



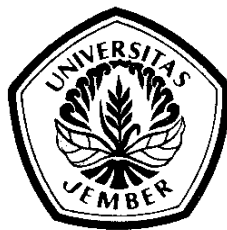
**SINTESIS  $\text{TiO}_2$  NANOTUBE SEBAGAI PENDEGRADASI SENYAWA  
DIAZINON**

**SKRIPSI**

Oleh

**Ainul Maghfirah  
NIM 091810301039**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2014**



**SINTESIS  $\text{TIO}_2$  NANOTUBE SEBAGAI PENDEGRADASI SENYAWA  
DIAZINON**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

**Ainul Maghfirah**  
**NIM 091810301039**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS JEMBER**  
**2014**

## **PERSEMBAHAN**

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ayahanda Abdullah dan Ibunda Muslimah;
2. kelima saudaraku, Alm. Hasan Saiful Ulum, Ahmad Hanafi, Nurul Hidayatullah, Zein Hafifah, dan Ahmad Maulana;
3. bapak/ibu guru di MI. Raudlatul Ulum, MTs. Miftahul Khair, SMA Nurul Jadid, Bapak/Ibu dosen Jurusan Bahasa Inggris STT Nurul Jadid, dan Jurusan Kimia FMIPA UNEJ;
4. Almamater tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

## MOTTO

Dan Dia telah menundukkan utukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berpikir.

(terjemahan Surat *Al-Jaatsiyah* ayat 13) \*

Bila kamu tak tahan (akan) lelahnya belajar, maka kamu akan menanggung perihnya kebodohan (Imam Syafi'i)\*\*

Hanya ada satu negara yang pantas menjadi negaraku.  
Ia tumbuh dengan perbuatan dan perbuatan itu adalah perbuatanku.

(Bung Hatta)\*\*\*

---

\* Departemen Agama Republik Indonesia. 2005. *Al Qur'an dan Terjemahnya*. Bandung: J-ART.

\*\* Kutipan Imam Syafi'I, Pendiri Madzhab Imam Syafi'i

\*\*\*Kutipan Dr. Drs. H.Mohammad Hatta, Wakil Presiden Indonesia Pertama

## PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ainul Maghfirah

NIM : 091810301039

menyatakan dengan sungguh-sungguh bahwa karya ilmiah berjudul “Sintesis  $\text{TiO}_2$  *Nanotube* Sebagai Pendegradasi Senyawa Diazinon” adalah benar-benar karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan merupakan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak manapun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 3 November 2014

Yang menyatakan,

Ainul Maghfirah

NIM 091810301039

**SKRIPSI**

**SINTESIS  $\text{TIO}_2$  *NANOTUBE* SEBAGAI PENDEGRADASI SENYAWA  
DIAZINON**

Oleh

Ainul Maghfirah

NIM 091810301039

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Novita Andarini, S.Si, M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Tri Mulyono, S.Si, M.Si

## PENGESAHAN

Karya ilmiah skripsi berjudul “Sintesis  $\text{TiO}_2$  Nanotube Sebagai Pendegradasi Senyawa Diazinon” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : **RABU 12 NOV 2014**

tempat : Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

### Tim Penguji:

Ketua,



Novita Andarini, S.Si, M.Si  
NIP 197211122000032001

Sekretaris,



Tri Mulyono, S.Si, M.Si  
NIP 196810201998021002

Anggota I,



Dwi Indarti, S.Si, M.Si  
NIP 197409012000032004

Anggota II,



Ika Oktavianawati, S.Si, M.Sc  
NIP 198010012003122001

### Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,



Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D  
NIP 196101081986021001

## RINGKASAN

**Sintesis TiO<sub>2</sub> Nanotube Sebagai Pendegradasi Senyawa Diazinon;** Ainul Maghfirah, 091810301039; 2014; 43 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

TiO<sub>2</sub> *nanotube* (TNT) diketahui mempunyai sifat yang sangat unggul dibandingkan dalam bentuk nanokristal lainnya. Metode sederhana yang saat ini sedang banyak digunakan dalam sintesis TNT adalah metode hidrotermal dalam suatu wadah tertutup. Metode hidrotermal sangat dipengaruhi oleh kondisi hidrotermal seperti suhu hidrotermal, lama reaksi, prekursor, fraksi pengisian, rasio TiO<sub>2</sub>/NaOH dan konsentrasi NaOH. Selama ini penelitian pengaruh beberapa parameter terhadap sifat – sifat TNT masih banyak difokuskan pada pengaruh suhu dan lama hidrotermal, sedangkan penelitian tentang pengaruh konsentrasi NaOH masih sedikit dan kebanyakan hanya fokus pada bentuk morfologi dan luas permukaannya. Besarnya konsentrasi NaOH akan memperbesar laju reaksi sehingga pada konsentrasi NaOH yang berbeda akan diperoleh morfologi dan luas permukaan yang berbeda juga. Perbedaan karakter morfologi dan luas permukaan pada TNT dengan konsentrasi NaOH yang berbeda, juga akan memiliki kemampuan fotokatalitik yang berbeda. Selain konsentrasi NaOH, prekursor yang digunakan juga berperan penting dalam sintesis TNT. TiO<sub>2</sub> nanopartikel (TNP) menjadi salah satu prekursor yang paling banyak digunakan dalam sintesis TNT menggunakan metode hidrotermal. Tujuan penelitian ini adalah (i) mengetahui efektivitas TNP dan TNT dalam mendegradasi senyawa diazinon, (ii) mengetahui pengaruh variasi konsentrasi molar NaOH terhadap karakteristik TNT dalam mendegradasi senyawa diazinon, dan (iii) mengetahui karakteristik morfologi TNT.

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu (i) sintesis TiO<sub>2</sub> nanopartikel (TNP), (ii) sintesis TiO<sub>2</sub> *nanotube* (TNT), (iii) uji efektivitas, (iv) karakterisasi luas



permukaan, (v) karakterisasi morfologi dan (vi) analisa data. Proses sintesis TNP dilakukan dengan mereaksikan NaOH dan  $\text{TiO}_2$  *micropowder* dalam *autoclave Teflon lined* selama 24 jam pada suhu  $130\text{ }^\circ\text{C}$ . Hasil hidrotermal kemudian dinetralkan dengan HCl dan dikeringkan, selanjutnya diberi perlakuan panas (kalsinasi) pada suhu  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . TNP yang dihasilkan kemudian digunakan sebagai prekursor dalam pembuatan TNT dengan variasi konsentrasi molar NaOH, 8, 9, dan 10 M. Prosedur pembuatan TNT sama dengan prosedur pembuatan TNP tanpa kalsinasi. Uji efektivitas dilakukan terhadap larutan diazinon. Fotokatalis yang dihasilkan dicampurkan dengan larutan diazinon, kemudian disinari lampu UV selama 1 jam. Larutan hasil uji ditentukan konsentrasinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui persen degradasi. Karakterisasi luas permukaan produk dilakukan dengan menggunakan metode BET (Brauner-Emmett-Teller), sedangkan morfologi TNT dikarakterisasi menggunakan SEM. Selain itu, TNP sebelum dikalsinasi dan  $\text{TiO}_2$  *micropowder* juga dikarakterisasi luas permukaannya sebagai pembanding.

Hasil analisis penelitian didapatkan urutan kemampuan fotokatalitik TNT>TNP> $\text{TiO}_2$  *micropowder*. Hasil ini sesuai dengan data luas permukaan fotokatalis, di mana luas permukaan TNT, TNP, dan  $\text{TiO}_2$  *micropowder* berturut-turut adalah 185,4, 92,22 dan 8,907  $\text{m}^2/\text{g}$ . Konsentrasi NaOH yang digunakan dalam sintesis TNT memberikan pengaruh pada efektivitas fotokatalitik TNT. Konsentrasi NaOH 10 M yang digunakan dalam proses hidrotermal memiliki efektivitas fotokatalitik yang paling besar. Besarnya konsentrasi NaOH akan memperbesar kemungkinan terjadinya tumbukan dengan partikel  $\text{TiO}_2$  selama proses hidrotermal, sehingga kemungkinan terbentuknya partikel *nanotube* akan semakin banyak dan dapat meningkatkan kemampuan fotokatalitik produk yang dihasilkan. Hasil SEM menunjukkan TNT dengan morfologi bentuk bulat memanjang.

## PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis  $\text{TiO}_2$  *Nanotube* Sebagai Pendegradasi Senyawa Diazinon”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D, selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto S.Si, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember;
3. Novita Andarini S.Si, M.Si, dan Tri Mulyono S.Si, M.Si, selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran serta perhatiannya untuk memberikan dukungan, dan pengarahan demi terselesaikannya penulisan skripsi ini;
4. Dwi Indarti S.Si, M.Si, dan Ika Oktavianawati S.Si, M.Sc, selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktunya guna menguji, memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. dosen-dosen FMIPA umumnya, dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah banyak memberikan ilmu dan pengetahuan;
6. teman-teman angkatan 2009 untuk semua semangat, dukungan, dan kenangan yang telah diberikan;
7. rekan-rekan aktivis LPM ALPHA, UKM IONS, dan HIMAKI yang telah banyak memberikan pelajaran dan pengalaman;
8. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Penulis menerima segala bentuk kritik dan saran yang sifatnya membangun. Akhirnya penulis berharap, semoga karya tulis ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, November 2014

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN MOTTO .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN.....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN.....</b>	<b>vi</b>
<b>RINGKASAN .....</b>	<b>vii</b>
<b>PRAKATA.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiv</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xv</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xvi</b>
<b>BAB 1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Latar Belakang.....</b>	<b>1</b>
<b>1.2 Rumusan Masalah.....</b>	<b>3</b>
<b>1.3 Tujuan Penelitian.....</b>	<b>4</b>
<b>1.4 Batasan Masalah .....</b>	<b>4</b>
<b>1.5 Manfaat Penelitian.....</b>	<b>4</b>
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1 Fotokatalis.....</b>	<b>5</b>
<b>2.2 Titanium Dioksida .....</b>	<b>6</b>
<b>2.3 Teknik Hidrotermal.....</b>	<b>7</b>
<b>2.4 Mekanisme Pembentukan TiO<sub>2</sub> Nanotube (TNT).....</b>	<b>11</b>
<b>2.5 Karakterisasi Katalis .....</b>	<b>13</b>
2.5.1 Metode BET (Brauner-Emmett-Teller) .....	13
2.5.2 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i> .....	14

2.5.3 X-Ray Diffraction (XRD) .....	15
2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis .....	15
<b>2.6 Diazinon .....</b>	<b>16</b>
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>17</b>
<b>3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....</b>	<b>17</b>
<b>3.2 Alat dan Bahan.....</b>	<b>17</b>
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan .....	17
<b>3.3 Diagram Alir Penelitian .....</b>	<b>18</b>
<b>3.4 Prosedur Kerja.....</b>	<b>18</b>
3.4.1 Pembuatan Larutan NaOH 7 M .....	18
3.4.2 Pembuatan Larutan NaOH 8 M .....	19
3.4.3 Pembuatan Larutan NaOH 9 M .....	19
3.4.4 Pembuatan Larutan NaOH 10 M .....	19
3.4.5 Pembuatan Larutan NaOH 11 M .....	19
3.4.6 Pembuatan Larutan HCl 1 M .....	20
3.4.7 Pembuatan <i>Buffer</i> Fosfat pH 7 .....	20
3.4.8 Preparasi Larutan Diazinon .....	20
3.4.8.1 Pembuatan Larutan Diazinon 90000 ppm .....	20
3.4.8.2 Pembuatan Larutan Diazinon 1000 ppm .....	20
3.4.8.3 Pembuatan Larutan Diazinon 200 ppm .....	20
3.4.9 Sintesis TiO <sub>2</sub> nanopartikel (TNP) .....	21
3.4.9.1 Variasi Konsentrasi Molar NaOH .....	21
3.4.9.2 Variasi Lama Hidrotermal .....	21
3.4.10 Sintesis TiO <sub>2</sub> <i>nanotube</i> (TNT) .....	22
3.4.11 Fotodegradasi Larutan Diazinon.....	23
3.4.12 Analisis Konsentrasi Diazinon Hasil Fotodegradasi dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis .....	23
3.4.12.1 Pembuatan Kurva Standar .....	23

3.4.12.2 Analisis Sampel Uji Hasil Fotodegradasi.....	24
3.4.13 Analisis Data.....	24
3.4.13.1 Uji Efektivitas Fotokatalitik .....	24
3.4.13.2 Karakterisasi Luas Permukaan menggunakan metode BET (Brauner-Emmett-Teller) .....	24
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>26</b>
<b>4.1 Efektivitas Fotokatalitik.....</b>	<b>26</b>
4.1.1 Efektivitas TiO <sub>2</sub> Nanopartikel (TNP) .....	26
4.1.1.1 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Diazinon.....	26
4.1.1.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar.....	27
4.1.1.3 Persen Degradasi .....	27
4.1.2 Efektivitas TiO <sub>2</sub> <i>Nanotube</i> (TNT) .....	33
<b>4.2 Morfologi TNT.....</b>	<b>36</b>
<b>BAB 5. PENUTUP.....</b>	<b>38</b>
<b>5.1 Kesimpulan.....</b>	<b>38</b>
<b>5.2 Saran .....</b>	<b>38</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>39</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>44</b>

## DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Pengaruh konsentrasi NaOH terhadap morfologi titanat .....	9
4.2 Persen Fotodegradasi diazinon oleh TiO <sub>2</sub> sebelum (TiO <sub>2</sub> <i>micropowder</i> ) dan sesudah hidrotermal dalam sintesis TNP variasi konsentrasi molar NaOH selama 6 jam	28
4.2 Persen Fotodegradasi diazinon oleh TiO <sub>2</sub> sesudah hidrotermal variasi lama hidrotermal dengan konsentrasi NaOH 9 M .....	29
4.3 Persen Degradasi TNT .....	34

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Reaksi Fotokatalisis TiO <sub>2</sub> .....	5
2.2 Rute Evolusi Produk Hidrotermal di Bawah Kondisi Alkali yang Berbeda .....	10
2.3 Mekanisme Pembentukan TiO <sub>2</sub> <i>Nanotube</i> (3D-2D-1D).....	12
2.4 Hasil SEM TNT .....	14
2.5 Struktur Diazinon.....	16
3.1 Diagram Alir Penelitian .....	18
4.1 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Larutan Diazinon 10 ppm.....	26
4.2 Kurva Kalibrasi.....	27
4.3 Difraktogram TiO <sub>2</sub> <i>Micropowder</i> .....	30
4.4 Difraktogram sampel T9B dan T9C.....	32
4.5 Persen Degradasi TNP dan TNT .....	35
4.6 Hasil SEM TNT Perbesaran 1000x .....	36
4.7 Hasil SEM TNT 10 Perbesaran 50000x.....	37
4.8 Hasil SEM TNT 10 Perbesaran 100000x.....	37



## DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

A.	Nilai Absorbansi Diazinon setelah Diuji dengan Fotokatalis TiO <sub>2</sub> <i>Micropowder</i> dan TiO <sub>2</sub> Hasil Hidrotermal .....	44
B.	Penentuan Konsentrasi Diazinon setelah Diuji dengan Fotokatalis TiO <sub>2</sub> <i>Micropowder</i> dan TiO <sub>2</sub> Hasil Hidrotermal .....	45
B.1	Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Diazinon.....	45
B.1.1	Kurva Kalibrasi Larutan Diazinon untuk Fotodegradasi Diazinon Oleh TiO <sub>2</sub> <i>micropowder</i> dan TiO <sub>2</sub> Hasil Hidrotermal Pertama tanpa pemanasan .....	45
B.1.2	Kurva Kalibrasi Larutan Diazinon untuk Fotodegradasi Diazinon Oleh TiO <sub>2</sub> <i>micropowder</i> dan TiO <sub>2</sub> Hasil Hidrotermal Pertama tanpa pemanasan .....	46
B.2	Penentuan Konsentrasi Akhir Diazinon .....	47
B.3	Penentuan Persentase Degradasi Diazinon Oleh Fotokatalis TiO <sub>2</sub> <i>micropowder</i> , TNP dan TNT Mendegradasi Larutan Diazinon .....	48
C.	Perhitungan Larutan Buffer Fosfat pH 7 .....	49
D.	Karakterisasi Morfologi TiO <sub>2</sub> Hasil Hidrotermal Kedua dengan Konsentrasi NaOH 10 M .....	50
D.1	Gambar SEM TNT perbesaran 1000x.....	50
D.2	Gambar SEM TNT perbesaran 50000x.....	50
D.3	Gambar SEM TNT perbesaran 100000x.....	50
E.	Data Hasil Uji Luas Permukaan Menggunakan Metode BET TiO <sub>2</sub> .....	51
E.1	TiO <sub>2</sub> <i>Micropowder</i> .....	51
E.2	T9B .....	53
E.3	TNT 10 .....	55
F.	Data <i>joint cristal powder diffraction standard</i> (JCPDS) .....	57
F.1	TiO <sub>2</sub> Anatase.....	57

F.2 Natrium Titanat ( $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_5$ ) .....	58
F.3 Hidrogen Titanat ( $\text{H}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ ) .....	59
G. Hasil Uji XRD .....	60
G.1 $\text{TiO}_2$ <i>Micropowder</i> .....	60
G.2 T9B.....	62
G.3 T9C.....	67