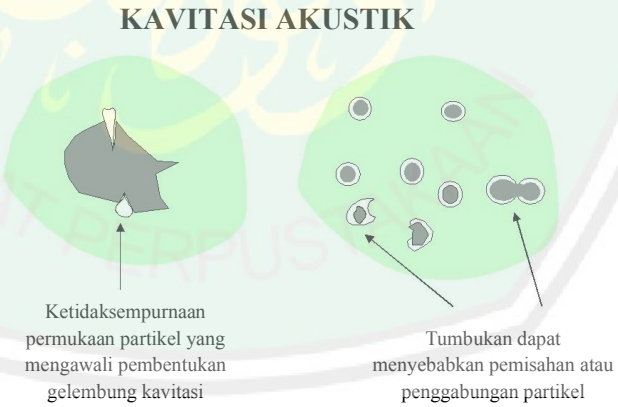
Sonikasi merupakan proses kimia menggunakan teknologi suara dengan frekuensi 20 kHz-10 MHz. Dalam prosesnya, gelombang ultrasonik dengan rentang frekuensi 20 KHz-10 MHz ditembakkan ke dalam medium cair untuk menghasilkan gelembung kavitasi yang dapat membuat partikel memiliki diameter dalam skala nano (Suslick dan Price, 1999).

Gelombang ultrasonik bila berada di dalam medium cair akan dapat menimbulkan kavitasi akustik. Selama proses kavitas akan terjadi *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung), yaitu pecahnya gelembung kecil akibat suara. Akibatnya akan terjadi peristiwa *hotspot* yang melibatkan energi yang sangat tinggi. *Hotspot* adalah pemanasan lokal yang sangat intens yaitu sekitar 5000 K dengan tekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginannya bisa sangat cepat yaitu 1010 K/s (Suslick dan Price, 1999).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Ilustrasi dari reduksi ukuran partikel material akibat gelembung kavitasi ditunjukkan oleh Gambar 2.11. Kavitasi akustik dapat menghasilkan efek dramatis pada partikel dalam cairan. Ketidaksempurnaan permukaan partikel atau gas yang terperangkap dapat bertindak sebagai awal pembentukan gelembung kavitasi pada permukaan partikel. Apabila gelembung ini pecah akibat tekanan dan suhu tinggi maka akan dihasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas. Energi kinetik yang besar inilah yang kemudian menyebabkan partikel terpecah menjadi berukuran kecil/nano.

Mandzy (2005) melaporkan bahwa 3 jenis nanobubuk TiO_2 komersial (anatas dan rutil (Nanostructured & Amorphous Materials, Inc) ; Degussa) yang teraglomerasi dengan ukuran masing-masing 1530; 1500 dan 1020 nm dapat berkurang ukurannya menjadi 300; 250 dan 230 nm setelah diultrasonikasi dengan frekuensi ultrasonik 24 kHz dan energi spesifik 1.E+05,28 kJ/m^3.



Gambar 2.11 Ilustrasi pengecilan ukuran partikel akibat kavitasi akustik (*Sonochemistry centre*, 2007)

Istighfarini (2013) melakukan sintesis semikonduktor $SrTiO_3$ yang biasa digunakan sebagai fotokatalis dengan metode reaksi padatan dan kombinasi reaksi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

padatan-sonikasi. Kedua metode tersebut menghasilkan $SrTiO_3$ dengan pola difraksi yang sama namun ukuran partikel yang berbeda. Metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi menghasilkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil (Metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi = 39,47 nm ; metode reaksi padatan = 52,77 nm).

Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa pemberian perlakuan ultrasonik dapat menghasilkan ukuran partikel yang kecil. Ukuran partikel yang kecil merupakan salah satu syarat efektifnya semikonduktor sebagai fotokatalis. Sehingga dengan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi dapat diharapkan suatu fotokatalis yang memiliki aktivitas katalisis yang lebih baik.

2.4 Karakterisasi Material V-TiO_2

Karakterisasi material V-TiO_2 bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat spesifik material. Data-data ini digunakan untuk menganalisa karakteristik material V-TiO_2 yang telah disintesis. Karakterisasi material fotokatalis yang digunakan pada penelitian ini adalah karakterisasi struktur dengan XRD dan analisis daerah serapan sinar serta energi *band gap* dengan spektroskopi UV Vis *diffuse reflectance*.

2.4.1 Identifikasi Struktur dengan *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan pendekatan Bragg (Aji, *et al.,* 2009). Berdasarkan pendekatan Bragg, kristal dipandang terdiri

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

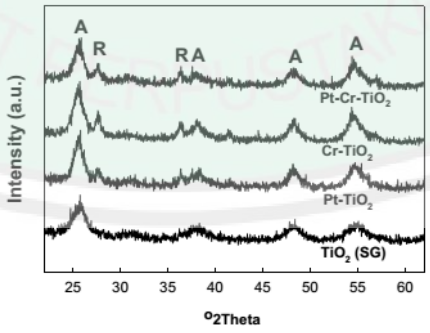
dari bidang-bidang datar yang masing-masing berfungsi sebagai cermin semi transparan. Jika sinar-X ditembakkan pada tumpukkan bidang datar tersebut, maka beberapa akan dipantulkan dengan sudut pantul yang sama dengan sudut datangnya, sedangkan sisanya diteruskan. Persamaan Bragg adalah sebagai berikut (West, 1999) :

$$n.\lambda = 2.d.\sin\theta \qquad (2.6)$$

dengan:

λ : panjang gelombang sinar-X yang digunakan
d : jarak antara dua bidang kisi
θ : sudut antara sinar datang dengan bidang normal, dan
n : bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan.

Setiap material akan memberikan pola difraksi yang berbeda. TiO_2 anatas murni dengan TiO_2 anatas yang diberi perlakuan juga akan memberikan pola difraksi yang berbeda, sehingga pengaruh perlakuan terhadap suatu material dapat diketahui dari pola difraksinya. Seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 2.12. Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa TiO_2 yang didoping oleh logam platinium, kromium dan platinum-kromium memberikan pola difraksi yang berbeda.



Gambar 2.12 Perbandingan difraktogram TiO_2, Pt-TiO_2, Cr-TiO_2, dan Pt-Cr-TiO_2 (Choi, *et al.*, 2009)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dari difraktogram ini dapat diasumsikan bahwa material-material tersebut akan memiliki sifat yang berbeda dan apabila digunakan sebagai fotokatalis, maka aktivitas fotokatalisisnya akan berbeda.

2.4.2 Analisis Daerah Serapan Sinar dan Energi *Band Gap* dengan Spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflectance*

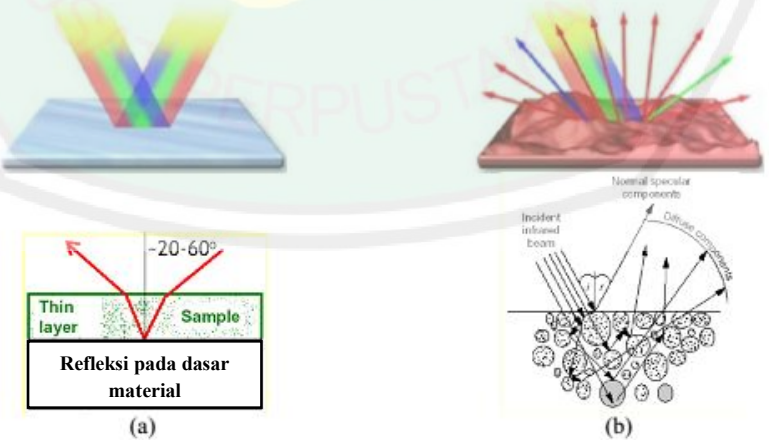
Doping material TiO_2 dengan logam dilaporkan dapat menggeser spektra serapan TiO_2 pada daerah sinar tampak. Hal ini disebabkan oleh adanya tingkat energi baru pada *band gap* TiO_2 dengan adanya logam yang terdispersi pada matrik TiO_2. Energi *band gap* yang dimiliki oleh TiO_2 setelah didoping dapat diketahui dengan metode spektrofotometri UV Vis *diffuse reflectance.*

Spektrofotometri UV Vis *diffuse reflectance* adalah salah satu jenis spektroskopi reflaktans yang menggunakan sinar pada daerah UV dan *visible* (tampak) sebagai sinar datang (*incident light)*. Analisis dengan spektroskopi reflaktans didasarkan pada pengukuran sinar yang direfleksikan oleh objek. Refleksi adalah pemantulan radiasi oleh permukaan benda tanpa mengalami perubahan panjang gelombang. Refleksi dapat terjadi pada sampel padat maupun cair. Refleksi dapat terjadi secara spekular dan difusi (Gambar 2.13). Spekular (regular) adalah refleksi yang mana sudut datang sama dengan sudut pantul, refleksi ini biasanya terjadi pada objek dengan permukaan yang halus (seperti cermin). Difusi adalah refleksi yang mana sudut datang tidak sama dengan sudut pantul, refleksi ini biasanya terjadi pada objek dengan permukaan kasar dan cenderung memantulkan cahaya ke segala arah (Fatkhiyah, 2013).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

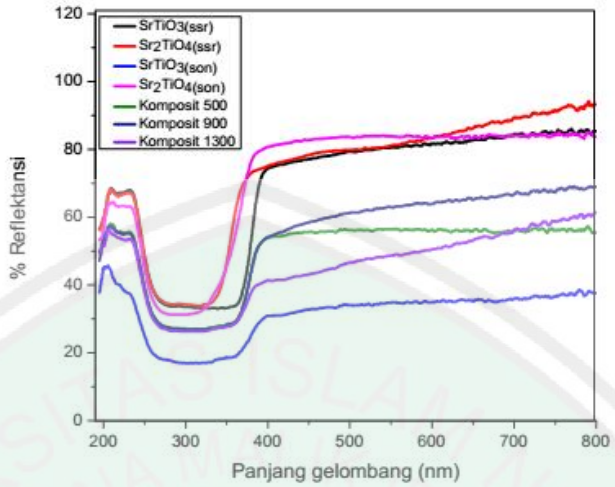
Setiap permukaan benda mengalami refleksi difusi dan spekular. Sebagian besar permukaan lebih banyak mengalami refleksi spekular, namun sebagian mengalami refleksi difusi. Refleksi spekular meningkat sebanding dengan makin mengkilap (*gloss*) dan halusnya suatu permukaan yang dikenai berkas sinar.

Sampel yang digunakan pada percobaan spektroskopi reflektansi berupa padatan yang tebal sehingga intensitas yang datang akan seluruhnya diserap atau dipantulkan. Gambar 2.14 menunjukkan contoh spektra hasil analisis dengan spektrofotometri UV Vis *diffuse reflectance*. Sumbu Y pada spektra mununjukkan persentase reflektansi (% R) yang diperoleh melalui persamaan (2.7). Energi *band gap* sampel ditentukan dari spektra tersebut dengan membuat plot antara antara $(h\nu A)^{n/2}$ (sebagai sumbu Y) vs energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu X). Dimana A merupakan absorbansi yang nilainya adalah log (1/R), sedangkan energi foton bisa dihitung dari data panjang gelombang, dimana E (eV) = 1240/λ. Nilai n yang digunakan untuk material TiO_2 adalah 4 karena TiO_2 termasuk semikonduktor yang memiliki celah pita tidak langsung (*indirect band gap*) (Valencia, *et al.* 2010



Gambar 2.13 (a) Refleksi spekular (b) refleksi difusi (Fatkhiyah, 2013)

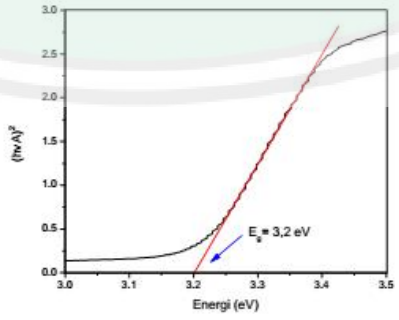
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 2.14 Spektra *diffuse reflectance* (Istighfarini, 2013)

Peningkatan yang tajam pada $(h\nu A)^2$ untuk sampel analisis merupakan data penting yang dapat digunakan untuk menentukan besarnya celah pita energi. Hal ini dilakukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaan linearnya. Dari persamaan linear selanjutnya dicari nilai x ketika y = 0. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi (Istighfarini, 2013). Contoh penentuan celah pita energi ini disajikan pada Gambar 2.15).

$$\%R_\lambda = \left(\frac{S_\lambda - D_\lambda}{R_\lambda - D_\lambda}\right) \text{x } 100\ \% \qquad \ldots (2.7)$$



Gambar 2.15 Contoh penentuan energi *band gap* sampel (Istighfarini, 2013)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.5 Pencemaran Lingkungan Air dalam Perspektif Islam dan Usaha Penanggulangannya

Salah satu manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi ilmiah kepada masyarakat atau peneliti yang mempunyai disiplin ilmu kimia bidang kimia lingkungan tentang metode alternatif dalam pemurnian air atau media lain dari limbah zat warna. Seperti yang telah disinggung sebelumnya, limbah zat warna industri tekstil berpotensi mencemari lingkungan khususnya lingkungan perairan. Usaha pencegahan terhadap pencemaran lingkungan perairan tersebut harus dilakukan karena air memiliki posisi yang sangat vital dan islam telah membuat proteksi yang sangat tegas terhadap air. Al Quran dalam surah al Anbiya' (21) ayat 30 menyebutkan bahwa air adalah sumber kehidupan

وَجَعَلْنَا مِنَ ٱلْمَآءِ كُلَّ شَىْءٍ حَىٍّ ۖ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ ﴿٣٠﴾

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

Muhammad (2007) dalam Abdullah (2010) menafsirkan makna dari ayat tersebut bahwa semua makhluk hidup (manusia, hewan dan tumbuhan) dapat hidup dengan air yang Allah turunkan dari langit. Air merupakan unsur yang sangat penting bagi kehidupan makhluk hidup. Banyak surah dalam al Quran yang mengandung penegasan tentang posisi vital air bagi kehidupan, salah satunya adalah surah Fushilat (41) ayat 39.

وَمِنْ ءَايَـٰتِهِۦٓ أَنَّكَ تَرَى ٱلْأَرْضَ خَـٰشِعَةً فَإِذَآ أَنزَلْنَا عَلَيْهَا ٱلْمَآءَ ٱهْتَزَّتْ وَرَبَتْ ۚ إِنَّ ٱلَّذِىٓ أَحْيَاهَا لَمُحْىِ ٱلْمَوْتَىٰٓ ۚ إِنَّهُۥ عَلَىٰ كُلِّ شَىْءٍ قَدِيرٌ ﴿٣٩﴾

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

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).

Keberadaan air yang sangat penting ini mengharuskan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya secara lestari agar kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya dapat terjamin dalam jangka panjang dan berkesinambungan. Konsep *khalifatullah fi al 'ardh* tidak hanya berkaitan dengan masalah teologi dan politik, tetapi juga terkait dengan masalah lingkungan (Abdullah, 2010) seperti yang terdapat pada surat Fathir (35) ayat 39.

هُوَ ٱلَّذِى جَعَلَكُمۡ خَلَٰٓئِفَ فِى ٱلۡأَرۡضِۚ فَمَن كَفَرَ فَعَلَيۡهِ كُفۡرُهُۥۖ وَلَا يَزِيدُ ٱلۡكَٰفِرِينَ كُفۡرُهُمۡ عِندَ رَبِّهِمۡ إِلَّا مَقۡتًاۖ وَلَا يَزِيدُ ٱلۡكَٰفِرِينَ كُفۡرُهُمۡ 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)

Ayat ini menegaskan bahwa Allah menjadikan manusia sebagai khalifah di muka bumi yang dapat diartikan sebagai penguasa. Manusia diberi kemampuan untuk memanfaatkan alam ini dengan sebaik-baiknya guna kesejahteraan hidupnya (Anonimous, 2007). Abdullah (2010) menyatakan bahwa kata *khala'if* pada ayat tersebut menjelaskan posisi manusia dalam kaitannya dengan Allah dan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

lingkungan. Sikap-sikap *kufr* disebutkan sebagai sikap yang beresiko pada timbulnya kerugian lingkungan. Membuang limbah berbahaya seperti limbah zat warna ke lingkungan perairan merupakan suatu tindakan yang menunjukkan bahwa manusia tidak menjalankan salah satu tugasnya sebagai *khalifatullah fi* ***al*** *'ardh* yaitu menjaga kelestarian lingkungan.

حَدَّثَنَا أَبُو بَكْرِ بْنُ أَبِي شَيْبَةَ وَأَبُو عَامِرٍ الْأَشْعَرِيُّ وَمُحَمَّدُ بْنُ الْعَلَاءِ وَاللَّفْظُ لِأَبِي عَامِرٍ قَالُوا حَدَّثَنَا أَبُو أُسَامَةَ عَنْ بُرَيْدٍ عَنْ أَبِي بُرْدَةَ عَنْ أَبِي مُوسَى عَنْ النَّبِيِّ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ قَالَ إِنَّ مَثَلَ مَا بَعَثَنِي اللَّهُ بِهِ عَزَّ وَجَلَّ مِنْ الْهُدَى وَالْعِلْمِ كَمَثَلِ غَيْثٍ أَصَابَ أَرْضًا فَكَانَتْ مِنْهَا طَائِفَةٌ طَيِّبَةٌ قَبِلَتْ الْمَاءَ فَأَنْبَتَتْ الْكَلَأَ وَالْعُشْبَ الْكَثِيرَ وَكَانَ مِنْهَا أَجَادِبُ أَمْسَكَتْ الْمَاءَ فَنَفَعَ اللَّهُ بِهَا النَّاسَ فَشَرِبُوا مِنْهَا وَسَقَوْا وَرَعَوْا وَأَصَابَ طَائِفَةً مِنْهَا أُخْرَى إِنَّمَا هِيَ قِيعَانٌ لَا تُمْسِكُ مَاءً وَلَا تُنْبِتُ كَلَأً فَذَلِكَ مَثَلُ مَنْ فَقُهَ فِي دِينِ اللَّهِ وَنَفَعَهُ بِمَا بَعَثَنِي اللَّهُ بِهِ فَعَلِمَ وَعَلَّمَ وَمَثَلُ مَنْ لَمْ يَرْفَعْ بِذَلِكَ رَأْسًا وَلَمْ يَقْبَلْ هُدَى اللَّهِ الَّذِي أُرْسِلْتُ بِهِ

Artinya:
Telah menceritakan kepada kami Abu Bakr bin Abu Syaibah dan Abu 'Amir ***Al*** *Asy'ari serta Muhammad bin Al 'Allaa lafazh ini milik Abu Amir mereka berkata; Telah menceritakan kepada kami Abu Usamah dari Buraid dari Abu Burdah dari Abu Musa dari Nabi shallallahu 'alaihi wasallam beliau bersabda: "Perumpamaan agama yang aku diutus Allah 'azza wajalla dengannya, yaitu berupa petunjuk dan ilmu ialah bagaikan hujan yang jatuh ke bumi. Diantaranya ada yang jatuh ke tanah subur yang dapat menyerap air, maka tumbuhlah padang rumput yang subur. Diantaranya pula ada yang jatuh ke tanah keras sehingga air tergenang karenanya. Lalu air itu dimanfaatkan orang banyak untuk minum, menyiram kebun dan beternak. Dan ada pula yang jatuh ke tanah tandus, tidak menggenangkan air dan tidak pula menumbuhkan tumbuh-tumbuhan. Seperti itulah perumpamaan orang yang mempelajari agama Allah dan mengambil manfaat dari padanya, belajar dan mengajarkan, dan perumpamaan orang yang tidak mau tahu dan tidak menerima petunjuk Allah yang aku di utus dengannya."*
Shahih Muslim, no. 4232.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Hadis ini menjelaskan tentang pentingnya air dalam kehidupan sehingga dalam kedudukan derajatnya air diibaratkan sebagai ilmu atau hidayah yang dibawa oleh Rasulullah Saw. Ali (2013) menyatakan bahwa meskipun secara tersurat hadits ini tidak menjelaskan tentang pelestarian lingkungan, namun dari makna yang tersirat menjelaskan sangat pentingnya kita melestarikan air yang memiliki derajat sama dengan ilmu.

Mencegah pencemaran air oleh limbah-limbah industri, zat kimia dan zat beracun yang mematikan merupakan salah satu bentuk pelestarian air. Oleh karena itu, pengolahan limbah zat warna untuk mengurangi bahayanya dan menjadikannya relatif aman perlu dilakukan sebagai bentuk pelestarian lingkungan perairan.

Metode pengolahan limbah yang sedang dikembangkan saat ini adalah metode fotodegradasi. Material TiO_2 terdoping logam vanadium (V-TiO_2) telah banyak dilaporkan sebagai fotokatalis yang efektif pada reaksi fotodegradasi limbah zat warna. Berdasarkan hal tersebut, secara tidak langsung, penelitian tentang material V-TiO_2 merupakan suatu bentuk usaha penjagaan lingkungan. Selain itu, penelitian ini juga menunjukkan penggunaan sains dan teknologi yang tepat, yaitu sebagai pendukung manusia dalam usahanya melindungi lingkungan hidupnya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2014 – Juni 2014 di laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Fisika Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas arloji, spatula, neraca analitik, mortar agate, *furnace*, krusibel alumina, oven, gelas ukur 50 mL, erlenmeyer 100 mL, statif, gelas arloji, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), *X-Ray Diffraction* (XRD, Philip E'xpert Pro), dan Spektrofotometer UV Vis *diffuse reflectance* (Shimadzu 2450).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO_2 anatas (Sigma Aldrich, 98%), V_2O_5 (Sigma Aldrich), aseton p.a, akuades, akuademin (Gold Eagle),dan etanol p.a.

3.3 Tahap Penelitian

Tahapan-tahapan yang dilaksanakan pada penelitian ini adalah :

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1. Sintesis material TiO_2 terdoping vanadium (V) menggunakan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi dengan variasi konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 dan 0,7 %.
2. Karakterisasi struktur dan analisis daerah serapan sinar serta *band gap* material fotokatalis V-TiO_2.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Material V-TiO_2 Menggunakan Metode Reaksi Padatan Sonikasi

Sintesis TiO_2 terdoping vanadium dilakukan dengan mencampurkan vanadium (V_2O_5) dan TiO_2 anatas secara stoikiometrik dalam mortar agate. Jumlah padatan TiO_2 dan V_2O_5 disesuaikan dengan hasil perhitungan stoikiometri dari komposisi yang diharapkan berdasarkan persen vanadium terhadap material yang terbentuk yaitu 0,3 ; 0,5 dan 0,7 %. Campuran digerus selama 5 jam untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran homogen selanjutnya ditekan dalam bentuk pelet. Pelet dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam, kemudian diulangi perlakuan dari penggerusan sampai tahap akhir sintesis untuk material hasil kalsinasi sebanyak 2 kali. Hasil sintesis diperkecil ukuran butirannya *ultrasonic cleaner* selama waktu aktif total 2 jam. Material dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian ditambahkan campuran akuademin : etanol p.a (1:2 v/v). Erlenmeyer diposisikan di tengah-tengah tangki pembersih dari *cleaning bath ultrasonic* dengan bantuan statif kemudian kondisi sonikasi (suhu dan waktu) diatur yaitu suhu (T) = 37 ˚C dan waktu (t) = 2 jam. Setelah 2 jam, hasil sonikasi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

diuapkan di dalam oven pada temperatur 105 °C. Setelah kering, material dikerok kemudian dipindahkan ke gelas arloji untuk dikeringkan kembali.

3.4.2 Karakterisasi Struktur, Daerah Serapan Sinar, dan *Band Gap* Material V-TiO_2

3.4.2.1 Identifikasi Struktur Material Fotokatalis V-TiO_2 dengan Difraksi Sinar-X Bubuk

Material V-TiO_2 dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) bubuk untuk identifikasi struktur. Analisa XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K_α (λ= 1.5405 Å) pada 30 kV dan 30 mA, 2θ = 5–60^o, step 0.020^o, dan waktu step 1 detik. Mula-mula sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk yang sangat halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X. Hasil yang diperoleh (difraktogram) akan dibandingkan dengan standar JCPDS untuk TiO_2 anatas (JCPDS No. 21-1272).

3.4.2.2 Analisis Daerah Serapan dan *Band Gap* dengan Spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflectance*

Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada 195–800 nm.

3.5 Analisis Data

1. Difraktogram material dibandingkan dengan difraktogram TiO_2 reaktan untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO_2 setelah diberi perlakuan. Ukuran partikel material dihitung dengan persamaan Debye Scherre.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Proses *refinement* dilakukan terhadap data XRD dengan menggunakan program *Rietica*. Analisis penghalusan (*refinement*) dengan. Program Rietica dilakukan dengan cara memasukkan dua jenis data yakni data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X. Data parameter struktur adalah data masukan model perhitungan yang diambil dari referensi sebagai acuan (JCPDS 21-1272). Sedangkan data intensitas berasal dari intensitas difraksi sinar-X material. Kemudian kedua data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X dari cuplikan tersebut dianalisis dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* secara *trial and error* hingga diperoleh nilai yang konvergen.
3. Energi *band gap* dari sampel ditentukan dengan ekstrapolasi plot $(h\nu A)^2$ vs energi foton ($h\nu$).

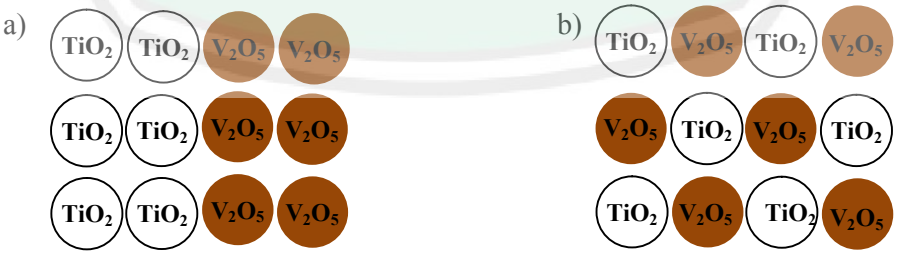
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Material V-TiO_2 dengan Metode Kombinasi Reaksi Padatan-Sonikasi

Titanium (IV) oksida (TiO_2) telah didoping dengan vanadium (V) menggunakan metode reaksi padatan yang kemudian dilanjutkan dengan proses sonikasi. Langkah pertama yang dilakukan adalah menimbang reaktan-reaktan sesuai dengan jumlah perhitungan secara stoikiometris. Perhitungan didasarkan pada perbandingan stoikiometri atom-atom Ti dan V dalam material $Ti_{1-x}V_xO_{2+x/2}$ sebagai produk dengan x = 0,3 ; 0,5 dan 0,7 % (Lampiran 3). Selanjutnya TiO_2 dan V_2O_5 dicampurkan dan digerus untuk membentuk campuran padatan dengan distribusi yang homogen. Campuran padatan yang homogen dapat diilustrasikan seperti pada Gambar 4.1 b. Partikel TiO_2 akan dikelilingi oleh partikel V_2O_5 dan sebaliknya. Keadaan yang demikian dapat memaksimalkan kontak antar partikel-partikel reaktan. Selain untuk menghomogenkan campuran padatan, penggerusan juga dilakukan untuk mengurangi ukuran partikel sehingga dapat meningkatkan luas total permukaan partikel reaktan yang akan meningkatkan laju proses difusi .



Gambar 4.1 a) susunan partikel TiO_2 dan V_2O_5 awal b) susunan homogen partikel

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pencampuran dan penggerusan dilakukan selama 5 jam menggunakan mortar agate pada tekanan atmosfer. Mortar agate dibersihkan terlebih dahulu dari pengotor-pengotor yang terdapat di permukaannya menggunakan aseton p.a. Permukaan mortar agate yang akan mengalami kontak dengan reaktan dibersihkan menggunakan tisu kemudian diteteskan aseton p.a. dan ditunggu hingga aseton menguap seluruhnya.

Mortar agate digunakan untuk menjaga kemurnian hasil sintesis dan mencegah pengurangan jumlah reaktan selama proses penggerusan.Agate merupakan jenis lilin dari kuarsa kriptokristalin yang memiliki daya tahan terhadap gesekan (abrasi) lebih tinggi dibandingkan mortar alumina atau porselen(Mudroch dan Azcue, 1995).Sifat ini menjadikan penggunaan mortar agate mampu memperkecil kemungkinan tercampurnya reaktan dengan kandungan alat penggerus. Selain itu, mortar agate juga memiliki ukuran pori yang kecil (submikroskopis) (Mudroch dan Azcue, 1995). Pori yang kecil akan mencegah masuknya reaktan sehingga pengurangan jumlah reaktan selama proses penggerusan dapat dihindari.

Aseton p.a digunakan sebagai pembersih mortar agate dan cairan tambahan (pendispersi) selama proses pencampuran dan penggerusan. Aseton merupakan senyawa organik yang mudah menguap sehingga tidak akan berpengaruh terhadap reaktan dan reaksi yang terjadi. Aseton akan membantu proses dispersi partikel-partikel reaktan agar mudah tercampur dan mudah bereaksi karena reaksi fasa padat umumnya akan berjalan lebih lambat jika dibandingkan dengan reaksi fasa cair.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Campuran yang terbentuk selanjutnya ditekan menjadi pelet. Pembentukan menjadi pelet ini bertujuan untuk meningkatkan luas kontak partikel-partikel reaktan sehingga reaksi akan dapat berlangsung lebih cepat serta meminimalisasi kontak reaktan dengan krusibel (Ismunandar, 2006). Pelet kemudian dikalsinasi dengan suhu 500 ˚C selama 5 jam menggunakan tanur tanpa pengkondisian udara atmosfer.

Suhu yang digunakan pada suatu reaksi padatan harus lebih besar dari suhu Tammann reaktan (V_2O_5 = 209 ˚C dan TiO_2 = 791 ˚C (Ross, 2012)) terkait mobilitas ion dalam suatu kisi oksida (Haber, *et al.,*1995). Selain itu, laju difusi ion yang merupakan salah satu faktor penentu laju reaksi dalam sintesis dapat ditingkatkan dengan menggunakan suhu yang tinggi. Akan tetapi, untuk reaksi antara titanium dan vanadium, suhu di atas 500 ˚C harus dihindari karena perubahan struktur TiO_2, yaitu dari anatas menjadi rutil, dapat terjadi pada suhu >550 ˚C (lebih rendah dibandingkan dengan suhu transformasi biasa, 900-100 ˚C) (Habel, *et al.,*2006). Perubahan suhu transformasi ini diduga sebagai akibat adanya kation vanadium dalam struktur kristalografi yang dapat mengkatalisasi pembentukan $Ti_{1-x}V_xO_2$ (larutan padat rutil) (Inomata, *et al.,*1983).

Wadah yang digunakan pada proses kalsinasi adalah krusibel alumina karena sifatnya yang inert dan ketahanannya terhadap suhu yang sangat tinggi (ketahanan suhu hingga 1950 °C). Sifat inert dari wadah saat kalsinasi diperlukan agar tidak mempengaruhi reaksi yang terjadi di dalamnya. Kalsinasi dilakukan selama 5 jam untuk memberikan waktu yang cukup bagi ion-ion reaktan berdifusi dan membentuk produk namun tidak mengalami pengurangan berat yang signifikan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

V_2O_5 memiliki tekanan uap yang tinggi sehingga mudah mengalami penguapan oksigen bila diberikan panas yang berlebihan. Selain itu, waktu kalsinasi yang terlalu lama juga akan menyebabkan pengurangan berat yang semakin besar (Habel, *et al*., 2006).

Perlakuan penggerusan dan kalsinasi dilakukan kembali dengan cara dan kondisi yang sama. Pengulangan ini bertujuan untuk memaksimalkan pembentukan kristal produk. Partikel-partikel TiO_2 dan V_2O_5 yang belum bereaksi atau tidak bereaksi secara sempurna pada tahap awal diharapkan dapat bereaksi di tahap kedua ini.

Dugaan reaksi yang terjadi antara TiO_2 dan V_2O_5 adalah sebagai berikut :

$$(1\text{-}x)\ TiO_{2(s)} + \frac{x}{2} V_2O_{5(s)} \rightarrow Ti_{(1-x)}V_xO_{2+\frac{x}{2}(s)} \qquad \ldots(4.1)$$

dengan x = 0,003 ; 0,005 dan 0,007.

Persamaan reaksi di atas didasarkan pada asumsi-asumsi berikut :

(1) Doping vanadium (V) pada kisi kristal TiO_2 akan membentuk suatu larutan padat subsitusi karena perbedaan jari-jari ion Ti^{4+} dan V^{5+} tidak melebihi 15 %, yaitu hanya 8,725 %. Vanadium akan menggantikan posisi titanium pada kisi kristal baru yang terbentuk (Effendy, 2010).

(2) Perbedaan muatan antara titanium dan vanadium dikompensasi dengan penambahan ion oksigen (*interstitial oxygen ions*), $\mathbf{O''}_i$ (West, 1999)

$$TiO_2 \underset{V_2O_5}{\Longrightarrow} Ti_V^{x} + O''_i + O_O^{x}$$

Keterangan : V^{x} = ion V^{5+} menggantikan ion Ti^{4+}

O''_i = penambahan ion oksigen (*interstitial oxygen ions*)

O_O^{x} = ion oksigen dari V_2O_5 menggantikan ion oksigen TiO_2

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Reaksi yang terjadi pada doping TiO_2 dengan vanadium (V) menggunakan metode reaksi padatan adalah reaksi antarmuka antara TiO_2 dengan V_2O_5. Pada reaksi antarmuka tersebut, terjadi proses difusi ion-ion Ti^{4+} dan V^{5+} pada daerah antarmuka yang akan terbentuk setelah pemberian sejumlah besar panas pada campuran padatan reaktan (kalsinasi).

Gambar 2 dan 3 pada Lampiran 7 menunjukkan warna campuran padatan TiO_2 dan V_2O_5 (V = 0,3 %) sebelum dan sesudah proses kalsinasi. Sebelum kalsinasi, campuran berwarna putih akibat dominasi warna TiO_2 sedangkan setelah kalsinasi campuran berwarna coklat keabu-abuan. Warna ini sama dengan warna material V_2O_5/TiO_2 yang disintesis dengan metode reaksi padatan oleh Habel, *et al.* (2006). Variasi persentase doping vanadium tidak memberikan perbedaan yang signifikan pada warna material (Lampiran 7.7). Hal ini dimungkinkan karena variasi persentase doping yang digunakan memiliki selisih yang sangat kecil yaitu 0,2.

Padatan yang diperoleh ($Ti_{(1-x)}V_xO_{2+\frac{x}{2}}$) kemudian disonikasi dalam *cleaning bath ultrasonic* yang dilakukan secara tidak langsung (*indirect cleaning bath*). Metode sonikasi yang digunakan dalam penelitian ini ialah pemberian perlakuan ultrasonik (gelombang ultrasonik, v = 40 kHz) pada padatan hasil sintesis menggunakan *cleaning bath ultrasonic*melalui medium cair (akuademin dan etanol). Padatan dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian ditambahkan akuademin dan etanol. Etanol digunakan karena sifatnya yang volatil dan tidak dapat melarutkan TiO_2. Medium cair yang digunakan dalam sonikasi adalah senyawa yang sedikit volatil dan mempunyai sifat tidak melarutkan bahan.

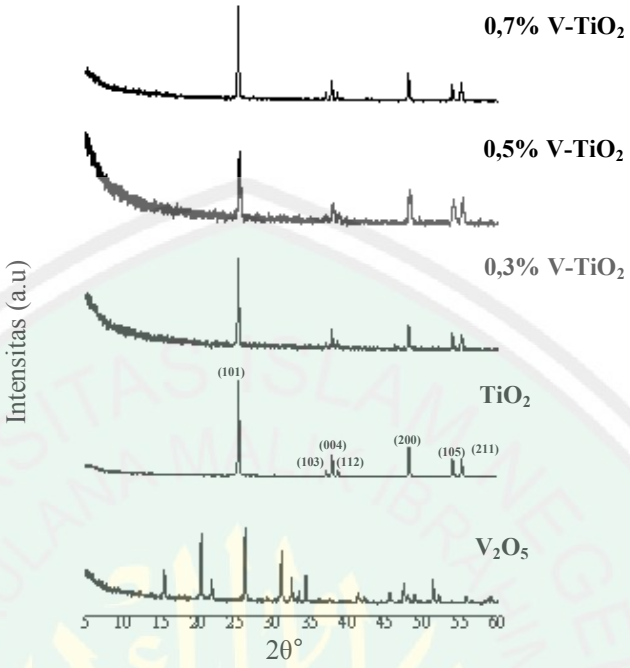
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Medium cair yang volatil mempunyai tekanan uap yang tinggi sehingga gelembung akan mudah terbentuk. Uap medium cair akan mengisi gelembung yang terbentuk sehingga energi yang diperlukan untuk terbentuknya kavitasi lebih kecil (Wardiyati, 2004). Adapun penambahan akuademin dilakukan untuk memperbanyak jumlah medium cair sehingga tidak cepat habis karena penguapan. Selain itu, akuademin juga tidak dapat melarutkan TiO_2 dan tidak terkandungnya mineral (ion-ion logam) dalam akuademin akan mengurangi tingkat ketidakmurnian material akhir yang diperoleh. Media perambatan gelombang harus bebas dari pengotor-pengotor karena energi ultrasonik yang cukup besar dapat memungkinkan terjadinya reaksi material dengan partikel-partikel yang terkandung di dalam media perambatan.

4.2 Karakterisasi Struktur Material V-TiO_2 dengan Metode Difraksi Sinar-X

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi dari material V-TiO_2 (V = 0,3 ; 0,5 dan 0,7 %) yang disintesis dengan metode reaksi padatan pada suhu 500 ˚C dan dilanjutkan dengan proses sonikasi. Pola difraksi dari TiO_2 anatas dan V_2O_5 juga diberikan untuk memudahkan interpretasi. Pola difraksi menunjukkan bahwa ketiga material yang terbentuk memiliki satu fasa yaitu fasa TiO_2 anatas dengan kristalinitas yang tinggi. Fasa TiO_2 rutil yang dapat terbentuk akibat penambahan dopan vanadium (Rodella dan Mastelaro, 2003) tidak terbaca pada pola difraksi material. Hal ini menunjukkan bahwa doping vanadium hingga konsentrasi 0,7 % pada TiO_2 dengan suhu sintesis 500 ˚C tidak menyebabkan perubahan fasa TiO_2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.2 Pola difraksi V-TiO_2 dengan variasi konsentrasi dopan vanadium

Puncak-puncak karakteristik TiO_2 anatas yang muncul pada ketiga material serta indeks bidangnya (hkl) (dibandingkan dengan pola difraksi TiO_2 reaktan) disajikan dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Posisi puncak dan intensitas bidang-bidang karakteristik TiO_2dan V-TiO_2

hkl	Posisi (2θ˚)				Intensitas relatif (%)			
	TiO_2	0,3% V	0,5% V	0,7% V	TiO_2	0,3% V	0,5% V	0,7% V
(101)	25,389	25,347	25,481	25,336	100,00	100,00	100,00	100,00
(103)	37,018	37,047	37.027	36,943	6,04	4,57	8,91	5,86
(004)	37,883	37,835	37,852	37,775	22,04	19,96	19,01	19,66
(112)	38,631	38,835	38,688	38,581	6,92	5,78	9,61	7,36
(200)	48,116	48,012	48,145	48,009	29,00	24,37	39,09	28,27
(105)	53,950	53,899	54,138	53,896	17,03	16,46	34,91	17,28
(211)	55,136	55,062	55,396	55,050	18,72	17,20	30,28	16,82

Puncak pengotor (*impurities*) tidak terbaca pada difraktogram material sintesis yang menunjukkan bahwa ketiga material memiliki tingkat kemurnian

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang tinggi. Selain itu, puncak-puncak karakteristik V_2O_5 juga tidak muncul yang dapat mengindikasikan bahwa vanadium telah masuk ke dalam kisi TiO_2 (Wu dan Chen, 2004) dengan menggantikan posisi Ti^{4+} karena perbedaan ukuran V^{5+} dan Ti^{4+} masih memenuhi syarat untuk terjadinya subsitusi kation.

Berdasarkan data JCPDS TiO_2 anatas (21-1272), bidang (101) memberikan puncak pada nilai 2θ 25,281˚dengan intensitas tertinggi. Ketiga material yang terbentuk juga menunjukkan hal yang serupa yaitu bidang (101) diwakili oleh puncak dengan intensitas yang tinggi. Akan tetapi, puncak-puncak tersebut memiliki nilai 2θ yang berbeda. Semakin besar jumlah doping vanadium yang diberikan, nilai 2θ daribidang (101) cenderung semakin kecil. Pergeseran tersebut tidak hanya terjadi pada bidang (101) tetapi pada semua bidang dengan pergeseran ke sudut yang lebih kecil (*downshift)*. Pergeseran sudut difraksi ke nilai 2θ yang lebih kecil juga dilaporkan oleh Bhatti, *et al*. (2013) pada doping TiO_2 dengan vanadium (V_2O_3). Akan tetapi, untuk material 0,5 % V-TiO_2 pada penelitian ini, pola pergeseran nilai 2θ ke nilai yang lebih kecil tidak terjadi. Pola difraksi dari material 0,5 % V-TiO_2 juga berbeda dengan material-material lain, puncak-puncak yang terbentuk relatif tidak tajam mengindikasikan bahwa terjadi penurunan sifat kristalin pada material tersebut. Hal ini diduga karena suhu yang digunakan pada sintesis belum optimum untuk menghasilkan material dengan kristalinitas yang tinggi pada konsentrasi dopan vanadium 0,5 %. Kristalinitas suatu material padat sangat dipengaruhi oleh suhu yang digunakan saat sintesis (Khalid, *et al.,* 2011). Akan tetapi, selain kristalinitas terdapat sifat-sifat lain yang perlu dipertimbangkan dalam penentuan kondisi sintesis suatu fotokatalis seperti

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

luas permukaan, adanya cacat (defek) serta laju rekombinasi dari elektron dan *hole* (Maeda, 2003). Oleh karena dalam penelitian ini tidak dilakukan optimasi kondisi sintesis (suhu) maka perubahan sifat seperti pada material 0,5 % V-TiO_2 dapat saja terjadi.

Tabel 4.1 juga menunjukkan bahwa intensitas relatif dari bidang-bidang kisi material TiO_2 yang telah didoping berbeda dengan TiO_2 tanpa doping. Intensitas relatif material doping lebih rendah. Pergeseran nilai 2θ dan perubahan intensitas puncak padatan hasil doping pada penelitian ini merupakan salah satu indikasi terjadinya doping V^{5+}dalam TiO_2.

Sebagai analisis lanjut, dilakukan *refinement* (penghalusan struktur) untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur produk akibat doping V^{5+} pada TiO_2 anatas yang disintesis. *Refinement* dilakukan dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica. Model awal atau *input* yang digunakan adalah TiO_2 anatas yang memiliki grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel a = b = 3,785 (Å), c = 9,513 (Å), dan $\alpha=\beta=\gamma=$ 90° (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 dankalkulasi yang tinggi. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kesesuaian *goodness-of-fit* (GoF), $\chi^2$1-1,5 %. 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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang hanya dapat diamati secara visual yaitu titik-titik difraksi (titik-titik hitam) terjangkau oleh garis kalkulasi(titik-titik merah), tidak dapat dikuantifikasi dan nilai GoF ($\chi 2$) kurang dari 4 % (Kisi, 1994).

Tabel 4.2 Parameter sel satuan TiO_2 dengan dopan Vanadium (V) pada konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 dan 0,7 % ditentukan menggunakan metode Le Bail

Parameter	TiO_2	0,3 % V- TiO_2	0,5 % V- TiO_2	0,7 % 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)	3,782435	3,787233	3,787175	3,782500
b (Å)	3,782435	3,787233	3,787175	3,782500
c (Å)	9,508142	9,519016	9,524402	9,505800
α	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 ($Å^3$)	136,031235	136,532516	136,605591	135,62024
Rp (%)	11,88	13,33	15,64	11,949
Rwp (%)	16,51	18,24	20,75	16,299
GoF (χ^2)	1,429	1,235	1,393	1,424

Berdasarkan hasil *refinement* diketahui bahwa TiO_2 yang didoping dengan vanadium (V) pada konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 dan 0,7 % pada penelitian ini memiliki grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan satuan asimetrik (z) 4. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium pada konsentrasi tersebut tidak merubah grup ruang dari TiO_2. Doping vanadium (V) untuk semua konsentrasi tidak merubah parameter kisi a dari TiO_2 secara signifikan. Perubahan yang signifikan terjadi pada parameter kisi c. Hasil ini menunjukkan bahwa vanadium (V) dengan konsentrasi 0,3 ; 0,5; dan 0,7 % menyebabkan perpanjangan sumbu c (c *axis*) dari TiO_2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

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

Tabel 4.3 Ukuran kristal material V-TiO_2

Material	Ukuran kristal (nm)
TiO_2	53,21
0,3% V-TiO_2	39,83
0,5% V-TiO_2	68,92
0,7% V-TiO_2	53,05

Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui bahwa ukuran kristal V-TiO_2 hasil sintesis berada pada kisaran 39-69 nm yang menandakan bahwa kristal tersebut tergolong dalam nanomaterial. Salah satu faktor yang mempengaruhi efektifitas suatu fotokatalis adalah ukurannya. Fotokatalis yang berukuran nano, yaitu 1-100 nm akan memberikan aktivitas katalitik yang tinggi (Naimah dan Ernawati, 2011). Hal ini disebabkan oleh luas permukaan fotokatalis yang akan semakin besar dengan semakin kecilnya ukuran fotokatalis sehingga laju reaksi menjadi semakin besar. Dengan kriteria tersebut, material yang dihasilkan dalam penelitian ini dapat diharapkan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi dan menjadi suatu fotokatalis yang efektif.

Purnama (2013) membandingkan aktivitas fotokatalitik dari Ni-TiO_2 (dengan variasi perbandingan Ni dan TiO_2) pada reaksi dekomposisi air dengan gliserol 20% menggunakan sinar UV 254 nm. Hasil uji menunjukkan bahwa Ni-TiO_2 yang memiliki ukuran terkecil, yaitu 16,33 nm, memberikan hasil terbaik pada reaksi tersebut.

Pengurangan ukuran kristal pada penambahan dopan vanadium 0,7 % dan pengurangan yang cukup besar pada 0,3 % sesuai dengan hasil penelitian-

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

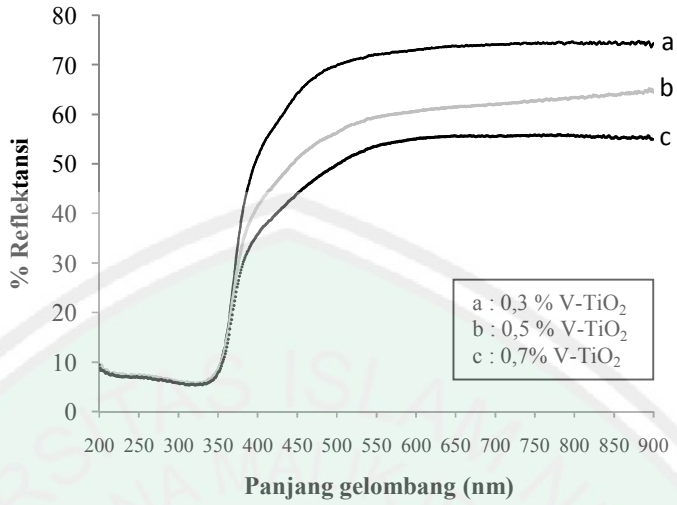
penelitian terdahulu bahwa TiO_2 akan mengalami pengurangan ukuran kristal setelah didoping dengan logam (Ganesh, *et al.* 2011 ; Wu dan Chen, 2004 ; Bhatti, *et al.* 2013). Pengurangan ukuran ini diduga karena vanadium yang ditambahkan dapat menjadi penghambat pertumbuhan kristal dengan berada pada batas kristal (Ganesh, *et al.* 2011).

4.3 Analisis Daerah Serapan Sinar Energi *Band gap* Material V-TiO_2dengan Metode Spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflactans*

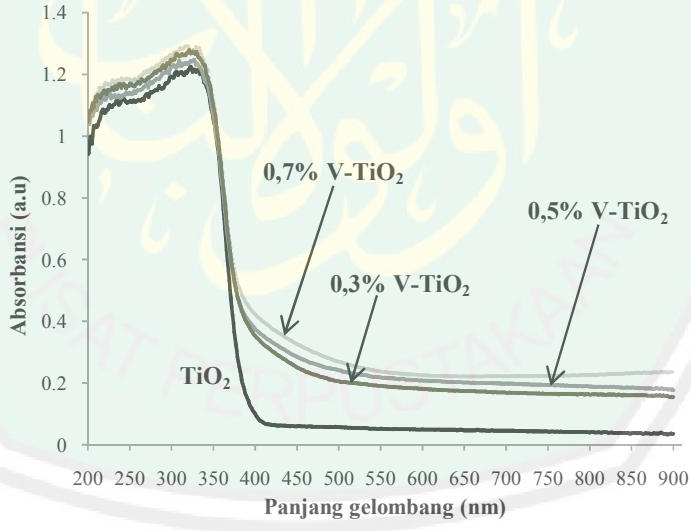
Hasil analisis material sintesis dengan spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflactans* disajikan pada Gambar 4.3. Sumbu Y menyatakan persentase sinar yang direfleksikan dan sumbu X menyatakan panjang gelombang dari sinar refleksi tersebut. Analisis dilakukan pada panjang gelombang 200-900 nm. Profil spektra menunjukkan bahwa pada panjang gelombang 300-350 nm ketiga material memiliki sifat reflektansi paling rendah. Pada panjang gelombang tersebut, perbedaan persentase reflektansi untuk ketiga material sangat kecil sehingga membentuk garis spektra yang berimpit.

Persentase reflektansi mengalami sedikit penurunan pada panjang gelombang sekitar 340 nm dan naik secara drastis pada panjang gelombang 350 nm. Garis kurva ketiga material mulai mendatar (persentase reflektansi relatif konstan atau naik secara perlahan) pada panjang gelombang yang sama yaitu $\pm$ 550 nm dengan intensitas yang berbeda. Urutan intensitas reflektansi sinar pada panjang gelombang $\pm$ 550 nm dari yang tertinggi adalah 0,3 % V-TiO_2, 0,5 % V-TiO_2 dan 0,7 % V-TiO_2.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.3 Spektra UV Vis *diffuse reflactans*(panjang gelombang vs % reflektansi)



Gambar 4.4 Spektra UV Vis *diffuse reflactans* (panjang gelombang vs absorbansi)

Gambar 4.4 merupakan spektra serapan TiO_2 dan material sintesis yang diperoleh dari analisis spektroskopi UV Vis *Diffuse Reflactans.*TiO_2 menunjukkan

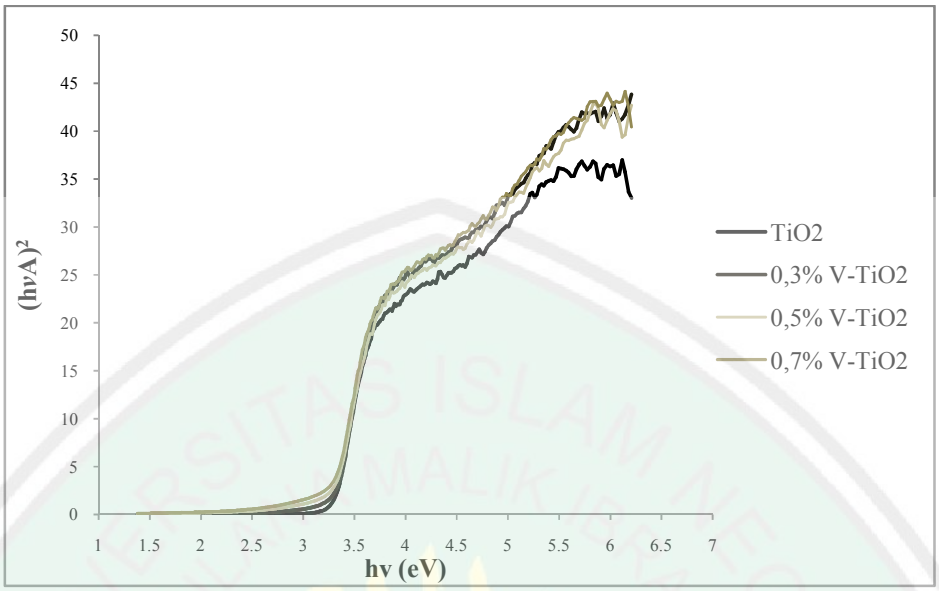
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

serapan yang tajam pada panjang gelombang sekitar 380 nm (3,2 eV). Adapun V^{5+}-TiO_2untuk semua konsentrasi dopan menunjukkan serapan pada panjang gelombang yang tampak sama dengan TiO_2 tanpa doping, yaitu sekitar 380 nm.

Berdasarkan Gambar 4.4 juga dapat dilihat bahwa penambahan doping vanadium pada setiap konsentrasi dapat menyebabkan perpanjangan serapan pada daerah sinar tampak hingga λ= 900 nm. Material 0,7 % V-TiO_2 menunjukkan absorbansi terbesar pada daerah sinar tampak tersebut. Berdasarkan hal tersebut, aktivasi dan aktivitas fotokatalitik TiO_2 pada daerah sinar tampak dapat diharapkan dari material V^{5+}-TiO_2 dengan konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 dan 0,7 %. *Trend* peningkatan absorbansi pada daerah sinar tampak dari material V-TiO_2 yaitu semakin besar konsentrasi dopan vanadium (V) maka semakin tinggi absorbansi pada daerah sinar tampak.

Gambar 4.5 adalah kurva yang menunjukkan hubungan $(h\nu A)^2$ dengan energi foton yang digunakan untuk menentukan energi *band gap* material. Garis kurva dari ketiga material yang terbentuk saling berimpit. Peningkatan $(h\nu A)^2$ yang tajam terjadi di sekitar 3-3,5 eV. Daerah peningkatan $(h\nu A)^2$ yang tajam tersebut digunakan untuk menentukan besarnya energi *band gap*. Hal ini dilakukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaan linearnya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.5 Plot $(h\nu A)^2$ vs hν untuk menentukan energi *band gap*

Dari persamaan linear selanjutnya dicari nilai x ketika y = 0. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi. Daerah peningkatan $(h\nu A)^2$ yang tajam serta garis linear yang melewati daerah tersebut untuk ketiga material disajikan di bagian lampiran.

Tabel 4.4 Daerah serapan dan energi *band gap* material sintesis

Material	Energi *Band gap* (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO_2	3,295	376,805
0,3% V-TiO_2	3,278	378,670
0,5% V-TiO_2	3,274	379,104
0,7% V-TiO_2	3,274	379,104

Berdasarkan Tabel 4.4 diketahui bahwa energi *band gap* yang dimiliki oleh material sintesis pada penelitian ini berkisar pada nilai 3,274-3,278 eV. *Band gap* TiO_2 terdoping vanadium (V) lebih kecil dibandingkan TiO_2 tanpa doping. Hasil ini sesuai dengan yang diharapkan bahwa doping vanadium (V) dapat memperkecil energi *band gap* TiO_2 sehingga aktivasi sifat katalisnya

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

membutuhkan energi yang lebih kecil atau sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan TiO_2 tanpa doping. .Pengurangan energi ini diduga akibat adanya tingkat energi baru pada *band gap* TiO_2 dengan adanya logam vanadium (V) yang terdispersi pada matrik TiO_2 (Gambar 2.9). Dengan demikian, penambahan dopan vanadium pada TiO_2 sampai konsentrasi 0,7 % dapat menyebabkan TiO_2 menyerap sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar untuk mengaktifkan sifat katalisnya atau pembentukan *hole* pada pita konduksi dan elektron pada pita valensi TiO_2 dapat terjadi dengan aktivasi sinar yang memiliki panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan reaktan TiO_2.

Band gap ketiga material memiliki nilai dengan selisih yang tidak terlalu besar. Hal ini sesuai dengan spektra ketiga material yang membentuk garis berimpit (Gambar 4.5). Perbedaan yang tidak terlalu signifikan ini diduga karena selisih konsentrasi dopan vanadium (V) yang diberikan tidak terlalu besar. Pola perubahan energi *band gap* TiO_2 akibat doping vanadium (V) yang dapat diamati adalah semakin besar konsentrasi dopan yang ditambahkan pada TiO_2 maka semakin besar pengurangan energi *band gap* yang dihasilkan dan semakin besar pula pergeseran daerah serapan sinar ke arah sinar tampak. Energi *band gap* terendah dimiliki oleh material 0,5 dan 0,7% V-TiO_2 yaitu sebesar 3,274 eV.

4.4 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian ini diketahui bahwa material TiO_2 yang didoping dengan logam vanadium (V) memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan material TiO_2 tanpa doping.Selain itu, penambahan doping

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

vanadium (V) juga terbukti mampu menurunkan energy *band gap* TiO_2. Hasil ini menunjukkan bahwa material V-TiO_2 sangat potensial sebagai fotokatalis yang efektif dan efisien untuk reaksi fotodegradasi limbah zat warna. Ukuran partikel V-TiO_2 yang lebih kecil memungkinkan reaksi fotodegradasi limbah zat warna akan berlangsung lebih cepat. Penurunan energy *band gap* menjadikan material V-TiO_2 dapat aktif sebagai fotokatalis hanya dengan menyerap sinar tampak (*visible*) sehingga lebih efisien karena mampu menggunakan sinar matahari sebagai energi pengaktif sifat katalisnya.

Penelitian tentang material V-TiO_2 merupakan suatu bentuk usaha menjaga dan melindungi lingkungan. Dari penelitian ini diketahui bahwa material V-TiO_2 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

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

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-TiO_2 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 ٱلَّذِى جَعَلَكُمۡ خَلَٰٓئِفَ فِى ٱلۡأَرۡضِۚ فَمَن كَفَرَ فَعَلَيۡهِ كُفۡرُهُۥۖ وَلَا يَزِيدُ ٱلۡكَٰفِرِينَ كُفۡرُهُمۡ عِندَ رَبِّهِمۡ إِلَّا مَقۡتًاۖ وَلَا يَزِيدُ ٱلۡكَٰفِرِينَ كُفۡرُهُمۡ 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-TiO_2 juga merupakan hasil proses berpikir manusia sebagai makhluk yang diberikan kemampuan berupa akal oleh Allah SWT untuk memenuhi tugasnya sebagai *khalifatullah fil al 'ardh.* Berpikir adalah konsep kunci dalam setiap diskursus mengenai kedudukan manusia di muka bumi. Berpikir bukan hanya suatu perintah dari Allah, seperti yang disebutkan dalam

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

surat al Baqarah (2) ayat 219 tetapi juga merupakan modal bagi manusia untuk dapat melaksanakan tugas dan kewajiban yang diberikan Allah.

۞ يَسْـَٔلُونَكَ عَنِ ٱلْخَمْرِ وَٱلْمَيْسِرِ ۖ قُلْ فِيهِمَآ إِثْمٌ كَبِيرٌ وَمَنَٰفِعُ لِلنَّاسِ وَإِثْمُهُمَآ أَكْبَرُ مِن نَّفْعِهِمَا ۗ وَيَسْـَٔلُونَكَ مَاذَا يُنفِقُونَ قُلِ ٱلْعَفْوَ ۗ كَذَٰلِكَ يُبَيِّنُ ٱللَّهُ لَكُمُ ٱلْـَٔايَٰتِ لَعَلَّكُمْ تَتَفَكَّرُونَ ﴿٢١٩﴾

Artinya :
"Mereka bertanya kepadamu tentang khamardan judi. Katakanlah: "Pada keduanya terdapat dosa yang besar dan beberapa manfaat bagi manusia, tetapi dosa keduanya lebih besar dari manfaatnya". dan mereka bertanya kepadamu apa yang mereka nafkahkan. Katakanlah: " yang lebih dari keperluan." Demikianlah Allah menerangkan ayat-ayat-Nya kepadamu supaya kamu berfikir"
(Q.s. al Baqarah (2) : 219)

Berdasarkan keterkaitan ini, dapat disadari bahwa Allah Maha Adil, Maha Pengasih dan Maha Penyayang.Allah tidak hanya memberikan kewajiban dan tanggung jawab kepada hamba-Nya tanpa memberikan modal kemampuan untuk bisa menunaikan kewajiban tersebut. Allah tidak akan meninggalkan hamba-Nya dalam segala urusan. Dalam surat al Maidah (5) ayat 54, Allah mendahulukan cinta-Nya kepada hamba-Nya daripada cinta hamba-Nya terhadap-Nya. Meskipun Allah SWT sesungguhnya tidak memerlukan untuk mencintai atau dicintai hamba-Nya.

يَٰٓأَيُّهَا ٱلَّذِينَ ءَامَنُوا۟ مَن يَرْتَدَّ مِنكُمْ عَن دِينِهِۦ فَسَوْفَ يَأْتِى ٱللَّهُ بِقَوْمٍ يُحِبُّهُمْ وَيُحِبُّونَهُۥٓ أَذِلَّةٍ عَلَى ٱلْمُؤْمِنِينَ أَعِزَّةٍ عَلَى ٱلْكَٰفِرِينَ يُجَٰهِدُونَ فِى سَبِيلِ ٱللَّهِ وَلَا يَخَافُونَ لَوْمَةَ لَآئِمٍ ۚ ذَٰلِكَ فَضْلُ ٱللَّهِ يُؤْتِيهِ مَن يَشَآءُ ۚ وَٱللَّهُ وَٰسِعٌ عَلِيمٌ ﴿٥٤﴾

Artinya :
"Hai orang-orang yang beriman, Barangsiapa di antara kamu yang murtad dari agamanya, Maka kelak Allah akan mendatangkan suatu kaum yang Allah

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mencintai mereka dan merekapun mencintaiNya, yang bersikap lemah lembut terhadap orang yang mukmin, yang bersikap keras terhadap orang-orang kafir, yang berjihad dijalan Allah, dan yang tidak takut kepada celaan orang yang suka mencela. Itulah karunia Allah, diberikan-Nya kepada siapa yang dikehendaki-Nya, dan Allah Maha Luas (pemberian-Nya), lagi Maha mengetahui."

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penambahan dopan vanadium (V) dengan konsentrasi 0,3 % ; 0,5 % dan 0,7 % pada TiO_2 memberikan pengaruh pada struktur TiO_2 yang diketahui dari pergeseran sudut difraksi ke nilai yang lebih kecil, perubahan intensitas difraksi dan parameter sel serta pengurangan ukuran partikel. Energi *band gap* TiO_2 juga menjadi lebih kecil yang mengindikasikan bahwa TiO_2 (V-TiO_2) mampu menyerap sinar dengan panjang gelombang yang lebih panjang. Energi *band gap* untuk material TiO_2, 0,3 % V-TiO_2; 0,5 % V-TiO_2 dan 0,7 % V-TiO_2 secara berurutan adalah 3,295; 3,278; 3,274 dan 3,274 eV.

5.2 Saran

1. Sintesis material menggunakan metode kombinasi reaksi padatan-sonikasi dengan sonikasi *vibra cell* dapat dilakukan untuk meningkatkan efektifitas proses sonikasi.
2. Energi *band gap* TiO_2 yang telah didoping lebih kecil dibandingkan TiO_2 tanpa doping yang mengindikasikan bahwa aktivasi sifat katalisis TiO_2 dapat dilakukan dengan sinar dengan panjang gelombang yang lebih panjang. Uji aktivitas fotokatalisis V-TiO_2 perlu dilakukan untuk membuktikan aktivitas material hasil fotosintesis pada daerah sinar tampak.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Penelitian tentang optimasi suhu kalsinasi V-TiO_2 dengan variasi konsentrasi dopan akan membantu untuk menemukan kondisi sintesis yang dapat menghasilkan material fotokatalis yang efektif dan efisien.
4. Material TiO_2 yang terdoping vanadium dengan konsentrasi vanadium lebih dari 0,7 % perlu dilakukan untuk mengetahui konsentrasi dopan optimum dalam menaikkan serapan sinar di daerah sinar tampak.
5. Analisis tentang jenis larutan solid yang terbentuk (subsitusi atau intertisi), dan bilangan oksidasi dari vanadium dalam material hasil sintesis perlu dilakukan untuk karakterisasi lebih lanjut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M. 2010. *Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah*. Jakarta : Dian Rakyat.

Afrozi, A. S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Skripsi.* Jakarta : Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.

Aji, S.B, Asnawi, F., Susilaningtyas, L.,dan Y. Indah, N. 2009. *X-Ray Diffractometer*. Surakarta: Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret.

Ali, U. 2013. *Pengertian Pelestarian Lingkungan Hidup* (http://usmadihambali11.blogspot.com/2013/07/pengertian-pelestarian-lingkungan-hidup_3.html, diakses tanggal 1 September 2014)

Aliah, H., Nurasiah, A. E., Karlina, Y., Arutanti, O., Mastumi, Sustini, E., Budiman, M., dan Abdullah, M. 2012. Optimasi Durasi Pelapisan Katalis TiO_2 pada Permukaan Polimer Polipropilena serta Aplikasinya dalam Fotodegradasi Larutan Metilen Biru. *Prosiding Seminar Nasional Material Fisika- ITB*.

Al-Kdasi, A., Idris, A., Saed, K. dan Guan, C.T. 2004. Treatment Oftextile Waste Water By Advanced Oxidation Processes. *Global Nestthe Int. J*. No. 6 hlm. 222-230.

Anonimous. 2007. *Al-Quran dan Tafsirnya Jld. 15.* Jakarta : Departemen Agama Republik Indonesia.

Bhatti, A.S., Ali, A., Ruzybayev, I., Yassitepe, E. dan Shah, S.I. 2013. Vanadium Doping Induced Structural and Optical Modifications in TiO_2 Thin Films. *2013 Annual Meeting American Institute for Chemical Engineers*. Amerika.

Byrappa, K., Subramani, A.K., Ananda, S., Rai, K. M. L., Dinesh, R., dan Yoshimura, M. 2006. Photocatalytic Degradation of Rhodamine B Dye Using Hydrothermally Synthesized ZnO.*Bull. Mater. Sci*., Vol. 29, No. 5, hlm. 433-438.

Castellote, M. dan Bengtsson, N-Y.Ohama dan D.V Gemert (Eds). 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Mateials.* Boca Roton : CRC Press.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Chandra, B. 2005. *Pengantar Kesehatan Lingkungan*. Jakarta : Buku Kedokteran EGC

Chatterjee, D., dan Mahata, A. 2001.Demineralization of Organic Pollutants on the Dye Modified TiO_2 Semiconductor Particulate System Using Visible Light *ApplCatal B Environ,* Vol. 33 hlm.119-125.

Choi, J., Park, H., dan Hoffmann, 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.

Dae-Hee A., Won-Seok C. dan Tai-Il Y. 1999. Dyestuff Wastewater Treatment Using Chemicaloxidation, Physical Adsorption And Fixed Bed Biofilm Process.*Process Biochemistry.* No.34, hlm. 429–439.

Diebold, U. 2003. The Surface of Titanium Dioxide. *Surface Science Report* : 48 hlm. 53-229.

Effendy. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang : Bayumedia Publishing dan Indonesian Academic Publishing.

Elias, Md. S.2001. Penyingkiran Fenol terlarut dalam air melalui fotodegradasi menggunakan Titanium Dioksida (TiO_2). *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, Vol. 7, No. 1 hlm. 1-6.

Eufinger, K., Poelman, D., Poelman, H., De Gryse, R., dan Marin, G.B. 2008. TiO_2 Thin Films For Photocatalytic Applicaions. *Transworld Research Network* 37/661 (2), hlm. 189-227. ISBN : 978-81-7895-314-4.

Fatkhiyah, N. 2013. Analisa Pewarna pada Minuman dengan Menggunakan Kamera Digital. *Skripsi*. Jember : Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.

Ganesh, I., Gupta, A. K., Kumar P. P., Sekhar, P. S. C., Radha, K., Padmanabham, G., dan Sundararajan, G. 2011. Preparation and Characterization of Ni-Doped TiO_2 Materials for Photocurrent and Photocatalytic Applications. *The Scientific World Journal*. Vol. 2012, Article ID 127326, hlm. 1-16.

Gogate, P.R. 2008. Cavitational Reactors for Process Intensification of Chemical Processing Applications: A Critical Review. *Chemical Engineering and Processing* Vol. 47, hlm. 515 – 527.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gunlazuardi, J. 2001. Fotokatalis pada Permukaan TiO_2 : Aspek Fundamental dan Aplikasinya. *Seminar Nasional Kimia Fisika I* Universitas Indonesia Jakarta.

Habel, D., Stelzer, J.B., Feike, E., Schröder, C., Hösch, A., Hess, C., Knop-Gericke, A., Caro, J., dan Schubert, H. 2006. Phase Development in the Catalytic System $V2O_5/TiO_2$ Under Oxidising Conditions. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 26, hlm. 3287–3294.\

Haber, J., Machej, T., Serwicka, E. M., dan Wachs, I. E. 1995. Mechanism of Surface Spreading in Vanadia-Titania System. *Catal.Lett*. Vol. 32, 101.

Hamazam, A. M. F., dan Hamoda. 1980. Proceeding of The 35th Purdue Insdutrial Waste Congress, West Lafayette, IN USA.

Hielscher, T. 2005. Ultrasonic Production of Nano-Size Dispersions and Emulsions. *ENS'05* 14-16 December 2005, Paris, Prancis.

Hirai, T. Suzuki, K., dan Komasawa, I. 2001. Preparation and Photocatalytic Properties of Composite CdS Nanoparticles-Titanium Dioxide Particles. *Journal Colloid Interface Science.*Vol 244, hlm.262-265.

Hoffmann, M. R., Martin, S. T., Choi, W., dan Bahnemann, D. W. 1995. Environmetal Aplications of Semiconductor Photocatalysis. *Journal Chem. Rev.* No. 95, hlm. 69-96.

Idayati, E. 2008. Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit $La_{1-x}Sr_xCoO_{3-\delta}$ dari Tiga Variasi Metode. *Skripsi.* Surabaya : Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh November.

Imam Muhammad bin Ali bin Muhammad Asy Syaukani, Tahqiq. Sayyid Ibrahim. *. Fathul Qodir Al Jaami' Baina Faniy ar Riwayah wad Diroyah fii 'Ilmit Tafsir*. Beirut : Daar al Kutub al 'Alamiyah.

Inomata, M., Mori, K., Miyamoto, A., Ui, T., dan Murakami, Y. 1983. Structures of Supported Vanadium Oxide Catalysts. Vanadium(V) Oxide/Titanium Dioxide (Anatase), Vanadium(V) Oxide/Titanium Dioxide (Rutile), And Vanadium(V) Oxide/Titanium Dioxide (Mixture of Anatase With Rutile). *J. Phys. Chem.* Vol. 5, No. 87, hlm. 754–761

Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung : Penerbit ITB.

Istighfarini, V. N. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Gabungan $SrTiO_3$ dan Sr TiO_4 sebagai Material Fotokatalis.*Tesis.* Bandung : Program Studi Kimia, Institut Teknologi Bandung.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Khalid, N.R., Ahmed, E., Ikram, M., Ahmad, M., Phoenix, D.A., Elhissi, A., Ahmed, W., dan Jackson, M.J. 2011. Effects of Calcination on Structural, Photocatalytic Properties of TiO_2Nanopowders Via $TiCl_4$ Hydrolysis. *Journal of Materials Engineering and Performance*. DOI: 10.1007/s11665-012-0272-6.

Leinsenberg, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysts on TiO_2 Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chem. Rev.* No. 95, hlm. 735-758.

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 TiO_2. *American Chemical Society Catalysis.* Vol 2, hlm.391-398.

Licciulli, A., dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce.

Liu, Y., Chen, X., Li, J., dan Burda, C. 2005. Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Nitrogen Doped TiO_2 Nanocatalys". *Chemosphere*, Vol. 61, hlm.11-18.

Lorimer, J.P., Mason, T.J., Plattes, M., Phull, S.S., dan Walton, D.J. 2001. Degradation of Dye Effluent, *Pure Appl. Chem*., Vol. 73, No. 12, hlm. 1975-1968.

Maeda, K. 2003. Photocatalytic Water Splitting Using Semiconductor Particles: History and Recent Developments. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 12, hlm. 237 – 268.

Mahandi, Tendi. 2013. *UMP Naik, Perusahaan Tekstil Malah Bertambah*. Tribun News.com. 28 Maret 2013.

Mandzy, N., Grulke, E., dan Druffel, T. 2005. Breakage of TiO_2 Agglomerates in Electrostatically Stabilized Aqueous Dispersions. *Powder Technology*, Vol. 160, hlm. 121 – 126.

Mudroch, A. dan Azcue, J. M. 1995. *Manual of Aquatic Sediment Sampling*. Florida : CRS Press Inc.

Namasivayam, C., Muniasamy, N., Gayatri, K., Rani, M., dan Ranganathan, K. 1996. Removal of Dyes from Aquoeus Solutions by Celluosa Waste Orange Pell. *Bioresource Technology*. No. 57, hlm. 37-43.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Peng, H., Li, J., Li, S., dan Xia, J. 2008. First-Principles Study of The Electronic Structures And Magnetic Properties of3d Transition Metal-Doped Anatase TiO_2. *Journal Of Physics: Condensed Matter*125207, hlm. 1-6.

Purnama, A. 2013. Sintesis Ni-TiO_2 dengan Metode Sol Gel dan Uji Aktivitasnya untuk Dekomposisi Air. *Skripsi.* Semarang : Jurusan Kimia FMIPA,Universitas Negeri Semarang.

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.

Ross, J. R. H. 2012. Heterogeneous Catalysis: Fundamentals and Applications. Belanda : Elsevier B.V.

Sonochemistry centre. 2007. *Introduction to Sonochemistry* (www. www.sonochemistry.info, *diakses tanggal 30 Mei 2014)*

Souther, R. H., dan T. A. Alspaugh. 1957. Textile Waste Recovery and Treatment Sewage and Industrial, *Journal of Water Pollution Control Federation*, Vol. 29, hlm. 918-934.

Suslick, K.S. dan Price, G.J. 1999.Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science.*Vol. 29, hlm.295 – 326.

Thuy, N. M., Van, D. Q., dan Hai, L. T. H. 2012. The Visible Light Activity of the TiO_2 and TiO_2:V^{4+} Photocatalyst. *Nanomaterial Nanotechnologi.* Vol. 2 hlm. 1-8.

Tjahjanto, R.T., dan Gunlazuardi J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO_2 Sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*, Volume 5, hlm. 81-91.

Wang, Liwei., dan Egerton, T. 2012. The Effect 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.

West, A. R. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. Chichester : John Wiley & Sons.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Widjanarko, P.I., Widiantoro, Soetardjo, L. F. E., dan Ismadji, S. 2006. Kinetika Adsoprsi Zat Warna *Congo Red* dan Rhodamin B dengan Menggunakan Serabut Kelapa dan Ampas Tebu. *Teknik Kimia Indonesia.* Vol. 5. No. 3. hlm. 461-468.

Valencia, S., Miguel, J., dan Restrepo, G. 2010. Study of the Bandgap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticules Using the Sol-Gel Method and a Hydrothermal Treatment. *The Open Materials Science Journal.* Vol. 4, hlm. 9-14.

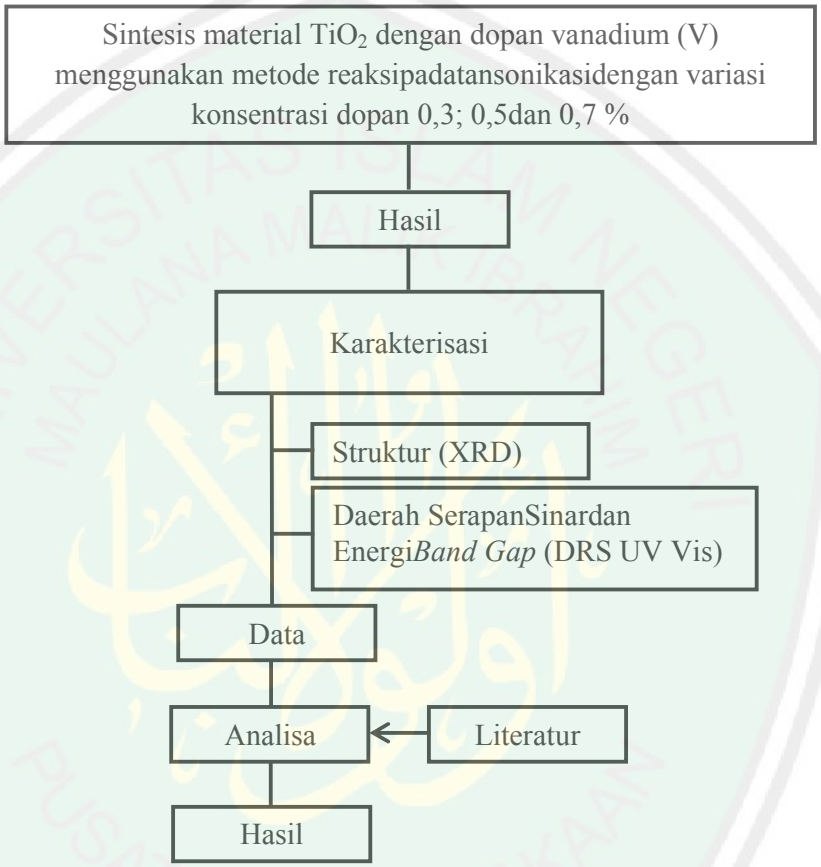
Wu, J. C.S. dan Chen, C-H. 2004. A Visible Ligth Response Vanadium Doped Titania Nanocatalyst by Sol Gel Method, *Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry,* Vol. 163 hlm.509-515.

Zaleska, A. 2008. Doped-TiO_2 : A Review.*Recent Patent on Engginering,* Vol. 2, hlm. 157-164.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN-LAMPIRAN

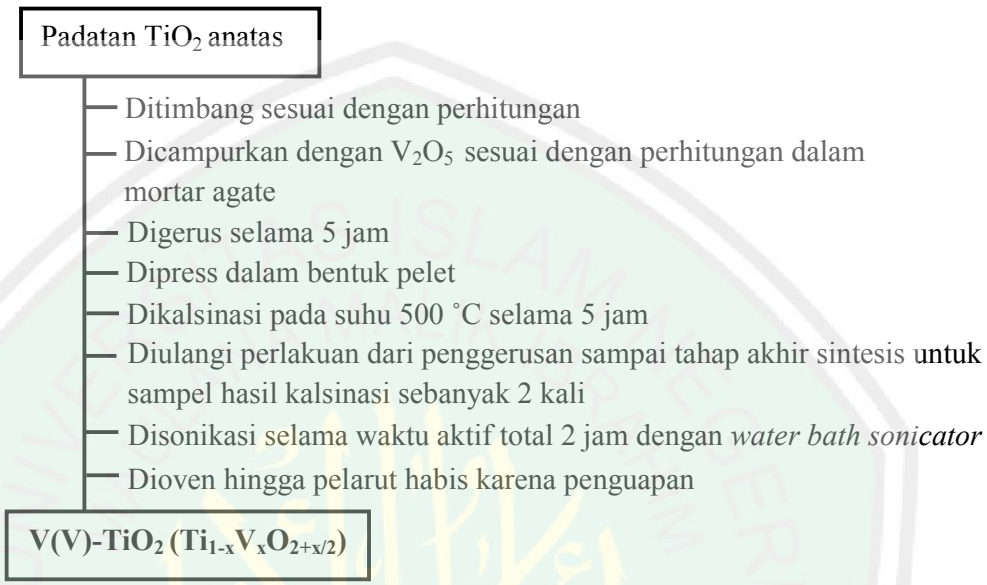
*Lampiran 1*SkemaKerja Penelitian



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 2. **Skema Kerja**

L.2.1 Sintesis Material V(V)-TiO_2 ($Ti_{1-x}V_xO_{2+x/2}$) dengan Reaksi Padatan Sonikasi



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 3 Perhitungan dalam Sintesis Material

L.3.1 Perhitungan berat prekusor (V_2O_5 dan TiO_2) yang digunakan

Berat padatan V-TiO_2 yang ingin disintesis = 2 gram

1. 0,3% V-TiO_2 ($Ti_{0,997}V_{0,003}O_{2,0015}$)

$$\text{Massa } TiO_2 = \frac{0,997 \text{ x Ar Ti}}{\text{Mr}Ti_{i0,997}V_{0,003}O_{2,0015}} \text{ x } \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,997 \text{ x } 47,867 \text{ g/mol}}{78,888 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,597 \text{ x } 1,668 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{1,993 \text{ g}}$$

$$\text{Massa } V_2O_5 = \frac{0,003\text{x Ar V}}{\text{Mr}Ti_{i0,997}V_{0,003}O_{2,0015}} \text{ x } \frac{\text{Mr } V_2O_5}{2 \text{ x Ar V}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,003\text{x } 50,942 \text{ g/mol}}{78,888 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \text{ x } 50,942 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,0019 \text{ x } 1,785 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{0,0068 \text{ g}}$$

2. 0,5% V-TiO_2 ($Ti_{0,995}V_{0,005}O_{2,0025}$)

$$\text{Massa } TiO_2 = \frac{0,995 \text{ x Ar Ti}}{\text{Mr } Ti_{0,995}V_{0,005}O_{2,0025}} \text{ x } \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,995 \text{ x } 47,867 \text{ g/mol}}{79,910 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,595 \text{ x } 1,668 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{1,984g}$$

$$\text{Massa } V_2O_5 = \frac{0,005\text{x Ar V}}{\text{Mr } Ti_{0,995}V_{0,005}O_{2,0025}} \text{ x } \frac{\text{Mr } V_2O_5}{2 \text{ x Ar V}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,003\text{x } 50,942 \text{ g/mol}}{79,910 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \text{ x } 50,942 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,0032 \text{ x } 1,785 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{0,0114 \text{ g}}$$

3. 0,7% V-TiO_2 ($Ti_{0,993}V_{0,007}O_{2,0035}$)

$$\text{Massa } TiO_2 = \frac{0,993 \text{ x Ar Ti}}{\text{Mr } Ti_{0,993}V_{0,007}O_{2,0035}} \text{ x } \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,993 \text{ x } 47,867 \text{ g/mol}}{79,932 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,595 \text{ x } 1,668 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{1,984 \text{ g}}$$

$$\text{Massa } V_2O_5 = \frac{0,007\text{x Ar V}}{\text{Mr } Ti_{0,995}V_{0,005}O_{2,0035}} \text{ x } \frac{\text{Mr } V_2O_5}{2 \text{ x Ar V}} \text{ x massa padatan}$$

$$= \frac{0,007\text{x } 50,942 \text{ g/mol}}{79,932 \text{ g/mol}} \text{ x } \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \text{ x } 50,942 \text{ g/mol}} \text{ x } 2 \text{ g}$$

$$= 0,0045 \text{ x } 1,785 \text{ x } 2 \text{ g} = \mathbf{0,0159 \text{ g}}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

%V	Larutan padat yang terbentuk	Mr (g/mol)	W TiO_2(g)	W V_2O_5(g)
0,3	$Ti_{0,997}V_{0,003}O_{2,0015}$	79,888	1,993	0,0068
0,5	$Ti_{0,995}V_{0,005}O_{2,0025}$	79,910	1,988	0,0114
0,7	$Ti_{0,993}V_{0,007}O_{2,0035}$	79,932	1,984	0,0159

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

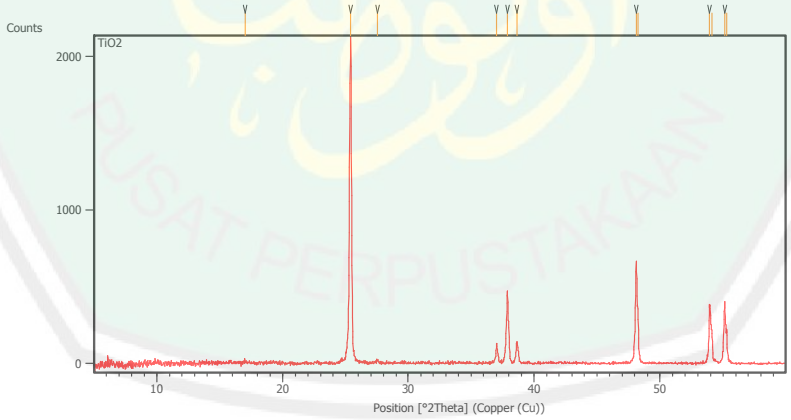
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi XRD

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

Diffr Type	:	X Pert MPD
Diffr Number	:	1
Anode	:	Cu
Labda Alpha 1	:	1.54060
Labda Alpha 2	:	1.54443
Ratio alpha 21	:	0.50000
Divergence Slit Automatic	:	0.250
Receiving Slit	:	12.750
Monochromator Used	:	No
Generator Voltage	:	40 kV
Tube Current	:	30 A
Data Angle Range	:	5-59.9864 (˚2θ)
Scan Step Size	:	0.0167113
Scan Type	:	Continuous
Scan Step Time	:	10.16

L.4.1 Pola XRD Material

1. TiO_2



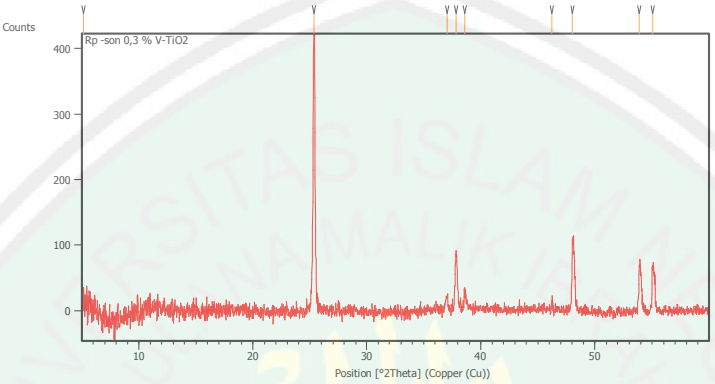
Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHM Left [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.0262	11.47	0.2676	5.20778	0.53
25.3879	2147.38	0.1506	3.50836	100.00
27.5159	16.98	0.1673	3.24167	0.79
37.0183	129.71	0.1004	2.42848	6.04
37.8833	473.19	0.1338	2.37500	22.04
38.6309	148.55	0.1004	2.33074	6.92
48.1164	622.84	0.1224	1.88954	29.00

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

48.2581	349.79	0.0816	1.88901	16.29
53.9497	365.70	0.1224	1.69819	17.03
54.1367	176.81	0.1224	1.69697	8.23
55.1363	402.07	0.1224	1.66442	18.72
55.2955	212.64	0.0612	1.66413	9.90

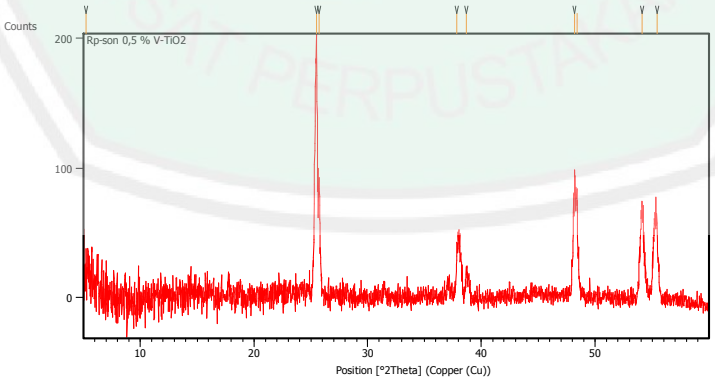
2. 0,3% V-TiO_2



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHM Left [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1275	77.93	0.6691	17.23496	18.46
25.3474	422.09	0.2007	3.51386	100.00
37.0469	19.30	0.2342	2.42668	4.57
37.8348	84.23	0.2342	2.37793	19.95
38.5971	24.38	0.1338	2.33271	5.78
46.2245	6.71	0.1338	1.96400	1.59
48.0120	102.87	0.0669	1.89497	24.37
53.8994	69.47	0.1338	1.70107	16.46
55.0621	72.61	0.1338	1.66787	17.20

3. 0.5% V-TiO_2



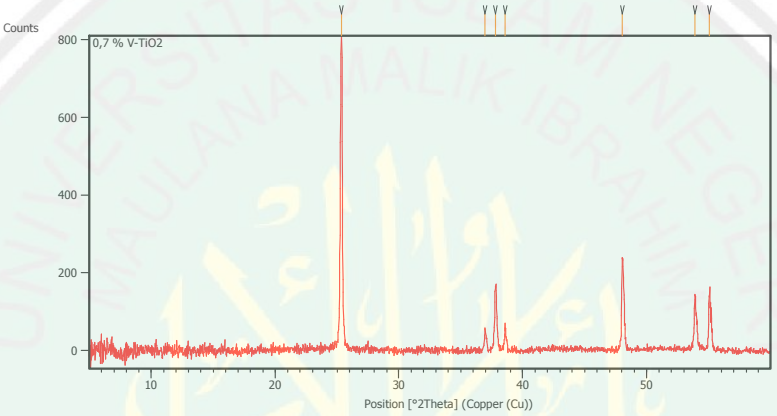
Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2436	93.16	0.6691	16.85367	46.42
25.4807	200.69	0.1171	3.49579	100.00

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

25.7260	78.70	0.1004	3.46301	39.21
37.8523	38.14	0.2007	2.37688	19.01
38.6885	19.28	0.4015	2.32740	9.61
48.1451	78.46	0.2448	1.88848	39.09
48.3832	77.57	0.1632	1.88442	38.65
54.1376	70.05	0.2448	1.69274	34.91
55.3963	60.77	0.4896	1.65722	30.28

4. 0.7% V-TiO_2



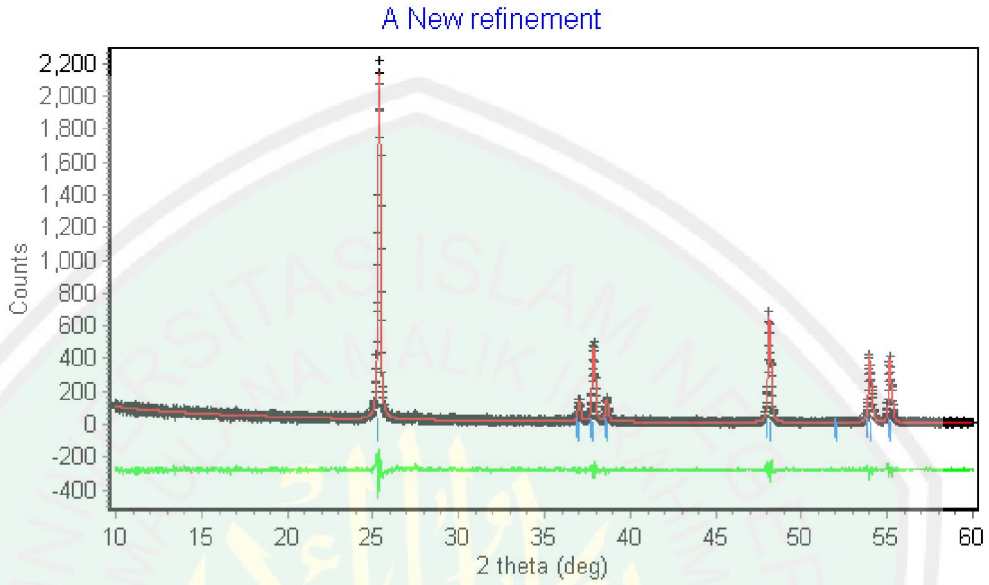
Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3358	810.30	0.1506	3.51545	100.00
36.9427	47.46	0.0836	2.43328	5.86
37.7751	159.30	0.1338	2.38155	19.66
38.5811	59.65	0.1673	2.33364	7.36
48.0085	229.05	0.1338	1.89511	28.27
53.8964	140.00	0.1004	1.70115	17.28
55.0501	136.33	0.0816	1.66682	16.82

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.4.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

1. TiO_2



Output Result :

```
+------------------------------------------------+
|            Phase:  1                           |
+------------------------------------------------+
Cell parameters     =   3.782435  -0.000008   0.000156
                        3.782435  -0.000009   0.000156
                        9.508142  -0.000014   0.000407
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       90.000008   0.000000   0.000000
                       90.000008   0.000000   0.000000
 Cell volume        =  136.031235   0.009844
+------------------------------------------------+
|            Histogram: 1                        |
+------------------------------------------------+
 Scale factor       =   1.0000      0.00000   0.00000
 Zeropoint          =   0.03192  -0.00010   0.00156
Background parameter B0     =  -20.6720      -0.100835E-02   1.25612
Background parameter B1     =   0.165952     0.199520E-04    0.188908E-01
Background parameter B5     =   1275.43      0.979608E-02    17.8438
Preferred orientation       =   1.00000      0.00000         0.00000
 Asymmetry parameters       =   0.02000      0.00000         0.00000
Halfwidth parameters   U    =   0.010000     0.000000        0.000000
                       V    =  -0.005000     0.000000        0.000000
                       W    =   0.020000     0.000000    0.000000
Peak shape parameter  Gam0  =   0.661600  0.000034  0.009599
```

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

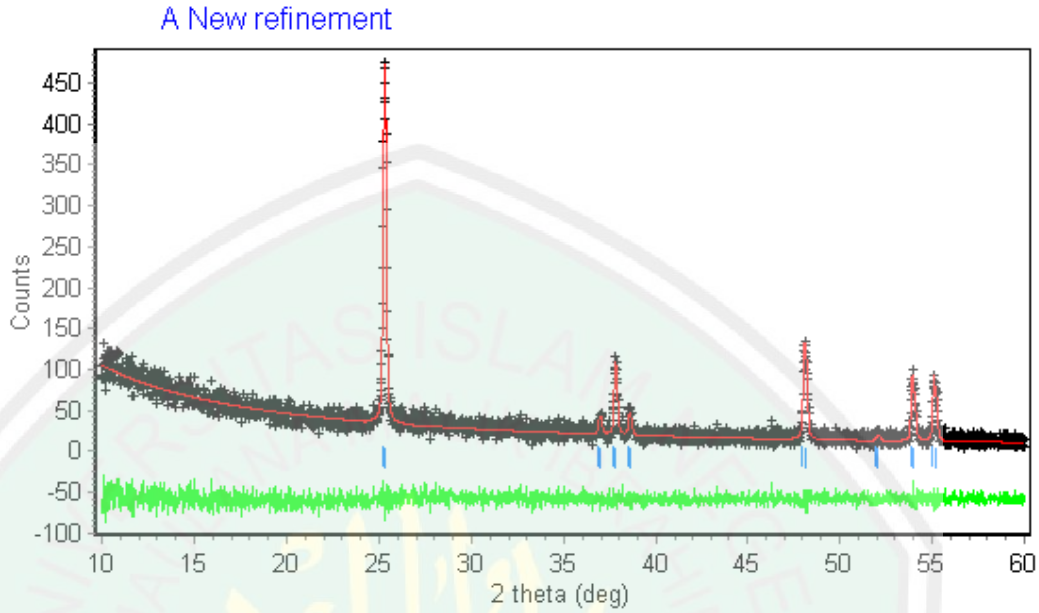
Peak shape parameter Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
Peak shape parameter Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.88	16.51	13.81	1.096	1.534	2985

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION
0.1858E+05	0.1565E+06	0.1529E+06	0.1565E+06	0.1429E+01	0.1046E+16

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. 0,3 % V-TiO_2



Output Result :

```
+-----------------------------------------------+
|              Phase:  1                        |
+-----------------------------------------------+
 Cell parameters          =   3.787233    -0.000002    0.000427
                              3.787233    -0.000002    0.000427
                              9.519016    -0.000004    0.001124
                              90.000008    0.000000    0.000000
                              90.000008    0.000000    0.000000
                              90.000008    0.000000    0.000000
 Cell volume              =   136.532516          0.027079
+-----------------------------------------------+
|            Histogram: 1                       |
+-----------------------------------------------+
 Scale factor             =   1.0000      0.00000   0.00000
 Zeropoint                =   0.06136  -0.00002   0.00603

 Background parameter B 0      =   -15.1675       0.614372E-04    1.16543
 Background parameter B 1      =   0.107150       -0.109399E-05   0.174509E-
01
 Background parameter B 5      =   1193.75        -0.692033E-03   16.6042
 Preferred orientation         =   1.00000   0.00000   0.00000
 Asymmetry parameters          =   0.06077   0.00000   0.00486
 Halfwidth parameters    U     =   0.010000        0.000000        0.000000
                         V     =   -0.005000       0.000000        0.000000
                         W     =   0.020000        0.000000        0.000000
```

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

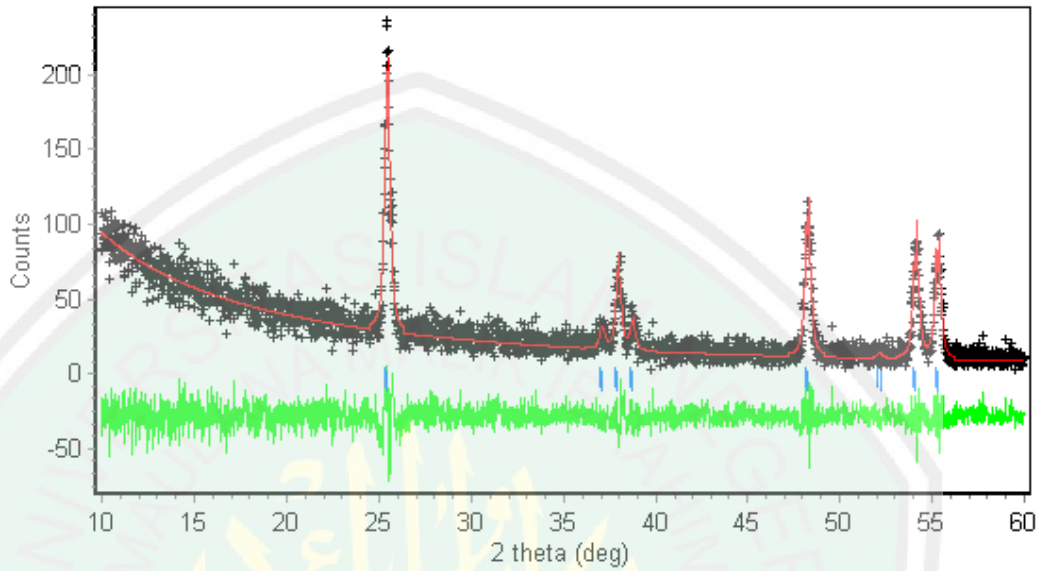
Peak shape parameter Gam0 = 0.635409 0.000000 0.029925
Peak shape parameter Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
Peak shape parameter Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	13.33	18.24	16.42	1.809	1.816	2983

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION
0.1476E+05	0.1107E+06	0.1071E+06	0.1107E+06	0.1235E+01	0.1582E+15

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. 0,5 % V-TiO_2



Output Result :

Phase: 1			
Cell parameters	=	3.787175	-0.000067	0.000665
		3.787175	-0.000067	0.000665
		9.524402	-0.000093	0.001744
		90.000008	0.000000	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000
Cell volume	=	136.605591	0.042139	

Histogram: 1				
Scale factor	=	1.0000	0.00000	0.00000
Zeropoint	=	0.18670	-0.00049	0.00993
Background parameter B 0	=	-20.3508	0.225468E-02	1.14611
Background parameter B 1	=	0.177898	-0.237664E-04	0.172255E-01
Background parameter B 5	=	1130.57	-0.249113E-01	16.3826
Preferred orientation	=	1.00000	0.00000	0.00000
Asymmetry parameters	=	0.07684	-0.00001	0.00802

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

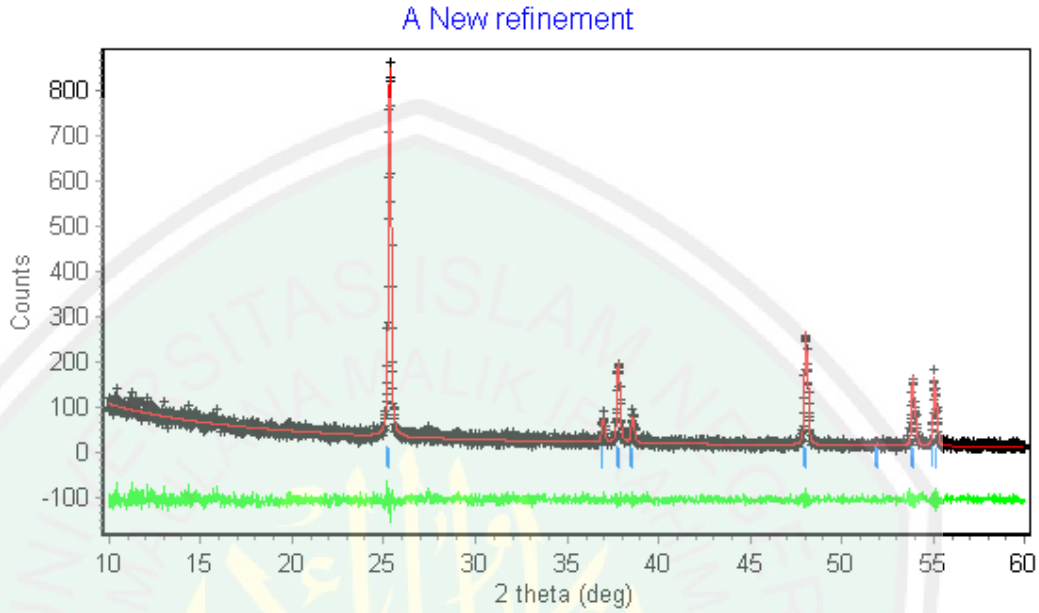
Halfwidth parameters U = 0.010000 0.000000 0.000000
V = -0.004500 0.000000 0.000000
W = 0.018000 0.000000 0.000000
Peak shape parameter Gam0 = 1.792566 -0.001056 0.023486
Peak shape parameter Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
Peak shape parameter Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	15.64	20.75	17.58	1.459	1.605	2983

SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION
0.1509E+05	0.9653E+05	0.9296E+05	0.9653E+05	0.1393E+01	0.8869E+14

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. 0,7 % V-TiO_2



Output Result :

+----------+

| Phase: 1 |

+----------+

Cell parameters	=	3.782500	0.000000	0.000000
		3.782500	0.000000	0.000000
		9.505800	0.000000	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000
		90.000008	0.000000	0.000000
Cell volume	=	136.002396	0.000000	

+----------+

| Histogram: 1 |

+----------+

Scale factor	=	1.0000	0.00000	0.00000
Zeropoint	=	-0.02463	-0.00006	0.00077
Background parameter B 0	=	-16.1205	-0.514607E-03	1.24497
Background parameter B 1	=	0.128173	0.103532E-04	0.186492E-01
Background parameter B 5	=	1200.74	0.610908E-02	17.7621
Preferred orientation	=	1.00000	0.00000	0.00000
Asymmetry parameters	=	0.02000	0.00000	0.00000

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Halfwidth parameters U = 0.010000 0.00000 0.000000
V = -0.005000 0.00000 0.000000
W = 0.020000 0.00000 0.000000
Peak shape parameter Gam0 = 0.200000 0.000000 0.000000
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	13.92	18.92	15.85	1.165	1.556	2988

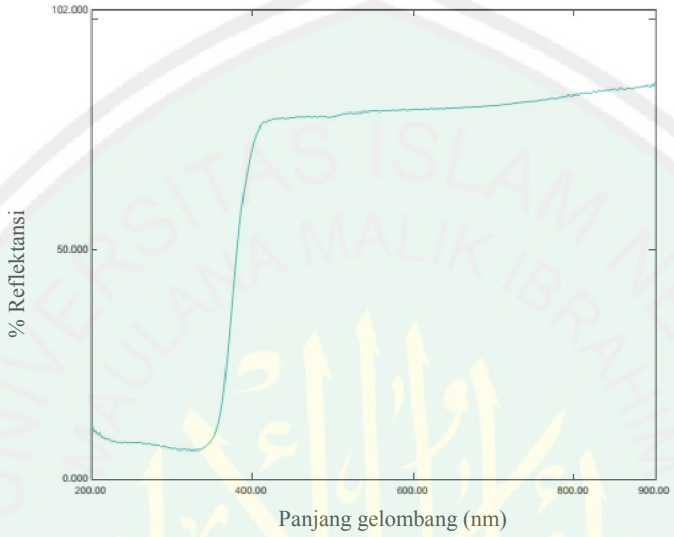
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION
0.1655E+05	0.1189E+06	0.1151E+06	0.1189E+06	0.1424E+01	0.5654E+09

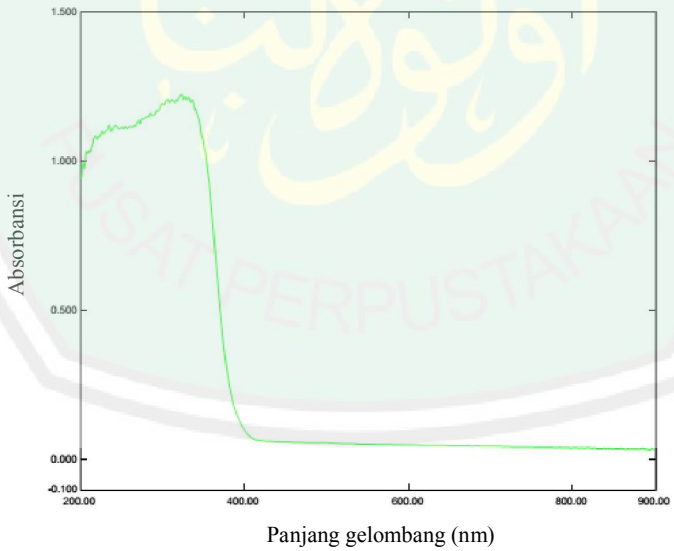
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

***Lampiran 5* Hasil Karakterisasi Spektroskopi UV Vis Difus Reflektansi**

Analisis energy *band gap* material dilakukan di Laboratorium Afiliasi Jurusan Kimia FMIPA Universitas Indonesia.

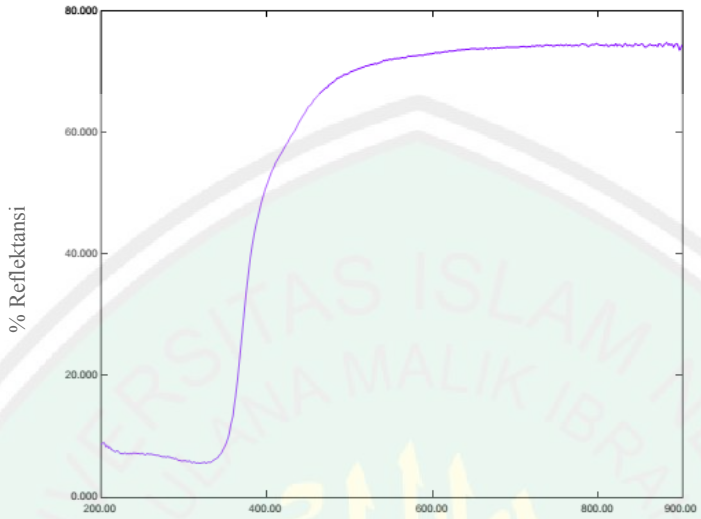
1. TiO_2

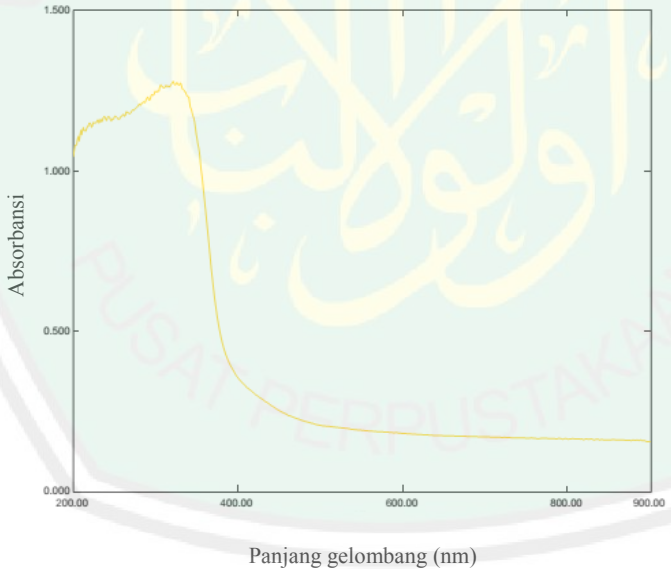




CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

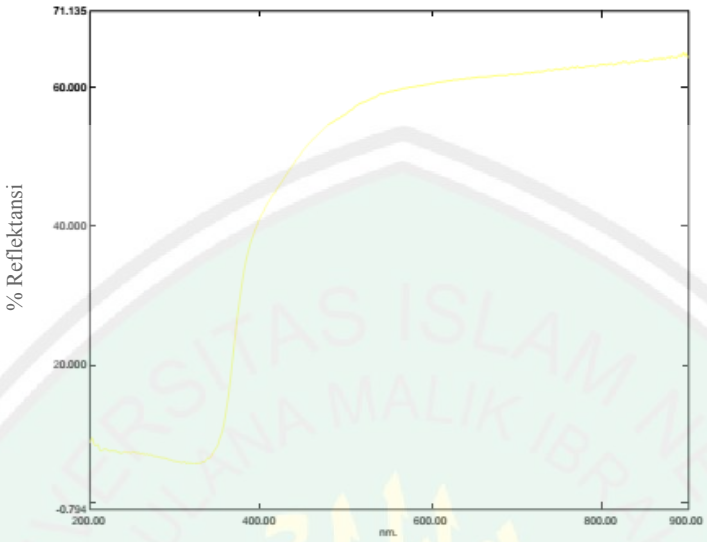
2. 0,3 % V-TiO_2



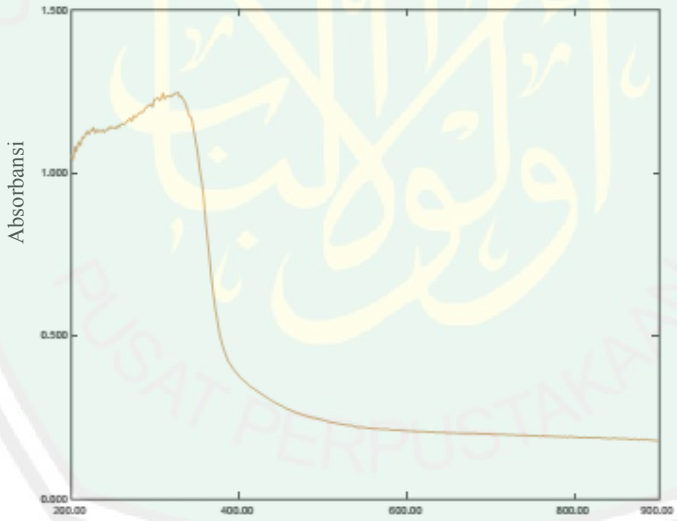


CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. 0,5 % V-TiO_2



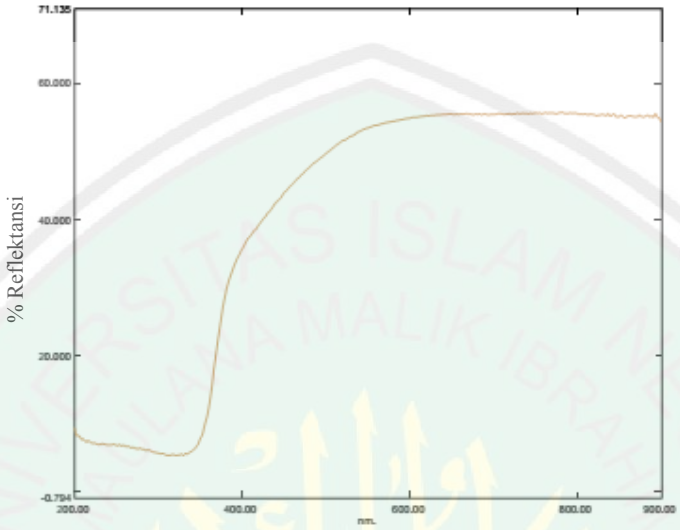
Panjang gelombang (nm)

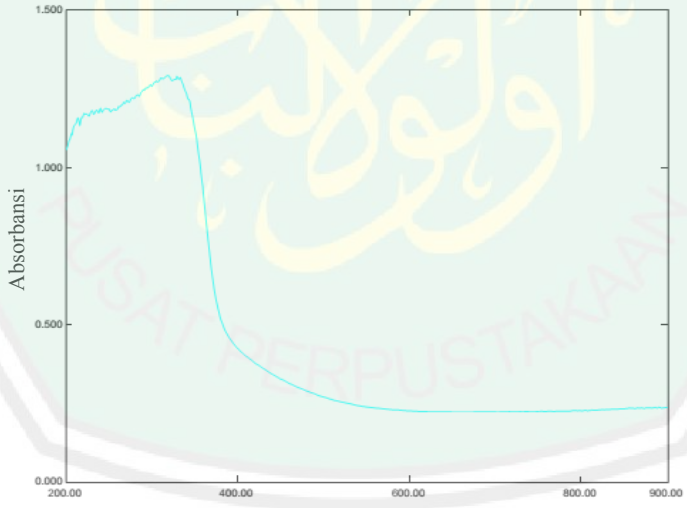


Panjang gelombang (nm)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. 0,7 % V-TiO_2





CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 6 Perhitungan dan Analisa Data

L.6.1 Ukuran Partikel V-TiO_2

Persamaan Debye-Scherrer

D = (K λ)/ (β cos θ)

D = Ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

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

1. TiO_2

λ = 0,1540598 nm

˚2θ = 25,3879

θ = 12,694

cos θ = 0,9919

$\beta = \frac{0.1506}{180} x\ 3.14 = 0.0026$

$D = \frac{0,9 \text{ x } 0,1540598 \text{ nm}}{0,0026\ x\ 0,9919} = 53.21\ nm$

2. 0,3 % V-TiO_2

λ = 0,1540598 nm

˚2θ = 25,3474

θ = 12,6737

cos θ = 0,99425

$\beta = \frac{0.2007}{180} x\ 3.14 = 0.0035$

$D = \frac{0,9 \text{ x } 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035\ x\ 0,99425} = 39,83\ nm$

3. 0,5 % V-TiO_2

λ = 0,1540598 nm

˚2θ = 25.4807

θ = 12,7404

cos θ = 0,9849

$\beta = \frac{0.1171}{180} x\ 3.14 = 0.0020$

$D = \frac{0,9 \text{ x } 0,1540598 \text{ nm}}{0,0020\ x\ 0,9849} = 68,92\ nm$

4. 0,7 % V-TiO_2

λ = 0,1540598 nm

˚2θ = 25.3358

θ = 12,6679

cos θ = 0,99485

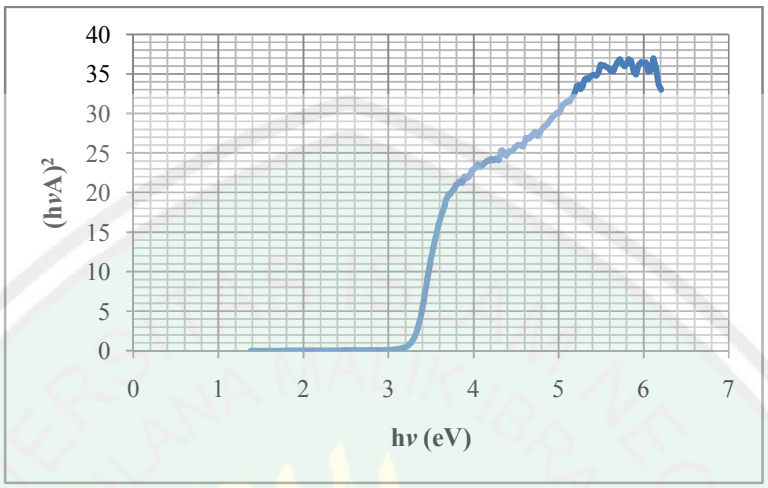
$\beta = \frac{0.1506}{180} x\ 3.14 = 0.0026$

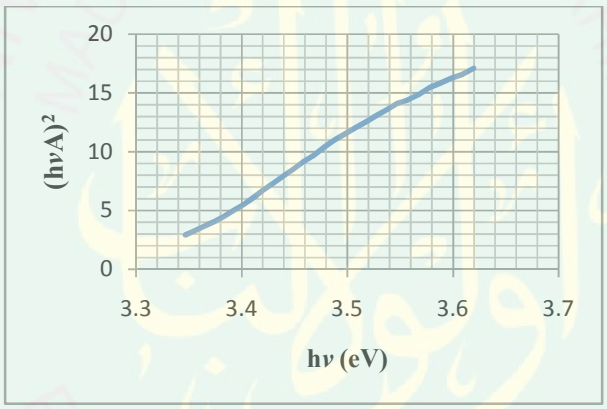
$D = \frac{0,9 \text{ x } 0,1540598 \text{ nm}}{0,0026\ x\ 0,99485} = 53,05\ nm$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L.6.2 Penentuan Energi *Band Gap*

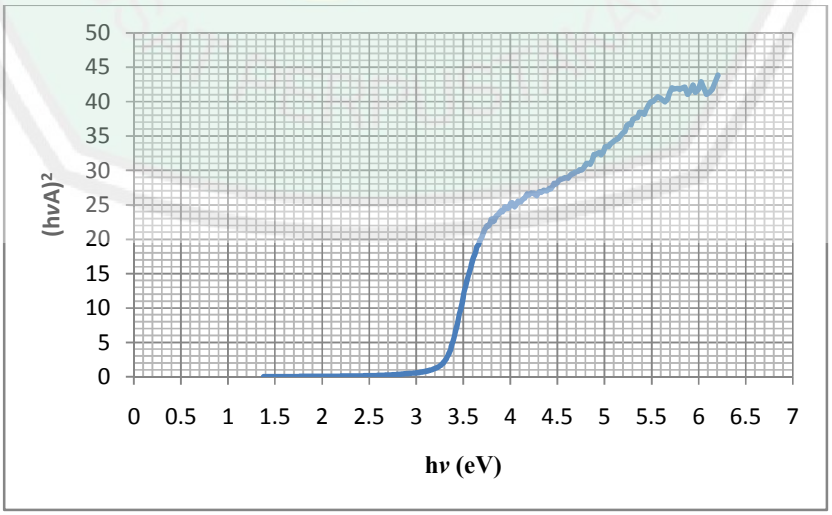
1. TiO_2



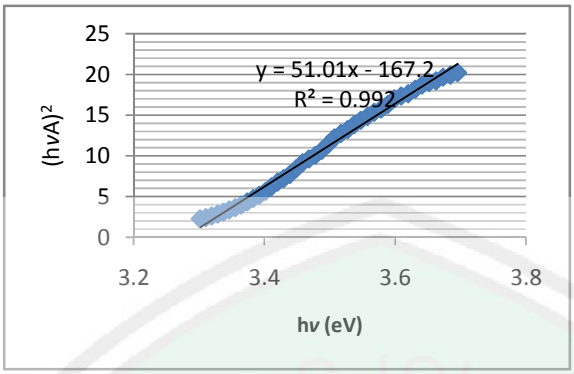


Persamaan :
y = 54.65x - 180.10
0 = 54.65x - 180.10
x = 3.295 eV

2. 0,3 % V-TiO_2

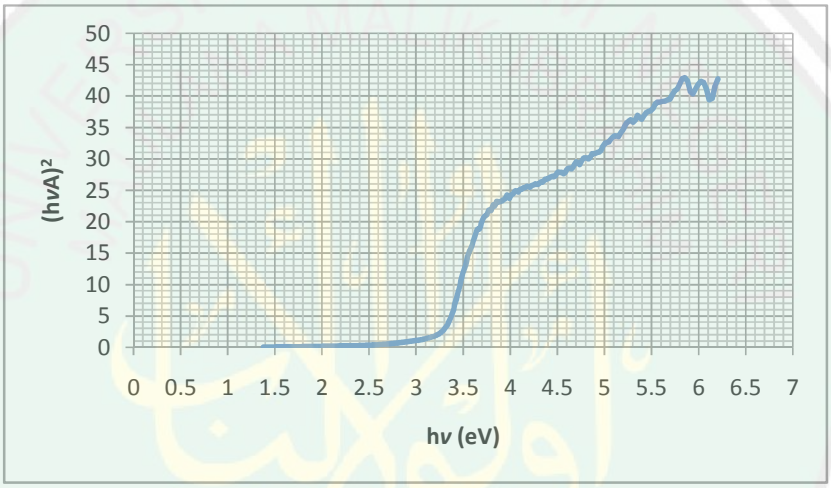


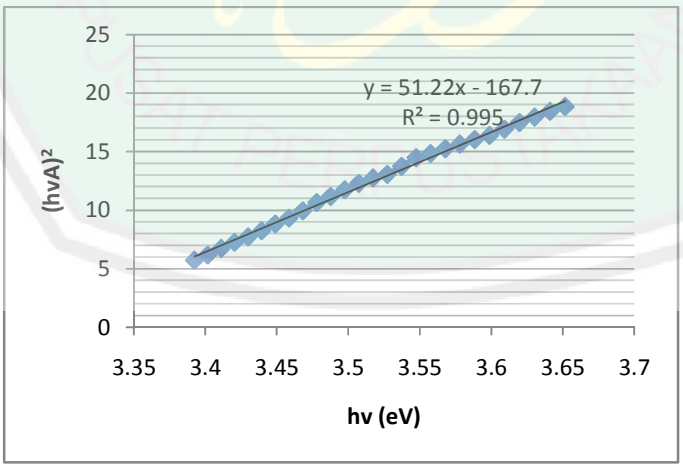
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Persamaan :
y = 51.01x - 167.2
0 = 51.01x – 167.2
x = 3.278 eV

3. 0,5 % V-TiO_2

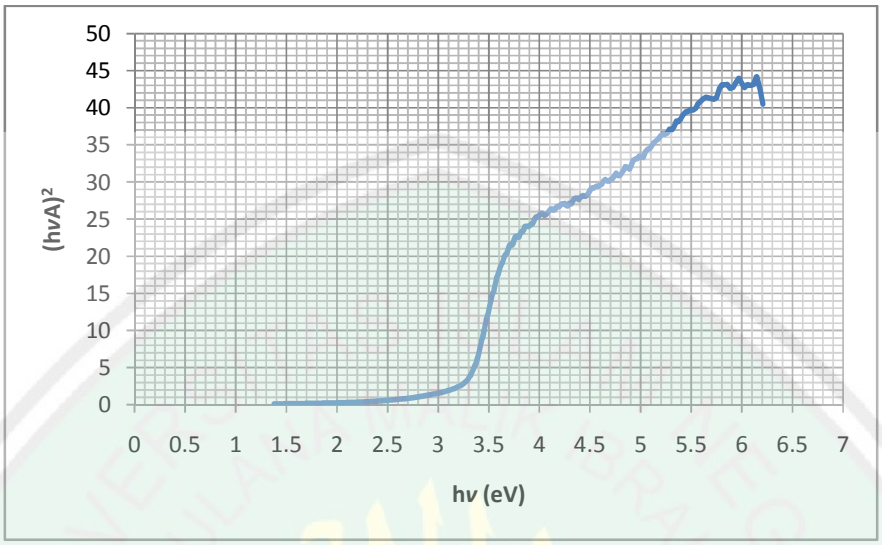


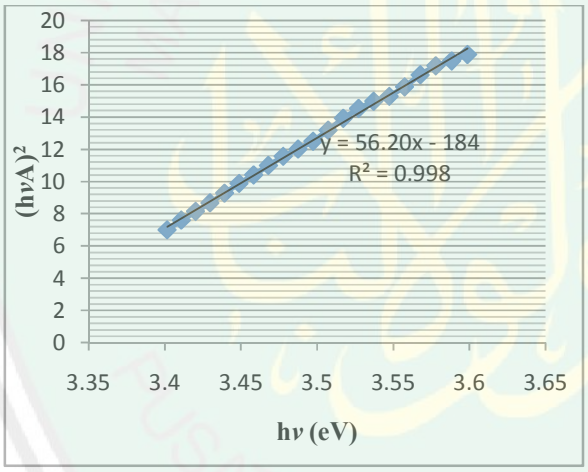


Persamaan :
y = 51.22 x – 167.7
0 = 51.22 x – 167.7
x = 3.274 eV

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. 0.7 % V-TiO_2

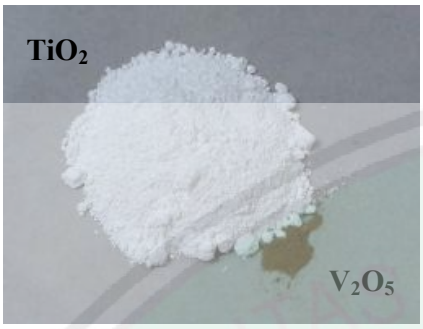




Persamaan :
y = 56,20X - 184
0 = 56,20X – 184
x = 3,274 eV

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 7 **Dokumentasi**

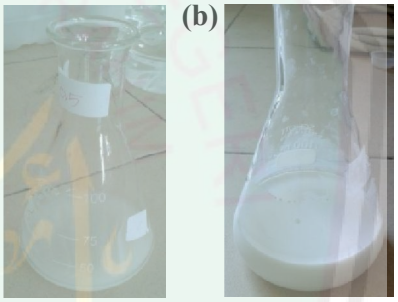


1. Serbuk TiO_2 dan V_2O_5 (Hasil penimbangan untuk V = 0,5 %)

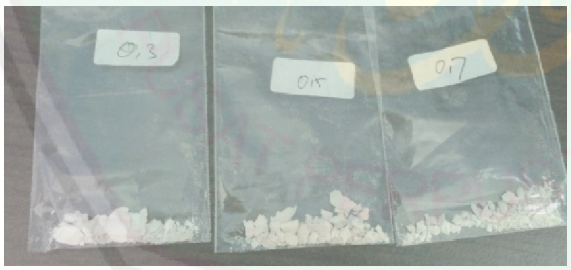
2. Campuran TiO_2 dan V_2O_5 sebelum dikalsinasi (tahap 1)

3. Campuran TiO_2 dan V_2O_5 (0,3% V-TiO_2) setelah dikalsinasi (tahap 1)

a) (b)



4. Campuran TiO_2 dan V_2O_5 (0,5% V-TiO_2) (a) sebelum (b) sesudah disonikasi selama 2 jam



7. Campuran TiO_2 dan V_2O (atas) sebelum (bawah) setelah disonikasi dan dihaluskan

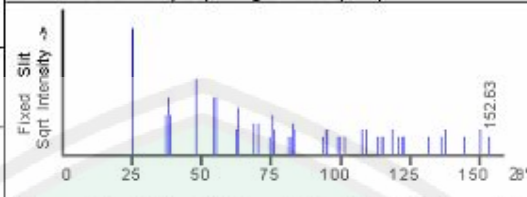
6. Proses sonikasi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran 8 JCPDS TiO_2 Anatas

21-1272 Quality: *
CAS Number:
Molecular Weight: 79.90
Volume[CD]: 136.31
Dx: 3.893 Dm:
S.G.: I41/amd (141)
Cell Parameters:
a 3.785 b c 9.513
α β γ
SS/FOM: F30=74(.0116, 35)
I/Icor: 3.3
Rad:
Lambda:
Filter:
d-sp:
Mineral Name:
Anatase, syn

Ti O2
Titanium Oxide
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 7, 82 (1969)



2θ	int-f	h	k	l	2θ	int-f	h	k	l	2θ	int-f	h	k	l
25.281	100	1	0	1	76.020	4	3	0	1	112.84	<2	3	0	7
36.947	10	1	0	3	80.727	<2	0	0	8	113.86	2	3	2	5
37.801	20	0	0	4	82.139	2	3	0	3	114.90	2	4	1	1
38.576	10	1	1	2	82.652	6	2	2	4	118.43	4	2	1	9
48.050	35	2	0	0	83.149	4	3	1	2	120.10	2	2	2	8
53.891	20	1	0	5	93.221	2	2	1	7	121.72	<2	4	1	3
55.062	20	2	1	1	94.182	4	3	0	5	122.33	2	4	0	4
62.121	4	2	1	3	95.143	4	3	2	1	131.03	2	4	2	0
62.690	14	2	0	4	98.319	2	1	0	9	135.99	<2	3	2	7
68.762	6	1	1	6	99.804	2	2	0	8	137.39	4	4	1	5
70.311	6	2	2	0	101.22	2	3	2	3	143.88	2	3	0	9
74.031	<2	1	0	7	107.44	4	3	1	6	150.03	4	4	2	4
75.032	10	2	1	5	108.96	4	4	0	0	152.63	2	0	0	12

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG