



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM LAPIS TIPIS TiO₂ SEBAGAI
PENDEGRADASI PEWARNA TEKSTIL PROCION RED MX-8B**

SKRIPSI

Oleh

**Achmad Sholikhudin Almu'minin
NIM 101810301051**

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

2015



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM LAPIS TIPIS TiO₂ SEBAGAI
PENDEGRADASI PEWARNA TEKSTIL PROCION RED MX-8B**

SKRIPSI

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

Oleh

Achmad Sholikhudin Almu'minin

NIM 101810301051

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

2015

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda Mubarakah, Eyang Ummi Kulsum, dan Ayahanda Achmad Bilal tercinta yang dengan sabar merawat dan mendukung saya, serta semua keluarga Bani Surawi dan Bani Mukminin terima kasih atas doa, motivasi, perhatian dan kasih sayang yang tiada henti tercurahkan;
2. Guru-guru di MI Fathul Ulum, MTs Bahrul Ulum Kupang, MAN Jombang, dan MAN Rejoso PP. Darul Ulum Rejoso serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu, mendidik, dan membimbing dengan penuh kesabaran;
3. Almamater tercinta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

Janganlah menunggu keajaiban datang menghampirimu, karena ada banyak jalan yang sulit didepan kita (lirik Lagu Into New World SNSD).^{*)}

Siapa yang bersungguh-sungguh akan mendapatkan sukses
(A. Fuadi).^{**)}

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman dan berilmu di antara kamu, dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat (terjemahan Surat Al-Mujadalah Ayat 11).^{***)}

^{*)} Girls Generation. 2007. *Girls' Generation The First Album Vol.1*. Seoul: SM Entertainment.

^{**)} A. Fuadi, d.k.k. 2010. *Man Jadda Wajada : Berjuang di Tanah Rantau*. Jakarta: Bentang Pustaka.

^{***)} Departemen Agama Republik Indonesia. 2004. *Al-Quran dan Terjemahannya*. Bandung: CV. Penerbit Jumanatul Ali-Art (J-Art).

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Achmad Sholikhudin Almu'minin

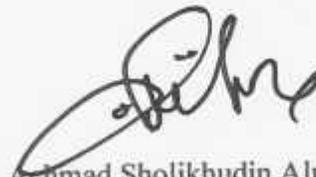
NIM : 101810301051

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul "Sintesis dan Karakterisasi Film Lapis Tipis TiO_2 sebagai Pendegradasi Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B" adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan 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 mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 28 Mei 2015

Yang menyatakan,



Achmad Sholikhudin Almu'minin

101810301051

SKRIPSI

SINTESIS DAN KARAKTERISASI FILM LAPIS TIPIS TiO₂ SEBAGAI PENDEGRADASI PEWARNA TEKSTIL PROCION RED MX-8B

Oleh

Achmad Sholikhudin Almu'minin

NIM 101810301051

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Tanti Haryati, S.Si., M.Si

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

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Film Lapis Tipis TiO_2 sebagai Pendegradasi Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B” telah diuji dan disahkan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

Hari, tanggal: **SENIN 15 JUN 2015**

Tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Tim Penguji;

Ketua (DPU),



Tanti Haryati, S.Si., M.Si
NIP. 198010292005012002

Sekretaris (DPA),



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

Penguji I,



Drs. Mukh. Mintadi
NIP. 196410261991031001

Penguji II,



Dr. Donatus Setyawan P., S.Si., M.Si
NIP. 196808021994021001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember



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

RINGKASAN

Sintesis dan Karakterisasi Film Lapis Tipis TiO₂ sebagai Pendegradasi Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B; Achmad Sholikhudin Almu'minin, 101810301051; 2015: 53 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Limbah cair pewarna merupakan jenis limbah *non-biodegradable* yang berasal dari hasil samping industri tekstil, jika kadarnya berlebih akan mengganggu ekosistem lingkungan. Oleh karena itu pengelolaan limbah ini, merupakan hal yang sangat penting bagi pelaku industri. Salah satu metode yang banyak digunakan untuk mengelola limbah tersebut yaitu metode fotodegradasi, yang mana menggunakan radiasi sinar UV dan fotokatalis padatan untuk mendegradasi limbah cair pewarna. Limbah cair pewarna yang telah terdegradasi ini akan lebih terurai menjadi komponen yang lebih sederhana sehingga lebih aman ketika dilepas dilingkungan.

Fotokatalis yang digunakan dalam metode fotodegradasi yaitu logam semikonduktor. Salah satu jenis logam semikonduktor yang sering digunakan yaitu logam TiO₂ (Titanium Dioksida). Logam tersebut dikenal sebagai fotokatalis yang ramah lingkungan karena memiliki keunggulan berupa ekonomis, tidak beracun, reaktif dengan cahaya terutama sinar UV. Untuk mendapatkan logam tersebut dilakukan sintesis dengan menggunakan metode sol-gel. Metode sintesis ini merupakan metode yang ideal untuk mendapatkan material logam oksida dalam ukuran yang dapat dikontrol. Proses sintesis dengan menggunakan metode ini berlangsung dengan tahapan yang sederhana yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Dalam penelitian ini bahan yang digunakan berupa larutan prekursor TTIP dan suhu untuk proses kalsinasi yaitu 550°C yang bertujuan untuk mendapatkan logam TiO₂ dengan struktur anatase. Sedangkan untuk mendapatkan ukuran kristal TiO₂ yang sesuai, digunakan kontrol berupa variasi konsentrasi TTIP dan rasio hidrolisis. TiO₂ yang disintesis ini dibentuk pada

permukaan film kaca yang bertujuan untuk mengetahui karakterisasinya dan untuk mendapatkan kinerja yang optimal sebagai fotokatalis.

Hasil sintesis logam TiO_2 dalam bentuk film lapis tipis menunjukkan TiO_2 terlapisi pada permukaan film dengan kenampakan berupa permukaan yang berwarna putih agak transparan dan merata. Karakterisasi XRD juga menunjukkan bahwa logam TiO_2 berhasil disintesis dimana didapatkan struktur kristal TiO_2 anatase dengan ukuran kristalit terkecil yaitu 32,66 nm. Intensitas yang dihasilkan meningkat sejalan dengan semakin banyaknya variasi konsentrasi yang digunakan dan semakin sedikitnya rasio hidrolisis. Berdasarkan pengamatan pada variasi waktu kalsinasi yang digunakan juga didapatkan bahwa intensitas semakin tinggi sejalan dengan semakin lamanya waktu kalsinasi yang digunakan, dengan didapatkan nilai intensitas optimum pada waktu kalsinasi 5 jam. Nilai intensitas memiliki korelasi dengan ukuran kristal yang didapatkan kecenderungan semakin tinggi intensitas maka dihasilkan ukuran kristal yang besar. Nilai intensitas tertinggi yaitu diperoleh pada komposisi film TiO_2 dengan komposisi konsentrasi 0,15 M RH 1:4.

Nilai energi band gap berdasarkan hasil pengukuran pada film lapis tipis TiO_2 dengan berbagai komposisi didapatkan bahwa rata-rata energi band gap semakin kecil sejalan dengan semakin banyaknya konsentrasi TTIP dan semakin rendahnya rasio hidrolisis. Sedangkan pada pengukuran aktivitas fotokatalis didapatkan nilai persentase degradasi yang memiliki korelasi dengan nilai energi band gap yang dihasilkan. Semakin kecil energi band gap fotokatalis menghasilkan persen degradasi yang semakin tinggi. Hal ini dipengaruhi oleh adanya energi band gap yang semakin kecil, sehingga TiO_2 sebagai fotokatalis akan semakin mudah untuk menangkap foton dan reaksi fotodegradasi semakin cepat tercapai. Komposisi fotokatalis yang memiliki aktifitas fotodegradasi maksimal yaitu pada fotokatalis TiO_2 0,15 M RH 1:4. Fotokatalis tersebut memiliki ukuran kristalit sebesar 85,471 nm, energi band gap transisi langsung 3,22 eV dan transisi tidak langsung 2,11 eV, persen degradasi sampel pewarna standar sebesar 59,46% dan 3,823% untuk sampel limbah batik.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Film Lapis Tipis TiO_2 sebagai Pendegradasi Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

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

1. Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Tanti Haryati S.Si., M.Si, selaku Dosen Pembimbing Utama, dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si, selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
4. Drs. Mukh. Mintadi selaku Dosen Penguji I dan Dr. Donatus Setyawan Purwohandoko, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Ika Oktavianawati S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;
6. bapak dan ibu dosen-dosen FMIPA UNEJ, dan dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah banyak memberikan ilmu dan pengetahuan;
7. teman-teman angkatan 2010 yang lebih akrabnya disebut dengan angkatan Rumpis, terima kasih atas semangat, bantuan, saran, perhatian, dan kenangan yang telah diberikan;

8. teman-teman satu bimbingan skripsi Wawan Badriyanto, Yuda Anggi Pradista, Cinde Puspita Wulandari dan Dani Cahyo hermawan terima kasih atas saran, kerjasama dan kekompakannya;
9. Anggia Rose Sukaton, Luluk Masnia, Anita Karolina, Ulin Nizamiyah dan Farid Azhari, terima kasih atas doa, dorongan, semangat dan perhatian yang diberikan selama ini;
10. tim penelitian Kitin (Heksa, Yeni, Umi, Tia, dan dian), mas Hisyam dan Nanung, terima kasih telah menemani selama aktivitas penelitian di laboratorium;
11. tim penelitian Enzim, Instrumen, Air, Polimer, Tanah, dan Eva Majidah, terima kasih atas dukungan semangat moral dan materi yang telah diberikan;
12. teman-teman Kos Executive 66 B yang tak bisa disebut satu per satu terima kasih atas semangat, perhatian dan kenangan yang tak akan terlupakan;
13. semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, Mei 2015

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan	4
1.5 Manfaat.....	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Fotokatalis	5
2.2 TiO₂ sebagai Fotokatalis.....	5
2.3 Metode Sintesis.....	9
2.3.1 Metode Sintesis Sol-Gel	9
2.3.2 Metode Deposisi <i>Spin Coating</i>	11
2.4 Analisis X-Ray Diffraction (XRD).....	12

2.5 Pengukuran Aktivitas Fotokatalis	13
2.5.1 Pewarna Procion Red MX-8B	13
2.5.2 Spektrofotometri UV-Vis	14
2.6 Pengukuran Energi Celah Pita Optik Kristal	15
BAB 3. METODE PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.2.1 Alat.....	17
3.2.2 Bahan	17
3.3 Skema Penelitian	18
3.4 Prosedur Penelitian	19
3.4.1 Sintesis Sol TiO ₂ Anatase	19
3.4.2 Pelapisan Kaca Preparat dengan Sol TiO ₂	19
3.5 Prosedur Karakterisasi	19
3.5.1 Analisis Difraksi Sinar-X	20
3.5.2 Perhitungan Ukuran kristal	20
3.6 Prosedur Pengukuran Nilai Energi Band Gap Film Tipis TiO₂	21
3.6.1 Prosedur Analisa	21
3.6.2 Analisis Data	21
3.7 Prosedur Pengujian Aktivitas Fotokatalis TiO₂	23
3.7.1 Uji Fisik Fotokatalis Film Lapis Tipis TiO ₂	23
3.7.2 Uji Aktivitas Fotokatalis Film Lapis Tipis TiO ₂	23
3.7.3 Analisis Data	24
3.8 Prosedur Pengujian Aktivitas Fotokatalis TiO₂ terhadap Sampel Limbah batik	25
3.8.1 Pengambilan dan Penyimpanan Sampel Limbah.....	25
3.8.2 Preparasi dan Pengujian Sampel Limbah	25
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Sintesis Film Lapis Tipis TiO₂ dan Karakterisasinya	27

4.1.1 Pengaruh Konsentrasi TTIP terhadap Struktur TiO ₂ yang Dihasilkan.....	29
4.1.2 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Struktur TiO ₂ yang Dihasilkan.....	31
4.1.3 Pengaruh Waktu Kalsinasi terhadap Struktur TiO ₂ yang Dihasilkan.....	33
4.2 Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO₂	35
4.2.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi TTIP terhadap Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO ₂	37
4.2.2 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO ₂	38
4.3 Aktivitas Fotokatalis TiO₂.....	39
4.3.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi TTIP terhadap Aktivitas Fotokatalis	41
4.3.2 Pengaruh Rasio Hidrolisi terhadap Aktivitas Fotokatalis.....	43
4.3.3 Pengaruh pH Larutan Pewarna Procion Red MX-8B terhadap Aktivitas Fotokatalis	44
4.4 Pengujian Fotodegradasi Sampel Limbah Batik	46
BAB 5. PENUTUP.....	49
5.1 Kesimpulan.....	49
5.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN.....	54

DAFTAR TABEL

	Halaman
3.1 Tabel Pengukuran Aktivitas Fotokatalis	25
4.1 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO ₂	28
4.2 Data Ukuran Kristal TiO ₂ dengan Variasi Konsentrasi TTIP	31
4.3 Data Ukuran Kristal TiO ₂ dengan Variasi Rasio Hidrolisis.....	33
4.4 Data Ukuran Kristal TiO ₂ 0,05 M 1:4 dengan Variasi Waktu Kalsinasi	35

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Kisi Kristal TiO ₂ Rutile dan Anatase	6
2.2 Pita Energi Semikonduktor	7
2.3 Proses Fotokatalis pada Semikonduktor	8
2.4 Metode <i>Spin Coating</i>	11
2.5 Difraksi Sinar-X pada Kristal	12
2.6 Struktur Procion Red MX-8B	14
3.1 Diagram Alir Penelitian	18
4.1 Film Lapis Tipis TiO ₂	27
4.2 Difraktogram Film Lapis Tipis TiO ₂ 0,05 M RH 1:4	28
4.3 Morfologi TiO ₂ 0,15 M RH 1:4	29
4.4 Pola Difraksi TiO ₂ Pengaruh Variasi Konsentrasi	30
4.5 Pola Difraksi TiO ₂ Pengaruh Rasio Hidrolisis.....	32
4.6 Pola Difraksi TiO ₂ Pengaruh Variasi Waktu Kalsinasi.....	34
4.7 Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO ₂	36
4.8 Pengaruh Variasi Konsentrasi terhadap Energi Band Gap TiO ₂	37
4.9 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Energi Band Gap TiO ₂	38
4.10 Scanning Panjang Gelombang Sebelum dan Sesudah Didegradasi	39
4.11 Pengaruh Variasi Konsentrasi terhadap Fotodegradasi.....	41
4.12 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Fotodegradasi	43
4.13 pH Larutan Pewarna Sebelum dan Sesudah Didegradasi	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data Perhitungan Nilai Energi Band Gap TiO ₂	54
A.1 Perhitungan Nilai Energi Band Gap.....	54
A.1.1 <i>Scanning</i> Transmittansi Maksimum dan Minimum.....	54
A.1.2 Pengukuran Nilai Indeks Bias dengan Persamaan Swanepoel	55
A.1.3 Perhitungan Ketebalan Lapis Tipis kristal TiO ₂	55
A.1.4 Penentuan Nilai Energi Serap Lapis Tipis TiO ₂	56
A.1.5 Perhitungan Koefisien Serap Lapis Tipis kristal TiO ₂	56
A.1.6 Penentuan Energi Band Gap dengan Menggunakan Metode Touc Plot	56
A.2 Pengulangan 1	62
A.3 Pengulangan 2	63
A.4 Pengulangan 3	64
A.5 Rata-rata	65
B. Pembuatan Kurva Kalibrasi Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B	66
B.1 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Pewarna Procion Red MX-8B.....	66
B.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	67
C. Data Pengukuran Fotodegradasi TiO ₂ terhadap Pewarna Tekstil Procion Red MX-8B	68
C.1 Pengulangan 1	68
C.2 Pengulangan 2	68
C.3 Pengulangan 3	69
C.4 Rata-rata	69
D. Pengukuran Fotodegradasi Fotokatalis TiO ₂ terhadap Sampel Pewarna Tekstil Limbah Batik	70
D.1 <i>Scanning</i> Panjang Gelombang Limbah Batik	70

D.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi dengan Menggunakan Pewarna Procion Red MX-8B.....	71
D.3 Data pengukuran Fotodegradasi Sampel Limbah Batik.....	72
E. Reaksi Fotodegradasi Model Pewarna Azo pada Pewarna Acid Orange 7 ..	73

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Limbah cair merupakan hasil samping dari proses produksi yang dikeluarkan oleh industri tekstil. Limbah cair ini mengandung berbagai zat pewarna dengan kandungan senyawa yang sulit terdegradasi secara biasa oleh bakteri sehingga berbahaya bagi lingkungan. Saat ini sekitar lima belas persen dari total produksi zat pewarna di dunia hilang ketika proses pewarnaan dan dikeluarkan sebagai limbah industri tekstil. Pelepasan limbah zat pewarna tersebut ke ekosistem merupakan sumber polusi yang berbahaya. Namun seiring dengan meningkatnya standar kualitas lingkungan internasional, berbagai sistem teknologi atau metode untuk menanggulangi limbah yang dihasilkan oleh industri zat pewarna juga telah dikembangkan (Wijaya *et al.*, 2005).

Peraturan di Indonesia yang mengakomodasi mengenai standar limbah cair industri diatur dalam Peraturan Pemerintah melalui Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 51/MENLH/10/1995 tentang baku mutu limbah industri cair bagi kegiatan industri dan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air. Berdasarkan peraturan tersebut, mewajibkan bagi pelaku industri yang menghasilkan limbah dalam jumlah besar dan berpotensi mencemari lingkungan harus memiliki instalasi pengolahan air limbah yang memadai. Hal ini sejalan dengan diharuskan adanya upaya penanganan air limbah tekstil lebih menekankan pada cara kimia dan fisika sehingga limbah hasil proses samping industri tidak mencemari lingkungan (Sastrawidana, 2011).

Salah satu alternatif dalam hal penanganan limbah cair pewarna tersebut yaitu dengan menggunakan metode fotodegradasi. Metode ini merupakan metode yang menggunakan bahan fotokatalis dan radiasi sinar ultraviolet yang mana energinya

dicari yang sesuai atau lebih besar dari energi *band gap* fotokatalis tersebut. Dengan metode fotodegradasi ini, zat warna akan diurai menjadi komponen-komponen yang lebih sederhana dan aman untuk lingkungan (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001).

Bahan yang digunakan sebagai material fotokatalis yaitu semikonduktor. Semikonduktor ini diperoleh dengan cara pembuatan lapis tipis pada substrat diatas permukaan kaca preparat. Material semikonduktor yang sering digunakan dan sudah dikenal luas yaitu TiO_2 (Titanium Dioksida). TiO_2 merupakan semikonduktor yang memiliki energi gap yang lebar (3,2 eV; $\lambda = 387 \text{ nm}$) dan aktif pada rentang cahaya UV. Selain itu, TiO_2 juga banyak memiliki keunggulan yaitu harganya ekonomis, non toksik, dan reaktif ketika dikenai cahaya, sehingga titanium dikenal sebagai fotokatalis yang ramah lingkungan (Linsebigler *et al.*, 1995).

Kristal TiO_2 dapat disintesis dari serbuk TiO_2 namun, hal ini tidak efisien karena pada proses pembuatannya serbuk yang telah terdispersi dalam air sangat sulit diregenerasi, selain itu bila campuran terlalu keruh, maka radiasi UV tidak mampu mengaktifkan seluruh partikel fotokatalis (Tjahjanto & Gunlazuardi, 2001). Oleh karena itu dilakukan sintesis semikonduktor TiO_2 pada substrat dengan teknik sol-gel dari prekursor TTIP (Titanium (IV) Isopropoksida) untuk dapat meningkatkan efisiensi penggunaan fotokatalis.

Metode yang digunakan dalam sintesis fotokatalis TiO_2 ialah metode sol-gel yang merupakan metode yang ideal untuk pembentukan material nanopartikel. Metode ini sangat cocok untuk digunakan dalam sintesis logam oksida termasuk TiO_2 dan dapat dikerjakan pada kondisi dengan reaksi yang sederhana yaitu pada temperatur dan tekanan ruang, dengan keuntungan didapatkannya manipulasi kondisi reaksi melalui penggunaan bahan kimia tambahan. Proses sol-gel terdiri atas sebuah larutan koloid yang dinamakan dengan “sol” dan bertindak sebagai prekursor untuk sebuah jaringan terintegrasi yang disebut “gel” berupa partikel terpisah atau jaringan polimer (Chaharmahali, 2012).

Faktor penting yang mempengaruhi aktivitas fotokatalis TiO_2 yaitu bentuk kristalnya. Kristal TiO_2 memiliki tiga macam bentuk kristal yaitu anatase, rutil dan

brookite, namun yang memiliki aktivitas fotokatalis terbaik adalah anatase. Bentuk kristal anatase menurut beberapa penelitian yang sudah dilakukan merupakan bentuk yang paling efektif jika digunakan sebagai fotokatalis. Bentuk kristal TiO_2 dipengaruhi oleh perlakuan kalsinasi yang diberikan yang mana kristal TiO_2 dengan struktur anatase diperoleh dari proses pemanasan 550°C (Tjahjanto & Gunlazuardi, 2001).

Berdasarkan serangkaian penjelasan di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis fotokatalis dalam bentuk lapis tipis TiO_2 dengan metode sol-gel untuk mendegradasi zat warna. Untuk mendapatkan lapis tipis yang diharapkan maka pada proses sintesis digunakan variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 . Lapis tipis yang diharapkan yaitu lapis tipis dengan struktur kristal TiO_2 anatase, memiliki data nilai energi band gap, dan mampu digunakan sebagai fotokatalis. Oleh karena itu, untuk mendapatkan data tersebut dilakukan pengkajian menggunakan analisa XRD (*X-ray diffraction*), dan spektrofotometri UV-Vis. Selain itu untuk mengukur kinerja dari lapis tipis yang disintesis dilakukan pengukuran aktivitas fotokatalis pada zat pewarna tekstil.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini antara lain:

- a. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap struktur kristal yang disintesis?
- b. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap nilai energi band gap film lapis tipis kristal TiO_2 yang disintesis?
- c. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi zat warna?

1.3 Batasan masalah

Batasan masalah dari penelitian ini antara lain:

- a. Suhu yang digunakan untuk proses annealing ialah suhu 550°C.
- b. Zat pewarna tekstil yang digunakan adalah *Procion Red MX-8B*.
- c. Proses pendegradasian zat pewarna tekstil dilakukan selama 24 jam.

1.4 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

- a. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap struktur kristal yang disintesis.
- b. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap nilai energi band gap film lapis tipis kristal TiO_2 yang disintesis.
- c. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis TiO_2 terhadap aktivitas fotokatalis dalam mendegradasi zat warna.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai alternatif lain pendegradasian limbah pewarna tekstil sehingga membantu dalam hal perbaikan kualitas lingkungan. Selain itu, lapis tipis yang disintesis dari prekursor TTIP juga diharapkan memberi kontribusi pada alternatif lain untuk pengembangan ilmu khususnya di bidang fotokatalis.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Fotokatalis

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

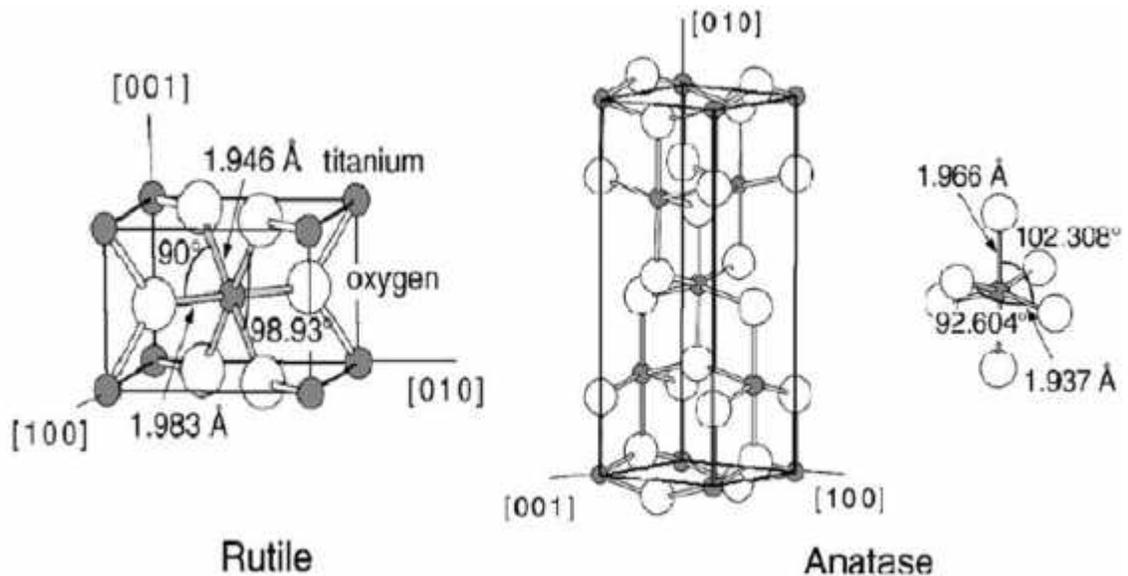
2.2 TiO₂ sebagai Fotokatalis

Titanium dioksida atau titanium (IV) oksida merupakan senyawa oksida dari titanium yang memiliki rumus molekul TiO₂. Senyawa titanium ditemukan pada tahun 1821 tetapi baru dikomersialkan pada tahun 1916 sebagai zat warna. Berdasarkan bentuk kristalnya yang paling umum, kristal TiO₂ memiliki bentuk tetragonal pada struktur anatase dan rutil, dan orthorombik pada struktur brookite. Secara termodinamika kristal TiO₂ jenis rutil memiliki sifat lebih stabil dibandingkan jenis kristal yang lain seperti brookite atau anatase, namun untuk partikel yang berukuran nanopartikel struktur anatase memiliki sifat yang lebih stabil (Arora H *et al.*, 2010).

Adanya jenis struktur kristal TiO₂ yang berbeda akan berpengaruh pada perbedaan kerapatan dari masing-masing struktur kristal, misalnya massa jenis kristal TiO₂ dengan struktur anatase ialah 3,9 g/mL sedangkan untuk struktur rutil sebesar 4,2 g/mL. Perbedaan massa jenis mempengaruhi sisi aktif dan luas permukaan dari kristal TiO₂, sehingga aktivitas penyerapan cahayanya akan berbeda. Oleh karena itu,

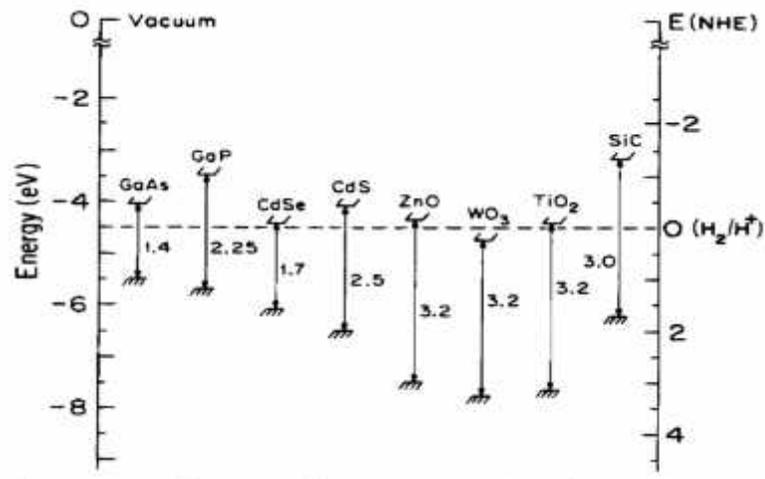
tingkat energi struktur pita elektronik masing-masing struktur kristal TiO_2 memiliki nilai energi yang berbeda. Perbedaan energi gap (E_g) dipengaruhi oleh lingkungan kristal masing-masing atom penyusun kristalnya, yaitu penyusunan atom Ti dan O dalam kristal TiO_2 yang orientasinya berbeda satu sama lain, misalnya struktur anatase memiliki energi gap (E_g) sebesar 3,2 eV dan rutile sebesar 3,0 eV (Arutanti *et al.*, 2009).

Struktur kristal TiO_2 yang keberadaannya cukup stabil jika diaplikasikan untuk fotokatalis yaitu struktur jenis rutile dan anatase. Berdasarkan termodinamikanya struktur jenis rutile lebih stabil dibandingkan jenis anatase, namun berdasarkan aktivitas fotokatalis struktur jenis anatase lebih reaktif dari pada rutile. Efektivitas fotokatalis pada struktur anatase disebabkan luas permukaannya lebih besar sehingga sisi aktif per unit pada struktur anatase lebih besar dibandingkan jenis struktur TiO_2 yang lain. Kenampakan dari pada kristal jenis rutile dan anatase digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral TiO_6 , dimana setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh 6 atom O^{2-} dan yang membedakan dari kedua jenis struktur yaitu pada distorsi oktahedron dan pola susunan rantainya.



Gambar 2.1 Struktur Kisi Kristal TiO_2 Rutile dan Anatase (Diebold, 2003).

Perbedaan dalam struktur kisi inilah yang menyebabkan setiap jenis struktur kristal TiO_2 memiliki perbedaan massa jenis dan struktur pita elektronik masing-masing. Oleh karena itu, kristal TiO_2 dengan struktur anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas sehingga lebih reaktif terhadap cahaya dan struktur pita energinya pun lebih tinggi (Linsebigler *et al.*, 1995).

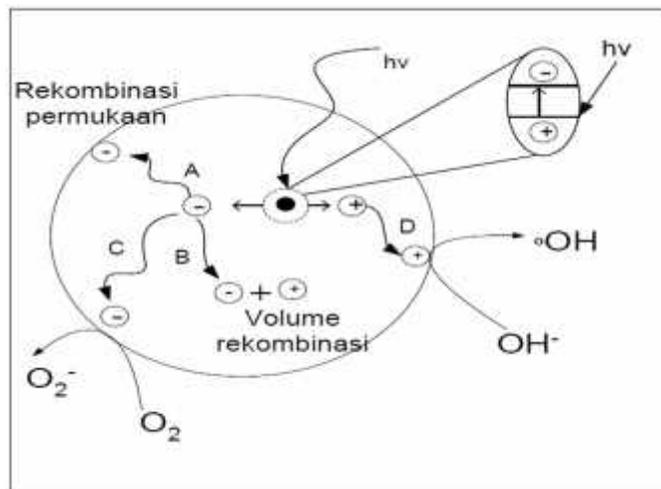


Gambar 2.2 Pita Energi beberapa Semikonduktor (Linsebigler *et al.*, 1995).

Adapun energi gap (E_g) yang dimiliki kristal fotokatalis dapat dilihat pada gambar 2.2. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa energi gap (E_g) pada posisi atas merupakan pita konduksi, pada posisi bawah ialah pita valensi, dan pada sebagai pembatas ialah potensial redoks atom hidrogen. Nilai energi gap tersebut merupakan selisih absolut antara energi pita konduksi dengan energi pita valensi, misalnya pada kristal TiO_2 memiliki energi gap 3,2 eV yang didapatkan dari hasil perhitungan selisih posisi nilai energi pita konduksi -4,5 eV dengan posisi energi pita valensi -7,7 eV. Semakin besar atau positif nilai potensial redoks, maka kristal semakin mudah mengoksidasi spesi kimia yang memiliki potensial redoks dibawahnya. Misalnya kristal TiO_2 yang merupakan spesi oksidator kuat sehingga akan dapat mengoksidasi spesi kimia yang memiliki potensial redoks lebih kecil yaitu air. Air akan teroksidasi karena menghasilkan radikal hidroksil yang memiliki potensial redoks sebesar 2,8 Volt, begitu juga dengan sebagian besar zat organik yang memiliki

nilai potensial redoks lebih kecil dari 2,8 Volt sehingga dapat dikatakan bahwa kristal TiO_2 dapat memecah zat organik menjadi senyawa yang lebih sederhana (Arutanti *et al.*, 2009).

Mekanisme reaksi fotokatalitik semikonduktor TiO_2 anatase dapat terjadi ketika kristal disinari cahaya sehingga kristal menyerap energi foton pada daerah UV. Jika energi cahaya UV ($h\nu > 350 \text{ nm}$) yang diserap sesuai atau lebih besar dari energi gapnya (3,2 eV), maka pasangan elektron-hole akan dibangkitkan dan terbentuk pada permukaan TiO_2 dari hasil elektron yang berpindah dari pita valensi tereksitasi ke pita konduksi dan meninggalkan lubang-lubang (hole) pada pita valensi.



Gambar 2.3 Proses Fotokatalis pada Semikonduktor (Somasundaram, 2003).

Kelanjutan dari reaksi fotokatalitik TiO_2 yaitu, pada pasangan elektron-hole yang terbentuk berekombinasi kembali pada permukaan atau *bulk* partikel. Namun, sebagian besar dari pasangan elektron-hole tersebut akan bertahan di permukaan semikonduktor, sehingga hole dapat bekerja dengan menginisiasi reaksi oksidasi dan elektron menginisiasi reaksi reduksi senyawa kimia yang ada disekitar permukaan TiO_2 . Prinsip reaksi tersebut yang digunakan sebagai dasar untuk menghasilkan senyawa reaktif dalam mendegradasi limbah polutan organik maupun sebagai desinfektan mikroorganisme dalam air (Dahlan, 2007).

2.3 Metode Sintesis

Sintesis nanopartikel merupakan proses pembuatan partikel dengan ukuran kurang dari 100 nm dan sekaligus penentuan sifat dan fungsi nanopartikel tersebut. Dua hal utama yang membuat nanopartikel begitu menarik untuk disintesis yaitu: pertama yaitu karena ukurannya sendiri yang kecil sehingga memiliki nilai perbandingan luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dengan ukuran yang besar, sehingga bersifat lebih reaktif. Kedua karena ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku ialah hukum-hukum fisika kuantum yang lebih dominan (Abdullah, 2008).

Sintesis nanopartikel dapat dilakukan dengan beberapa metode, salah satu metode sintesis nanopartikel khususnya nanopartikel TiO_2 yang sering dilakukan yaitu sintesis dalam bentuk koloid. Sintesis nanopartikel TiO_2 dalam bentuk koloid dilakukan dengan cara sintesis kimiawi yaitu dengan cara hidrolisis dari garam logamnya atau dengan cara hidrolisis dari larutan campuran TTIP (Titanium Isopropoksida) dan etanol. Hasil hidrolisis kedua teknik tersebut berupa sol TiO_2 yang siap untuk dipanaskan untuk didapatkan struktur kristal nanopartikel TiO_2 yang diinginkan. Jika struktur kristal TiO_2 yang diharapkan jenis anatase maka pemanasannya dilakukan dengan suhu sampai 400°C atau 500°C , laju $2,5^\circ/\text{menit}$ selama 2 jam, sedangkan untuk jenis rutil pemanasannya secara cepat dengan suhu 700°C (Abdullah, 2008).

2.3.1 Metode Sintesis Sol-Gel

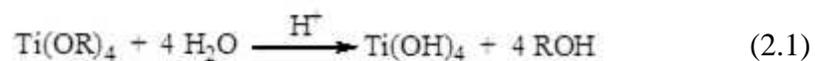
Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, akan terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) menjadi fasa cair kontinyu (gel). Metode sol-gel banyak digunakan karena memiliki beberapa keunggulan diantaranya: prosesnya dilakukan pada temperatur rendah, dapat diaplikasikan dalam segala kondisi (versatile), menghasilkan produk dengan kemurnian dan kehomogenan yang

tinggi jika parameternya divariasikan, dan biaya operasionalnya relatif murah dan produk yang dihasilkan tidak beracun (Zawrah *et al.*, 2009).

Tahapan dalam metode sol-gel meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan. Proses hidrolisis merupakan proses pembuatan sol koloid dari pelarutan senyawa prekursor dengan alkohol dan larutan lain pada kondisi asam, basa, ataupun netral. Proses kondensasi merupakan proses yang berlangsung setelah mengalami reaksi hidrolisis dimana produk intermediet hasil reaksi hidrolisis mengalami pemanjangan membentuk ikatan logam–oksigen–logam sampai berupa gel. Proses penuaan merupakan proses pematangan gel hasil proses kondensasi melalui reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kuat, kaku, dan menyusut didalam larutan. Terakhir, yaitu proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan pada hasil proses pematangan sehingga didapat sol-gel dengan kualitas struktur yang memiliki luas permukaan tinggi (Ibrahim *et al.*, 2010).

Reaksi kimia pada proses pembentukan sol gel untuk pembuatan TiO₂ menggunakan titanium alkoksida memiliki dua tahap utama dari hidrolisis dan kondensasi. Reaksi berikut terjadi pada kasus reaksi hidrolisis penuh yang mengarah pada yang disebut “molekul titanol”

1. Hidrolisis metal alkoksida



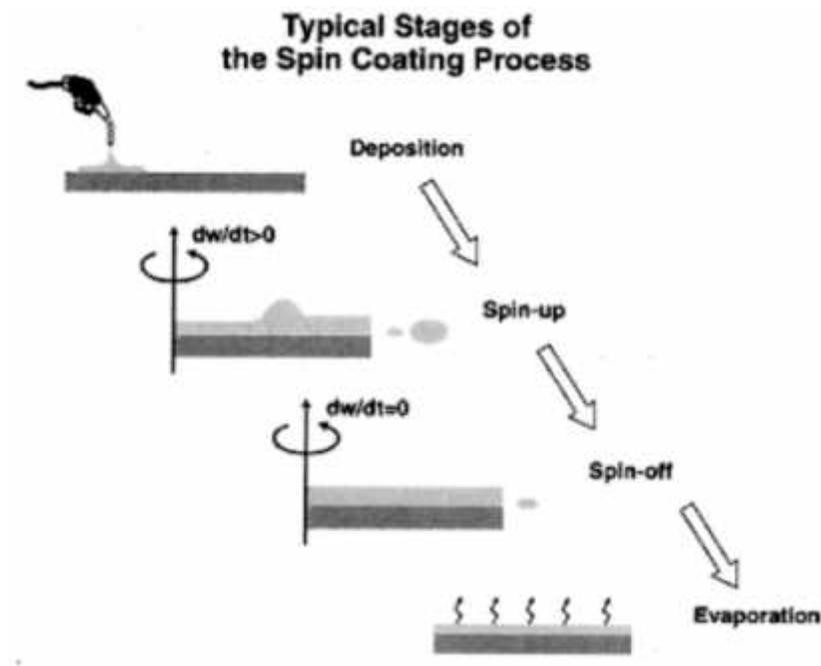
2. Kondensasi



Pengontrolan reaksi sol-gel sangatlah penting untuk mengatur pertumbuhan dan ukuran partikel yang akan disintesis. Pengaturan tepat dari parameter sol-gel seperti kandungan air, pH dan temperatur dalam kombinasi pemilihan pelarut, zat organik tambahan atau agen *template* sebagai modifikasi prekursor dapat dilakukan untuk merubah sifat dan struktur TiO₂ lapis tipis (Chaharmahali, 2012).

2.3.2 Metode Deposisi *Spin Coating*

Teknik *spin-coating* merupakan salah satu bagian dari teknik pelapisan kimia yang sering digunakan dalam pembuatan film tipis pada industri semikonduktor. Teknik ini memanfaatkan gaya sentripetal yang dihasilkan oleh alat untuk meratakan permukaan sol lapis tipis yang dibuat. Secara umum terdapat empat tahapan proses yaitu deposisi, pemutaran (*spin up*), penstabilan (*spin out*) dan evaporasi.



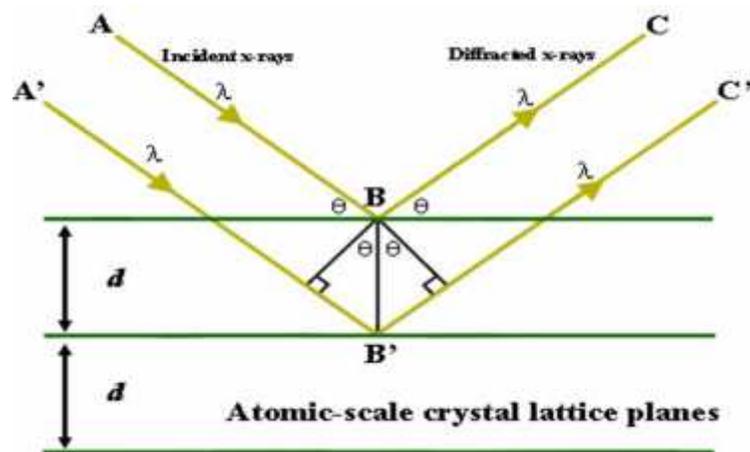
Gambar 2.4 Metode *spin-coating* (Niranjan *et al.*, 2009).

Tahap awal dari *spin-coating* ini yaitu proses deposisi prekursor pada sebuah substrat. Selanjutnya memasuki tahap kedua akan dilakukan pemutaran substrat dengan kecepatan yang konstan sampai waktu yang ditentukan, dimana kecepatan dan lama waktu pemutaran akan berpengaruh pada ketebalan lapis tipis yang dihasilkan. Tahap ketiga merupakan pengurangan kecepatan putar alat hingga alat tidak lagi berputar. Tahap terakhir yaitu pendiaman yaitu substrat dan lapis tipis yang dihasilkan dibiarkan pada suhu tertentu agar pelarut yang masih ada pada lapis tipis menguap (evaporasi) (Niranjan *et al.*, 2009).

2.4 Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

Sinar X ialah gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang sekitar 10^{-10} m. Gelombang elektromagnetik ini memiliki spektrum elektromagnetik yang berada diantara spektrum sinar dan ultra violet. Sinar X didapatkan dari reaksi suatu logam yang dikenai atau ditumbuk oleh rangkaian berkas elektron berenergi tinggi dengan percepatan 30.000 V. Hasil dari dari tumbukan tersebut yaitu radiasi sinar putih akibat elektron mengalami pengurangan kecepatan dengan cepat dan energi yang hilang hasil pengurangan kecepatannya tersebut dikonversi menjadi energi foton (West, 1999).

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi struktur kristal dengan cara membandingkan jarak d (bidang kristal) dan intensitas puncak difraksi dengan data yang ada di literatur. Hasil dari difraksi sinar X ialah dimensi kisi atau jarak antar kisi (d) dalam suatu struktur kristal sehingga dapat diketahui kerapatan kristal tersebut. Prinsip dasar dari XRD ialah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila seberkas sinar dilewatkan pada permukaan kristal dengan sudut (θ), maka sebagian sinar tersebut akan terhamburkan dan sebagiannya akan diteruskan pada lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan) yang dicatat oleh detektor yang mana setiap sinar yang tertangkap akan memenuhi persamaan hukum Bragg.



Gambar 2.5 Difraksi sinar X pada Suatu Kristal (Henry *et al.*, 2014).

Ketika sudut (θ) diubah-ubah, maka sinar yang ditangkap oleh detektor akan memberikan intensitas yang berbeda-beda pula sesuai dengan orde yang diramalkan dan jika jarak d pada bidang yang bersebelahan dalam kristal diketahui, maka panjang gelombang dapat dihitung. Hubungan antara jarak kisi kristal dengan sudut yang dibentuk oleh sinar X ditunjukkan pada persamaan Bragg berikut:

$$2d \sin \theta = n \quad (2.3)$$

Ket: λ = Panjang gelombang sinar X

d = Jarak antara kisi Kristal

θ = Sudut datang

n = Orde difraksi, memiliki nilai 1, 2, 3, dan seterusnya

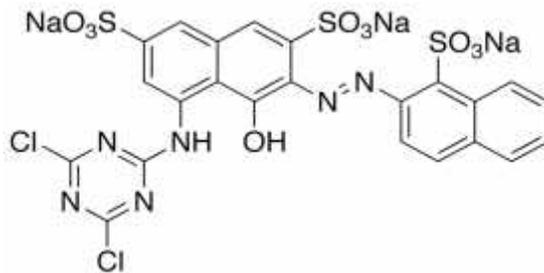
(Richardson, 1989).

2.5 Pengukuran Aktivitas Fotokatalis

2.5.1 Pewarna Procion Red MX-8B

Procion Red MX-8B merupakan salah satu jenis zat warna azo, karena memiliki gugus struktur azo. Zat warna ini termasuk zat warna yang reaktif karena sistem penggunaan pewarnaannya dapat bereaksi secara substitusi dengan serat kain dan membentuk ikatan ester yang mempunyai reaktivitas paling tinggi dibanding zat warna azo lainnya. Zat warna ini sering digunakan dalam pewarnaan tekstil khususnya pada kain sutra. Limbah zat warna ini akan bersifat toksik bagi makhluk hidup disekitarnya jika lepas di perairan bebas dalam kadar yang melampaui batas, oleh karena itu pelepasan limbahnya harus dikontrol (Kusumaningsih *et al.*, 2012).

Salah satu tindakan pengontrolan limbah pewarna azo yaitu dengan cara mendegradasinya menjadi senyawa yang lebih sederhana. Cara yang dapat dilakukan yaitu melalui penggunaan katalis yang berprinsip pada reaksi fotokatalitik dengan menggunakan semikonduktor TiO_2 . Reaksi dari semikonduktor TiO_2 dengan pewarna Procion red MX-8B yaitu reaksi oksidasi yang mana menghasilkan CO_2 dan H_2O (Al-kdasi *et al.*, 2005). Berikut struktur dari senyawa pewarna Procion red MX-8B:



Gambar 2.6 Struktur Procion Red MX-8B

(Hughes, 1984).

2.5.2 Spektrofotometri UV-Vis

Prinsip dasar spektroskopi UV-Vis ialah jika suatu materi diradiasi dengan gelombang elektromagnetik, maka radiasi tersebut sebagian akan diserap dan sebagian lagi diteruskan. Penyerapan radiasi gelombang elektromagnetik terjadi pada daerah cahaya tampak (*visible*) atau ultra violet sehingga mengakibatkan terjadinya transisi elektronik dari atom materi tersebut, yang mana elektron yang ada tereksitasi pada orbital kosong. Transisi elektronik akibat dari absorpsi sinar UV-Vis oleh molekul atau atom yaitu promosi elektron-elektron dari keadaan dasar yang berenergi rendah menuju keadaan dasar yang berenergi tinggi. Panjang gelombang yang diserap sampel bergantung pada mudahnya promosi elektron untuk bertransisi, dimana semakin mudah promosi suatu elektron maka energi yang diserap atau dibutuhkan semakin sedikit sehingga adsorbsinya berada pada daerah panjang gelombang lebih panjang yaitu sinar tampak begitupun sebaliknya (Hendayana, 1994).

Hasil ukur dari pada spektrofotometri yaitu absorbansi dari sampel. Absorbansi ini diperoleh dari intensitas cahaya yang melewati sampel (I) yang dibandingkan dengan intensitas cahaya sebelum melewati sampel (I_0). Hasil yang umumnya diinginkan dari pengukuran spektrometri yaitu dalam bentuk konsentrasi, oleh karena itu untuk mendapatkan konsentrasi sampel dilakukan perhitungan lanjut menggunakan pendekatan hubungan absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) melalui hukum Lambert-Berr. Syarat dari penggunaan hukum ini yaitu sinar yang digunakan

harus monokromatik, sehingga dapat dihasilkan nilai dalam bentuk absorbansi. Hukum Lambert-Berr bergantung pada (b) ketebalan sel (kuvet), konsentrasi analit (C), dan ϵ koefisien absorbtivitas molekuler dari sampel pada panjang gelombang tertentu. Persamaannya dinyatakan sebagai berikut;

$$A = \epsilon bC \quad (2.4)$$

(Hendayana, 1994).

2.6 Pengukuran Energi Celah Pita Optik Kristal

Pengukuran energi celah pita optik suatu material khususnya kristal bertujuan untuk mengetahui besarnya selisih energi celah pita optik kristal lapis tipis yang disintesis (sampel) dengan data nilai energi celah optik kristal pada literatur, sehingga dapat dijadikan parameter keberhasilan proses sintesis lapis tipis. Prosedur pengukuran energi celah pita optik dapat dilakukan dengan beberapa pilihan bergantung pada ketersediaan instrumen yang digunakan, namun yang paling umum digunakan yaitu metode Touch Plot. Metode ini banyak digunakan karena instrumen yang dibutuhkan untuk mendapatkan data sederhana, yaitu berupa data transmitansi kristal dan untuk pengolahan datanya cukup umum dengan hasil yang cukup akurat.

Alat yang digunakan dalam pengukuran energi celah pita optik ialah spektrometri UV-Vis. Dasar penggunaan alat ini yaitu sampel yang digunakan yaitu material yang jika dikenai gelombang elektromagnetik maka foton akan diserap oleh elektron dalam material tersebut sehingga elektron akan berusaha loncat ke tingkat energi yang lebih tinggi (pita konduksi). Elektron dari material akan loncat ke pita konduksi hanya jika energi foton yang diberikan lebih besar dari pada energi pada lebar celah pita energi material. Energi gelombang elektromagnetik yang diserap oleh material ialah energi yang bersesuaian dengan energi pada lebar celah pita optik material yaitu lebih besar dari 1 eV yang mana jumlah energi tersebut bersesuaian dengan energi pada panjang gelombang daerah sinar tampak ke ultraviolet (Abdullah dan Khairurrijal, 2008).

Metode Touch plot menurut Mahdyanto dan Ahda (2007), merupakan salah satu metode penentuan energi celah pita optik (E_g) kristal pada lapisan amorf, dimana penentuan E_g dalam bentuk grafik. Grafik yang dibuat merupakan grafik hasil ekstrapolasi hubungan antara energi yang diserap/foton ($h\nu$) kristal lapis tipis sebagai sumbu X berbanding hasil kali koefisien serap dengan energi yang diserap kristal lapis tipis dengan pangkat yang ditentukan ($h\nu$)ⁿ sebagai sumbu Y. Nilai pangkat n bernilai 2 jika transisi yang dilakukan langsung, sedangkan jika transisinya tidak langsung maka pangkat n bernilai ½. Nilai energi celah optik kristal lapis tipis merupakan nilai perpotongan garis antara sumbu X dan sumbu Y yang sesuai dengan persamaan Tauch yaitu;

$$(\alpha h\nu)^n = B (h\nu - E_g) \quad (2.5)$$

Dimana: : koefisien serap

h : konstanta plank ($6,63 \times 10^{-34}$ J.s)

B : konstanta

E_g : Energi celah pita optik kristal lapis tipis

(Agustina, 2013).

Prosedur penentuan energi celah pita optik kristal film lapis tipis dengan metode Tauch Plot dilakukan dengan beberapa tahap perhitungan sampai didapatkannya energi celah pita optik. Prosesnya dimulai dengan menentukan nilai transmitansi maksimum dan minimum, kemudian nilai tersebut digunakan untuk mencari indeks bias dan ketebalan kristal lapis tipis menggunakan persamaan Swanepoel. Selanjutnya, hasil perhitungan ketebalan lapis tipis digunakan untuk menghitung koefisien serap lapis tipis masing-masing panjang gelombang yang dipakai menggunakan persamaan serap lapis tipis. Hasil perhitungan penentuan koefisien serap lapis tipis bersama dengan nilai energi serap (foton) lapis tipis untuk masing-masing panjang gelombang digunakan untuk membuat grafik sesuai dengan persamaan pada hukum Tauch (Bilalodin, 2012).

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar, Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam dan Laboratorium *Center for Development of Advance Science and Technology* (CDAST) Universitas Jember. Untuk pelaksanaan penelitiannya berlangsung mulai bulan Juni 2014 sampai dengan bulan Maret 2015.

3.2 Alat dan bahan

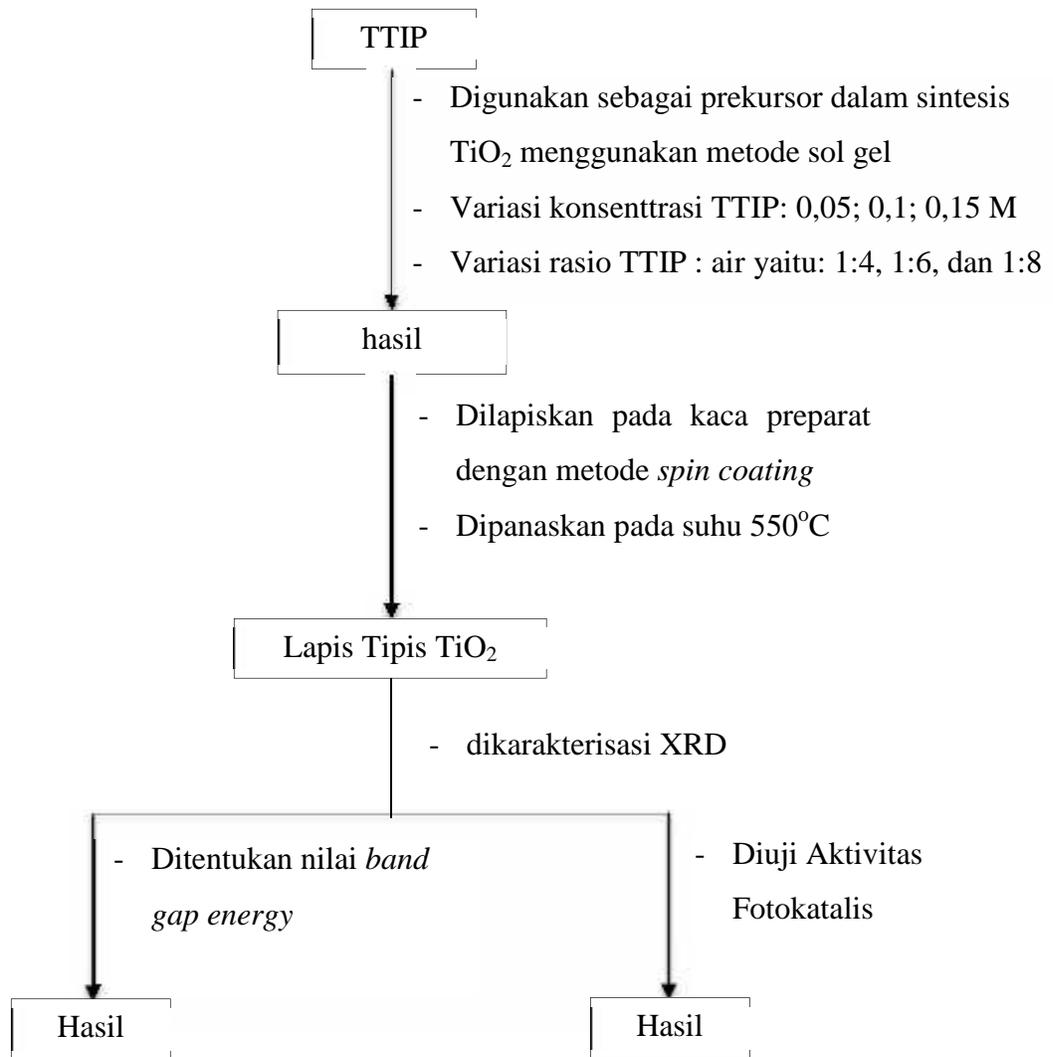
3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: gelas kimia, Pipet mohr, spatula, *stirrer magnetic*, pipet tetes, batang pengaduk, botol semprot, neraca analitik, labu ukur, gelas ukur, cawan porselen, corong, kertas saring, aluminium foil, *ball pipet*, *spin coater* sederhana, oven, *furnace*, lemari es, lampu UV Philips 40 Watt, spektrofotometer Visibel model 721, spektrofotometer UV-Vis Hitachi U-2900, SEM (*Scanning Elektron microscopy*), dan XRD (*X Ray diffraction*) XPERT-PRO PANalytical.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Titanium isopropoksida 97% (Sigma-Aldrich), etanol absolute 99,99% (Merck), HCl 37% (Merck), aseton (Smartlab), pewarna tekstil (Procion Red MX-8B), limbah batik, kaca preparat, aqua bidestilata, dan aquades.

3.3 Skema Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian.

3.4 Prosedur Sintesis

3.4.1 Sintesis Sol TiO₂ Anatase.

1. Nanopartikel TiO₂ disiapkan dari metode hidrolisis yang menggunakan TTIP sebagai prekursor.
2. Dibuat larutan TTIP dengan konsentrasi 0,05 M dalam pelarut etanol.
3. Diteteskan HCl pH 1 dengan rasio hidrolisis TTIP terhadap air sebesar 1:4 ; 1:6 dan 1:8 (dalam satuan mol).
4. Distirrer selama 20 menit sampai bening.
5. Diulangi langkah diatas untuk konsentrasi TTIP 0,1 M, dan 0,15 M

(Tjahjanto & Gunlazuardi, 2001).

3.4.2 Pelapisan Kaca Preparat dengan TiO₂

1. Kaca Preparat dipotong dengan ukuran 2 x 2 cm, 5x5 cm, dan 1,2 x 4,5 cm.
2. dicuci dengan aseton, etanol, dan aqua bidestilata masing-masing selama 5 menit, lalu dikeringkan.
3. Kaca preparat diberi *double tape*, ditempel pada alat *spin-coater* lalu ditetesi sol TiO₂ pada permukaannya.
4. Didiamkan selama ± 60 detik, lalu diputar selama ± 10 detik dan didiamkan ± 5 menit sampai agak kering.
5. Diulangi lagi prosedur pelapisan TiO₂ sebanyak 5 kali.
6. Didiamkan 1 jam sampai kering.
7. Setelah pengeringan dilakukan proses *annealing* pada suhu 550°C selama 1 jam.

3.5 Prosedur Karakterisasi

TiO₂ yang telah disintesis dilakukan pengukuran difraksi sinar-X untuk mengetahui struktur kristal dan kristalinitas pada lapis tipis TiO₂ yang disintesis.

3.5.1 Difraksi Sinar-X

Lapis tipis TiO₂ yang disintesis ditentukan struktur kristalnya dengan menggunakan alat difraksi sinar X yang terdapat di Laboratorium Divisi Karakterisasi Teknik Material dan Metalurgi FTI ITS Surabaya. Sumber radiasi yang digunakan adalah Cu-K dan difraksi dilakukan pada sudut 2θ antara 20°-70°. Pengukuran karakterisasi XRD dilakukan pada lapis tipis dengan variasi konsentrasi TTIP berbanding rasio hidrolisis untuk dapat diketahui pengaruh kedua parameter tersebut terhadap tren ukuran kristal lapis tipis TiO₂.

3.5.2 Perhitungan Ukuran Kristal

Hasil karakterisasi XRD akan didapatkan data intensitas pola difraksi dan nilai FWHM (*full width at half maximum*). Nilai FWHM atau lebar setengah puncak digunakan untuk menghitung ukuran kristal sesuai pada persamaan Scherrer:

$$d \approx \frac{K\lambda}{B \cdot \cos \theta} \quad (3.1)$$

Dimana,

- d : Ukuran (diameter) *kristallities*
- λ : Panjang gelombang sinar-X yang digunakan
- θ : Sudut Bragg
- B : FWHM (*full width at half maximum*) satu puncak yang dipilih
- K : konstanta material yang nilainya kurang dari satu, nilai K umumnya 0,9.

Nilai d merupakan nilai perkiraan dari ukuran kristalin dalam material, dan bukan merupakan ukuran sebenarnya partikel. Berdasarkan persamaan 3.1 dijelaskan bahwa jika satu partikel mengandung sejumlah *kristallities* yang kecil-kecil maka nilai d ialah ukuran kristalin tersebut dan bukan ukuran partikel. Untuk partikel yang berukuran nanometer, biasanya satu partikel mengandung satu *kristallities* (Abdullah, 2008).

3.6 Prosedur Pengukuran Nilai Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO₂

3.6.1 Prosedur Analisa

TiO₂ yang telah disintesis, dikarakterisasi, diuji aktivitas fotokatalisnya, dan didapatkan lapis tipis yang optimum dengan parameter tersebut ditentukan nilai *band gap*/pita energi. Kaca preparat digunakan sebagai standar atau blanko, dan pengukurannya menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Lapis tipis kristal TiO₂ yang disintesis diukur transmitansinya pada rentang panjang gelombang 300–700 nm. Hasil pengukuran diperoleh nilai transmitansi berbanding dengan panjang gelombang yang diserap oleh lapis tipis TiO₂. Nilai transmitansi lapis tipis TiO₂ yang didapatkan akan diolah dengan metode *tauc plot* untuk perhitungan nilai *band gap* energi.

3.6.2 Analisis Data

Analisis data hasil pengukuran transmitansi lapis tipis kristal TiO₂ diperoleh dari nilai transmitansi yang terukur. Transmitansi tersebut akan diolah datanya untuk didapatkan nilai energi band gap kristal TiO₂. Prosedur analisis datanya sebagai berikut;

a. Penentuan indeks bias lapis tipis TiO₂

Perhitungan nilai indeks bias lapis tipis TiO₂ ditentukan dengan menggunakan persamaan Swanepoel. Untuk dapat menghitung dengan persamaan tersebut dibutuhkan data berupa transmitansi optimum dan minimum lapis tipis TiO₂ dan nilai indeks bias standard yaitu indeks bias kaca preparat. Perhitungan dengan persamaan Swanepoel sebagai berikut;

$$N_1 = 2n_s \frac{T_{M1} - T_{M2}}{T_{M1}T_{M2}} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad N_2 = 2n_s \frac{T_{M2} - T_{M1}}{T_{M2}T_{M1}} + \frac{n_s^2 + 1}{2} \quad (3.2)$$

$$n_1 = \frac{N_1}{N_1 + \sqrt{N_1^2 - n_s^2}} \quad n_2 = \frac{N_2}{N_2 + \sqrt{N_2^2 - n_s^2}} \quad (3.3)$$

Keterangan:

n_s : Indeks bias kaca standar (kaca preparat)

TM : Transmittan maksimum lapis tipis pada panjang gelombang yang diserap

Tm : Transmittan minimum lapis tipis pada panjang gelombang yang diserap

n_1 : Indeks bias lapis tipis TiO_2 pada panjang gelombang yang diserap

n_2 : Indeks bias lapis tipis TiO_2 pada panjang gelombang yang diserap

(Pimpabute, 2011).

b. Perhitungan ketebalan lapis tipis kristal TiO_2

Hasil dari perhitungan indeks bias digunakan untuk penentuan ketebalan lapis tipis TiO_2 . Perhitungannya menggunakan rumus sebagai berikut;

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)} \quad (3.4)$$

Keterangan:

d = ketebalan lapis tipis

λ_1 = panjang gelombang pada serapan maksimum ke-1

λ_2 = panjang gelombang pada serapan maksimum ke-2

(Pimpabute, 2011).

c. Perhitungan koefisien serap lapis tipis ()

Hasil dari perhitungan ketebalan lapis tipis TiO_2 digunakan untuk penentuan koefisien serap lapis tipis TiO_2 untuk masing-masing panjang gelombang. Perhitungannya menggunakan rumus sebagai berikut;

$$\alpha = -\frac{1}{d} \ln T \quad (3.5)$$

Keterangan:

α = koefisien serap lapis tipis

d = ketebalan lapis tipis

T = transmittansi setiap pengukuran pada panjang gelombang tertentu

(Bilalodin, 2012).

d. Penentuan nilai energi serap lapis tipis

Perhitungan energi serap lapis tipis menggunakan rumus umum energi cahaya. Rumus perhitungannya sebagai berikut;

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (3.6)$$

Keterangan:

- h : Konstanta plank ($6,63 \times 10^{-34}$ J.s)
- c : Kecepatan cahaya (3×10^8 m/s)
- λ : Panjang gelombang (300 nm - 700 nm)

e. Penentuan energi band gap dengan menggunakan metode Tauc Plot

Perhitungan band gap energi dengan menggunakan metode Tauc Plot dilakukan dengan cara ekstrapolasi grafik hubungan $(h\nu)$ atau E sebagai absis dan $(h\nu)^n$ sebagai ordinat. Hasil ekstrapolasi tersebut berupa grafik yang akan didapatkan perpotongan antara absis dan ordinat yang merupakan energi band gap dari lapis tipis, Nilai $n = 2$ untuk transisi langsung dan $n = \frac{1}{2}$ untuk transisi tidak langsung (bilalodin, 2012).

3.7 Prosedur Pengujian Aktivitas Fotokatalisis TiO₂

3.7.1 Uji Fisik Fotokatalis Film Lapis Tipis TiO₂

Lapis tipis TiO₂ yang telah disintesis dimasukkan dalam beaker 250 ml. Kemudian tambahkan air 200 mL ke dalam beaker tersebut dan direndam selama 24 jam. Hasilnya diamati ketahanan Fotokatalis TiO₂ terhadap air.

3.7.2 Uji Aktivitas Fotokatalis Film Lapis Tipis TiO₂

Larutan pewarna Red MX-8B disiapkan untuk ditentukan panjang gelombang serapan maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang cahaya tampak (400-600 nm) dan dibuat spektra absorpsinya. Kurva

kalibrasi dibuat dengan serangkaian konsentrasi larutan, yaitu 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm.

Pewarna Procion Red MX-8B disiapkan dengan konsentrasi 50 ppm, kemudian diukur pH dan absorbansinya pada serapan maksimum. Setelah itu, larutan dimasukkan pada wadah uji fotokatalis kemudian ditambahkan film lapis tipis TiO₂ dan dilakukan penyinaran dengan lampu UV selama 24 jam. Larutan sampel yang telah diuji fotodegradasi diukur kembali nilai pH dan absorbansinya. Selisih dari besarnya nilai serapan maksimum dari larutan pewarna sebelum dan sesudah ditambahkan film lapis tipis TiO₂ digunakan sebagai ukuran fotokatalis lapis tipis TiO₂ untuk mendegradasi larutan pewarna.

3.7.3 Analisis Data

a. Penentuan konsentrasi Red MX-8B yang tersisa

Dari kurva kalibrasi yang dihasilkan pada saat uji aktivitas akan didapatkan suatu persamaan regresi $y = ax + b$. Persamaan tersebut dapat digunakan untuk mengetahui konsentrasi pewarna Procion Red MX-8B yang tersisa (x).

$$(x) = \frac{y - b}{a} \quad (3.7)$$

b. Persentase fotokatalis TiO₂ dalam mendegradasi zat warna Red MX-8B

Penentuan persentase kemampuan fotokatalis lapis tipis TiO₂ dalam mendegradasi zat warna dapat ditentukan menggunakan persamaan :

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (3.8)$$

Keterangan:

C_t : Konsentrasi larutan pada waktu ke-t (ppm)

C_0 : Konsentrasi awal larutan (ppm)

(Sumerta *et al.*, 2002).

Pengukuran Aktivitas fotokatalisis dilakukan pada lapis tipis dengan variasi konsentrasi berbanding rasio hidrolisis untuk dapat diketahui tren luas permukaan lapis tipis kristal TiO_2 terhadap kedua parameter tersebut.

- Pengaruh Rasio Hidrolisis dan konsentrasi TTIP terhadap aktivitas fotokatalisis

Tabel 3.1 Tabel Pengukuran Aktivitas Fotokatalisis.

Rasio Hidrolisis	1:4	1:6	1:8
Konsentrasi TTIP			
0,05			
0,1			
0,15			

3.8 Prosedur Pengujian Aktivitas Fotokatalisis Lapis Tipis TiO_2 terhadap Sampel Limbah Pewarna Tekstil.

3.8.1 Pengambilan dan Penyimpanan Sampel Limbah

Limbah cair batik diperoleh dari Industri Pengolahan Batik di Rumah Batik Rolla Jember di daerah Kreongan Jember. Limbah cair ini diperoleh dari sisa air buangan proses pencelupan warna akhir pada kain batik. Air limbah diambil dan dimasukkan dalam wadah jerigen gelap tertutup. Limbah cair disaring menggunakan kertas saring untuk menghilangkan padatan pengotor (seperti malam). Filtrat yang diperoleh ditampung dan dimasukkan dalam lemari es untuk menghindari turunnya kualitas sampel.

3.8.2 Preparasi dan Pengujian Sampel Limbah

Sampel limbah yang digunakan untuk uji fotodegradasi harus diencerkan terlebih dahulu untuk dapat dideteksi absorbansinya. Pengenceran dilakukan dengan komposisi sampel limbah dibandingkan air 1:400 yaitu dengan mengencerkan 0,623 ml limbah batik kedalam labu ukur 250 ml. Sampel limbah yang sudah diencerkan diukur absorbansi maksimumnya menggunakan Spektrofotometri Visibel pada range

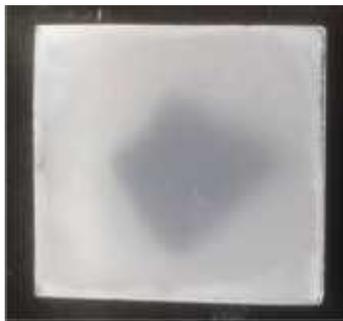
panjang gelombang 400-600 nm. Absorbansi maksimum yang dideteksi digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi pada pewarna tekstil standar, yang mana digunakan pewarna tekstil procion red mx-8b. Kurva kalibrasi dibuat dengan serangkaian konsentrasi larutan, yaitu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, dan 100 ppm.

Sampel limbah yang telah diencerkan, diukur pH dan absorbansinya, kemudian dimasukkan pada wadah uji yang sudah terisis lapis tipis TiO_2 yang memiliki aktivitas fotodegradasi maksimum dan disinari dengan lampu UV selama 24 jam. Larutan sampel yang telah diuji fotodegradasi diukur kembali nilai pH dan absorbansinya. Selisih dari besarnya nilai serapan maksimum dari sampel sebelum dan sesudah difotodegradasi dianalisa konsentrasinya menggunakan analisa yang sama dengan pada analisa fotodegradasi pewarna procion red mx-8b (Adi, 2012).

BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Film Lapis Tipis TiO₂ dan Karakterisasinya

Film lapis tipis TiO₂ dalam penelitian ini disintesis dari prekursor titanium tetraisopropoksida (TTIP) menggunakan metode sol-gel dengan teknik deposisi *spin coating*. Konsentrasi TTIP dan rasio hidrolisis dibuat bervariasi untuk mengontrol reaksi hidrolisis dan kondensasi sehingga didapatkan film lapis tipis yang memiliki kualitas kristal yang baik. Bentuk film lapis tipis yang diperoleh dalam penelitian ini ditampilkan pada gambar 4.1.

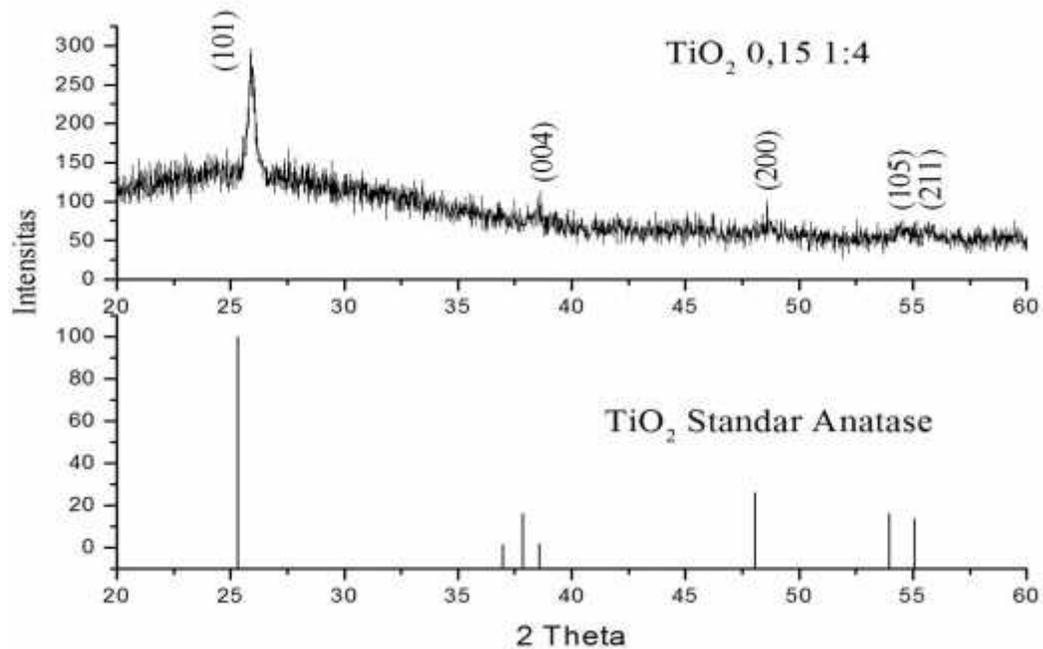


Gambar 4.1 Film Lapis Tipis TiO₂ 0,15 M RH 1:4.

Gambar 4.1 diatas merupakan film lapis tipis yang telah selesai dikalsinasi pada suhu 550°C yang mana yang mengandung kristal TiO₂ pada permukaannya. Sebelum film lapis tipis TiO₂ digunakan sebagai fotokatalis, terlebih dahulu film di karakterisasi dengan pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui struktur dan kristalinitas TiO₂.

Data yang didapat dari analisa difraksi sinar X yaitu pola difraksi berdasarkan plot intensitas peak yang menyatakan peta parameter kisi kristal atau indeks miller (hkl) sebagai fungsi 2θ , dimana 2θ sendiri menyatakan sudut difraksi berdasarkan persamaan Bragg (Richardson, 1989). Hasil karakterisasi film lapis tipis TiO₂ dengan difraksi sinar-X menunjukkan bahwa kristal TiO₂ telah berhasil disintesis dalam penelitian ini. Difraktogram pada gambar 4.2 dan tabel 4.1 menunjukkan bahwa

dihasilkan puncak-puncak yang mirip dengan pola difraksi pada standar TiO_2 anatase pada JCPDS 84-1286. Puncak utama yang khas dari TiO_2 anatase yaitu pada bidang (101) muncul pada sudut $2\theta = 25,891$.



Gambar 4.2 Difraktogram Film Lapis Tipis TiO_2 0,15 M RH 1:4.

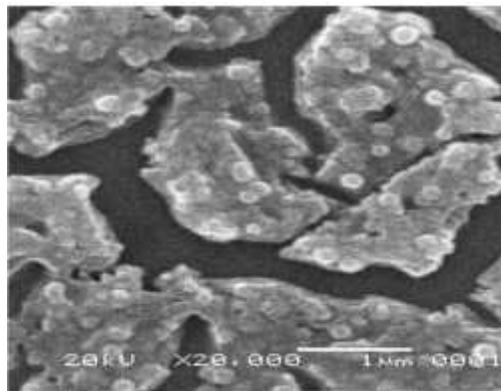
Tabel 4.1 Data Intensitas Difraktogram Puncak dan Ukuran Kristal TiO_2

Sampel	Bidang Difraksi	2θ	Intensitas	FWHM	d (nm)
0,05 1:4	101	25,891	296	0,2007	84,471
	004	37,906	111	-	-
	200	48,033	77	-	-
	105	53,999	66	-	-
	211	55,052	73	-	-

Berdasarkan gambar 4.2 dan tabel 4.1 menunjukkan bahwa TiO_2 memiliki puncak yang mirip dengan standar TiO_2 anatase, namun nilai intensitas yang dihasilkan tidak terlalu kuat pada bidang 200, 105 dan 211. Nilai intensitas maksimal yang dihasilkan untuk puncak tertinggi yaitu 296. Intensitas sebanding dengan tingkat kristalinitas

material, dimana semakin tinggi intensitas puncak difraktogram maka semakin kristalin pula material tersebut (Abdullah, 2008). Nilai intensitas difraktogram pada gambar 4.2 dan tabel 4.1 mengindikasikan bahwa kristal TiO_2 yang disintesis tidak begitu kristalin atau memiliki bentuk yang dimungkinkan masih semikristal.

Ukuran kristal TiO_2 yang diperoleh dari perhitungan diperoleh cukup kecil yaitu 84,471 nm, namun berdasarkan hasil analisa SEM pada gambar 4.3 didapatkan nilai ukuran rata-rata partikel TiO_2 yang masih cukup besar yaitu sekitar 250 nm. Gambar 4.3 menunjukkan bahwa morfologi dari kristal TiO_2 yang belum homogen dan tidak begitu jelas dengan didapatkan inti kristal terlihat tumbuh menyebar tidak rata pada beberapa bagian. Ketidakmerataan ini dimungkinkan karena inti kristal masih dalam tahap pertumbuhan membentuk kelompok-kelompok kristal sehingga kristalnya masih belum begitu sempurna. Hal ini, didukung dengan data difraktogram TiO_2 pada intensitas yang dihasilkannya tidak terlalu kuat yang mana mengindikasikan kristal TiO_2 masih belum begitu kristalin.

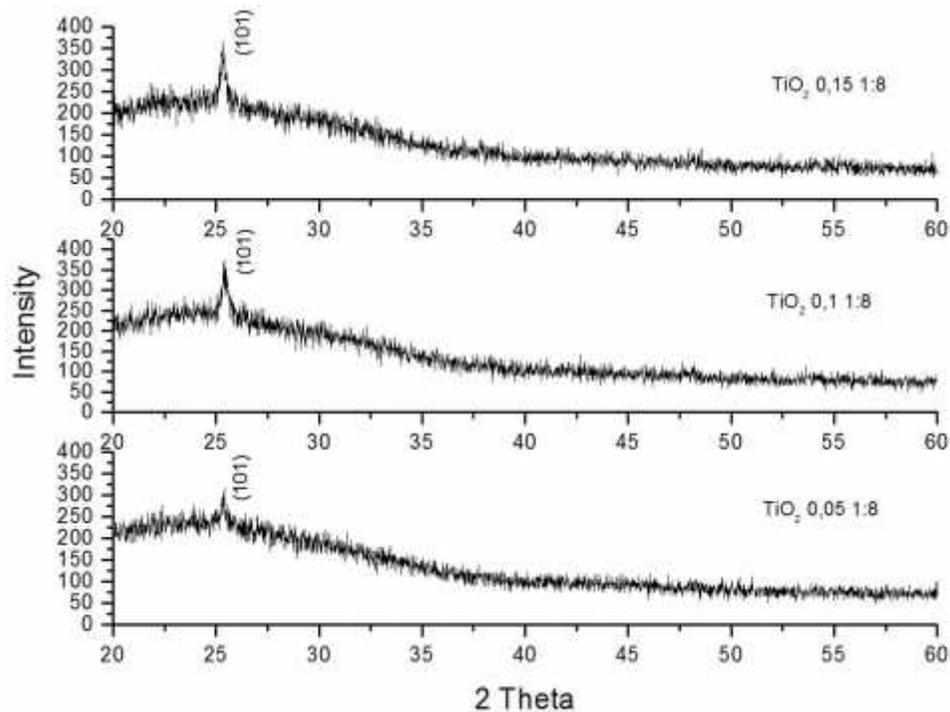


Gambar 4.3 Morfologi TiO_2 0,15 M (RH = 1:4).

4.1.1 Pengaruh Konsentrasi TTIP terhadap Struktur Kristal TiO_2 yang Dihasilkan

Untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi terhadap ukuran dan kristalitas kristal, maka dalam penelitian ini digunakan variasi konsentrasi TTIP yaitu 0,05 M; 0,1 M; dan 0,15 M. Pengukuran dilakukan pada konsentrasi TTIP yang berbeda-beda

namun, untuk parameter rasio hidrolisis dijaga tetap yaitu pada rasio (TTIP:H₂O) 1:8. Berikut merupakan hasil difraksi dari analisa XRD:



Gambar 4.4 Pola Difraksi TiO₂ Pengaruh Variasi Konsentrasi.

Dari gambar 4.4 menunjukkan bahwa ketiga difraktogram yang dihasilkan memiliki puncak yang mirip dan sesuai dengan puncak untuk kristal TiO₂ anatase pada JCPDS 84-1286. Puncak utama yang khas dari TiO₂ anatase muncul pada bidang (101) dengan sudut $2\theta = 25,359^\circ$; $25,4383^\circ$; $25,3254^\circ$ masing–masing untuk sampel TiO₂ 0,05; 0,1; dan 0,15. Selain itu juga didapat informasi berupa terjadi kenaikan intensitas seiring dengan meningkatnya variasi konsentrasi yang ditunjukkan pada tabel 4.2. Sedangkan, untuk data pelebaran puncak menurun seiring dengan meningkatnya variasi konsentrasi. Semakin tinggi konsentrasi yang digunakan maka akan semakin besar pula ukuran kristal TiO₂ yang disintesis.

Hasil perhitungan ukuran kristal ditunjukkan pada tabel 4.2 yang mana menunjukkan bahwa ukuran kristal meningkat sebanding dengan meningkatnya variasi konsentrasi.

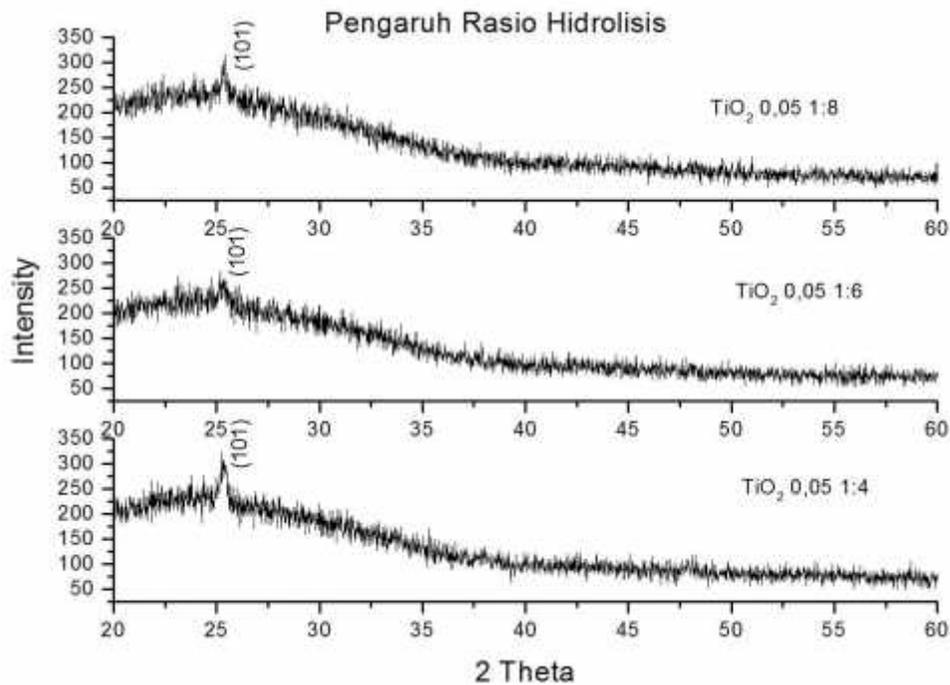
Tabel 4.2 Data Ukuran Kristal TiO₂ Variasi Konsentrasi

Sampel	Bidang Diraksi	2	Intensitas	FWHM	d (nm)
0,05 1:8	101	25,359	315	0,4896	32,665
0,1 1:8	101	25,438	356	0,3598	44,685
0,15 1:8	101	25,325	365	0,3264	48,911

Hal ini dimungkinkan karena semakin besarnya konsentrasi prekursor TTIP yang digunakan maka akan semakin cepat pula laju reaksi hidrolis dan kondensasi, yang mana mengakibatkan titik lewat-jenuh cepat tercapai. Oleh karena itu, reaksi kondensasi dari produk intermediet titanol juga berlangsung cepat, sehingga waktu untuk proses nukleasi berlangsung singkat. Singkatnya waktu untuk pembentukan inti kristal titan ini mengakibatkan total bilangan nukleasi yang terbentuk juga berkurang sehingga menghasilkan partikel TiO₂ yang memiliki ukuran relatif besar (Ibrahim *et al.*, 2010). Ukuran kristal TiO₂ yang disintesis dan dianalisa paling besar didapatkan pada konsentrasi TTIP 0,15 M dengan rasio hidrolisis 1:8 yaitu sebesar 48,911 nm.

4.1.2 Pengaruh rasio Hidrolisis terhadap Struktur Kristal TiO₂ yang Dihasilkan

Reaksi hidrolisis merupakan bagian reaksi yang penting untuk sintesis material anorganik dalam metode sintesis sol-gel. Salah satu hal yang mempengaruhi laju reaksi hidrolisis yaitu keberadaan komposisi air dan katalis. Dimana, semakin tinggi keberadaan air dalam sistem reaksi maka akan meningkatkan terjadinya nukleasi dan pertumbuhan kelompok besar partikel yang mana kemudian akan tumbuh tersebar masing-masing menjadi partikel tunggal kecil pada tahap kalsinasi (Chamharmahali, 2012). Untuk mengetahui pengaruh rasio air terhadap ukuran dan kristalinitas, maka untuk analisa XRD digunakan film dengan variasi rasio mol (TTIP:H₂O) yaitu 1:4, 1:6, dan 1:8, sedangkan untuk parameter variasi konsentrasi TTIP dijaga tetap yaitu 0,05 M. Berikut merupakan hasil dari analisa XRD:



Gambar 4.5 Pola Difraksi TiO₂ Pengaruh Variasi Rasio Hidrolisis.

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa ketiga difraktogram yang dihasilkan memiliki puncak yang mirip dan sesuai dengan puncak untuk kristal TiO₂ anatase pada JCPDS 84-1286. Puncak utama yang khas dari TiO₂ anatase pada bidang hkl (101) beserta intensitas dan ukuran kristal ditunjukkan pada tabel 4.3. Data intensitas menunjukkan kecenderungan menurun seiring dengan dengan peningkatan rasio hidrolisis, sedangkan data pelebaran puncak meningkat seiring dengan meningkatnya rasio hidrolisis. Hasil perhitungan ukuran kristal menunjukkan ukuran kristal semakin kecil sebanding dengan peningkatan rasio hidrolisis. Hal ini dikarenakan pada rasio hidrolisis yang besar, dimungkinkan semakin banyak molekul air yang mengalami disosiasi, sehingga komposisi ion HO⁻ semakin banyak, yang kemudian akan dengan mudah memprotonasi atom Ti pada molekul TTIP sehingga reaksi hidrolisis akan semakin mendominasi dibandingkan dengan reaksi kondensasi. Dominannya reaksi hidrolisis ini memungkinkan untuk terjadinya nukleasi yang dominan pula, sehingga

proses pertumbuhan kristal akan tersebar untuk setiap inti yang sudah terbentuk dan menghasilkan kristal akhir yang berukuran relatif kecil (Ibrahim *et al.*, 2010).

Tabel 4.3 Data Ukuran Kristal TiO₂ Variasi Rasio Hidrolisis

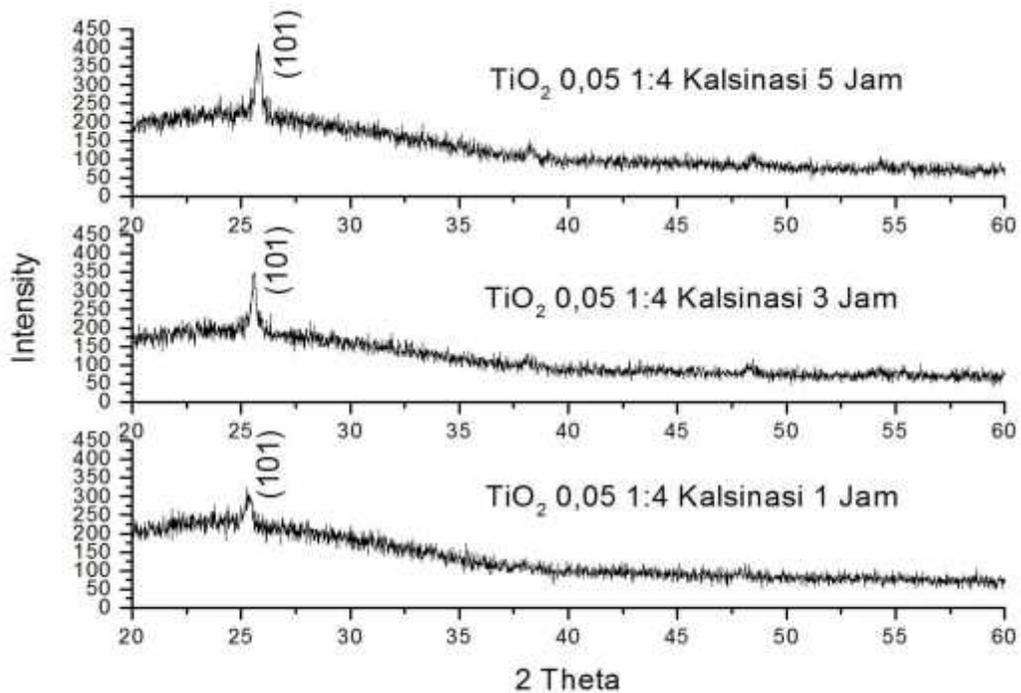
Sampel	Bidang Diraksi	2	Intensitas	FWHM	d (nm)
0,05 1:4	101	25,368	325	0,3264	49,024
0,05 1:6	101	25,356	285	0,9792	16,330
0,05 1:8	101	25,359	315	0,4896	32,665

Berdasarkan difraktogram pada gambar 4.5 dan tabel 4.3 menunjukkan adanya data yang keluar tren, yaitu pada difraktogram rasio hidrolisis 1:6 dimana seharusnya memberikan nilai diantara rasio hidrolisis 1:4 dan 1:8. Ketidak tepatan ini dimungkinkan karena pada saat sintesis film dengan rasio hidrolisis 1:6 terjadi kalsinasi yang tidak sempurna sehingga energi yang diperoleh oleh atom-atom TiO₂ untuk membentuk bidang kristal tidak begitu maksimal. Oleh karena itu, dihasilkan intensitas yang cukup rendah yang ditandai oleh adanya struktur *amorf* dari oksida logam yang belum begitu sempurna berubah menjadi kristal. Hal ini berpengaruh pula pada ukuran kristal TiO₂ yang dihasilkan yang ditunjukkan pada tabel 4.3. Ukuran paling kecil seharusnya didapatkan pada konsentrasi TTIP 0,05 M dengan rasio hidrolisis 1:8 yaitu sebesar 32,66 nm, namun data perhitungan menunjukkan bahwa kristal yang disintesis dengan konsentrasi TTIP 0,05 M dengan rasio hidrolisis 1:6 memiliki ukuran yang lebih kecil yaitu sebesar 16,330 nm.

4.1.3 Pengaruh Waktu Kalsinasi terhadap Struktur Kristal TiO₂ yang Dihasilkan

Berdasarkan data difraktogram gambar 4.4 dan 4.5 yang mengindikasikan terbentuknya semikristal, maka diperlukannya data pendukung untuk mendapatkan data kristalinitas yang maksimal. Oleh karena itu dalam penelitian ini dilakukan dilakukan analisa XRD pada sampel yang memiliki data karakterisasi XRD dengan nilai intensitas yang cukup baik yaitu pada komposisi konsentrasi 0,05 M dengan rasio hidrolisis 1:4. Metode sintesis yang digunakan sama dengan sampel yang

lainnya dan dilakukan tambahan perlakuan berupa variasi waktu kalsinasi. Kalsinasi yaitu proses pemanasan substrat pada suhu tinggi namun masih dibawah suhu titik leleh substrat. Tujuan kalsinasi dalam penelitian ini yaitu untuk menumbuhkan kristal TiO_2 dan proses kalsinasinya dilakukan dalam furnace. Pemilihan perlakuan waktu kalsinasi ini dimungkinkan bahwa semakin lama waktu kalsinasi maka akan berpengaruh terhadap naiknya intensitas puncak difraktogram (Yulita *et al.*, 2012). Variasi waktu kalsinasi yang digunakan yaitu 1 jam, 3 jam, dan 5 jam. Berikut merupakan hasil analisa XRD:



Gambar 4.6 Pola Difraksi TiO_2 Pengaruh Variasi Waktu.

Berdasarkan informasi dari gambar 4.6 menunjukkan bahwa ketiga difraktogram yang dihasilkan memiliki puncak yang mirip dan sesuai dengan puncak untuk kristal TiO_2 anatase pada JCPDS 84-1286. Puncak utama yang khas dari TiO_2 anatase pada bidang hkl (101) beserta intensitas dan ukuran kristal ditunjukkan pada tabel 4.4. Informasi yang didapat dari gambar 4.6 dan tabel 4.4 yaitu terjadi kenaikan intensitas yang mana sebanding dengan adanya kenaikan dari perlakuan waktu

kalsinasi. Untuk data pelebaran puncak memberikan nilai yang menurun seiring dengan meningkatnya waktu kalsinasi. Nilai ukuran kristal memberikan informasi bahwa semakin lama waktu kalsinasi yang diberikan maka ukuran kristal yang tumbuh juga semakin besar. Hal ini dipengaruhi oleh adanya semakin lama waktu kalsinasi maka semakin banyak pula energi yang diperoleh atom-atom TiO_2 untuk menyempurnakan pertumbuhan kristal sehingga penyusunan bidang kristal semakin tinggi pula.

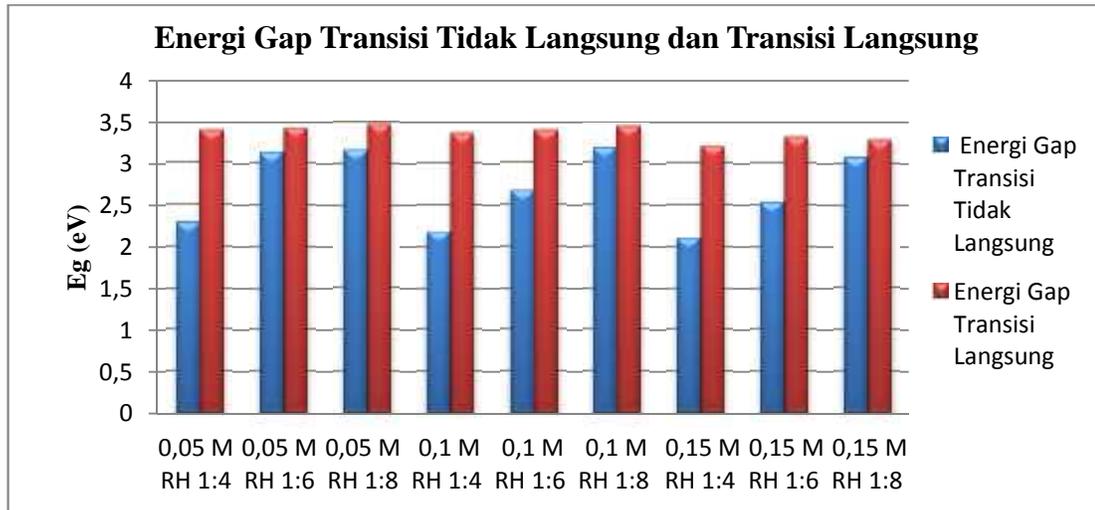
Tabel 4.4 Data Ukuran Kristal TiO_2 0,05 M 1:4 Variasi Waktu Kalsinasi.

Waktu kalsinasi	Bidang Diraksi	2	Intensitas	FWHM	d (nm)
1 Jam	101	25,368	325	0,3264	49,024
3 Jam	101	25,582	350	0,2676	60,912
5 Jam	101	25,849	409	0,1673	101,416

4.2 Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO_2

Pengukuran nilai energi gap lapis tipis TiO_2 dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan instrumentasi spektrofotometri UV-Vis pada film lapis tipis TiO_2 yang disintesis. Dasar penggunaan spektrofotometri UV-Vis yaitu adanya gelombang elektromagnetik, yang mana jika disinarkan terhadap material maka foton dari gelombang tersebut akan diserap oleh elektron dalam material sehingga elektron akan berusaha meloncat menuju tingkat energi yang lebih tinggi. Jika elektron tersebut mula-mula berada pada pita valensi, maka setelah penyerapan foton akan berusaha menuju tingkat energi yang lebih tinggi yaitu pita konduksi. Jarak dari kedua tingkat energi yang ditempati elektron tersebut dinamakan energi gap atau celah pita energi (Abdullah, 2008).

Hasil pengukuran energi gap dengan 3 kali pengulangan, dibuat rata-rata yang ditampilkan pada lampiran A, yang mana ditunjukkan oleh diagram pada gambar 4.7.



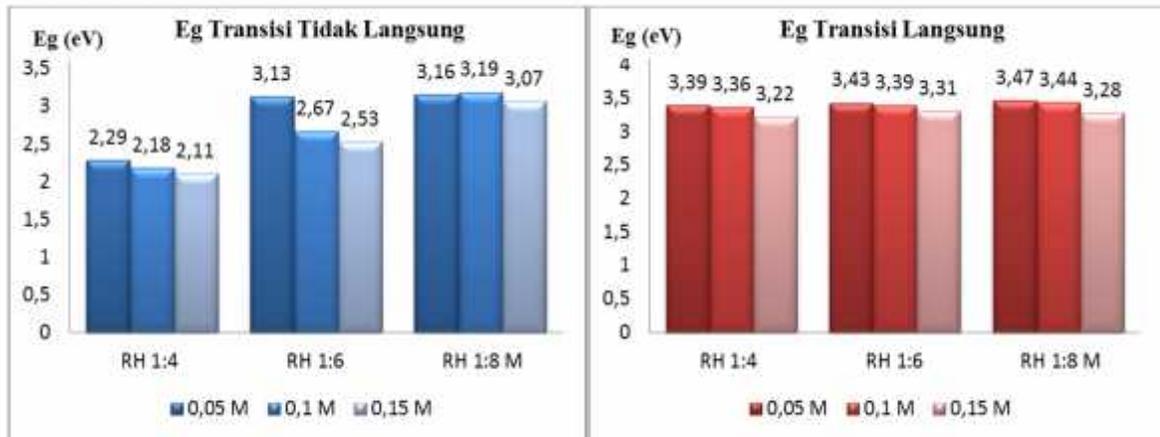
Gambar 4.7 Energi Gap Film Lapis TiO₂.

Dari gambar tersebut, dapat diketahui bahwa nilai energi gap film lapis tipis TiO₂ memiliki nilai yang cukup berbeda. Dihasilkan nilai energi gap transisi langsung yang lebih besar dibandingkan dengan nilai energi gap transisi tidak langsung. Hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Reddy *et al.*, dalam Valencia (2010) bahwa nilai energi gap TiO₂ anatase transisi tidak langsung sangat rendah yang berkisar dibawah 2,95 eV. Untuk nilai energi gap TiO₂ anatase transisi langsung berdasarkan yang dilaporkan oleh Hidalgo *et al.*, dan Hossain *et al.*, dalam Valencia (2010) yaitu berkisar 2,86 - 3,34 eV.

Energi gap TiO₂ memiliki nilai yang cukup berbeda antara transisi langsung dan tidak langsung. Berdasarkan banyak literatur, energi gap transisi langsung TiO₂ anatase nanopartikel lebih banyak digunakan (Hidalgo *et al.*, dan Hossain *et al.*, dalam Valencia, 2010). Energi gap TiO₂ untuk fase anatase secara umum memiliki nilai 3,2 eV (Linsebigler *et al.*, 1995), nilai ini tidak jauh berbeda dengan energi gap TiO₂ transisi langsung yang terukur pada penelitian ini yaitu 3,22 eV. TiO₂ Anatase sebagai fotokatalis memiliki nilai energi gap yang sebanding antara nilai energi foton antara cahaya visibel dan UV yaitu sekitar $E_g < 3,5$ eV. Berdasarkan patokan nilai tersebut, dapat dikatakan energi gap fotokatalis yang disintesis merupakan nilai energi gap TiO₂.

4.2.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi TTIP terhadap Energi Gap Film Lapis Tipis TiO₂

Hasil perhitungan energi gap berdasarkan variasi konsentrasi ditampilkan pada lampiran A, yang mana rata-ratanya ditunjukkan oleh diagram pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Energi Gap TiO₂ Transisi Tidak Langsung dan Transisi langsung.

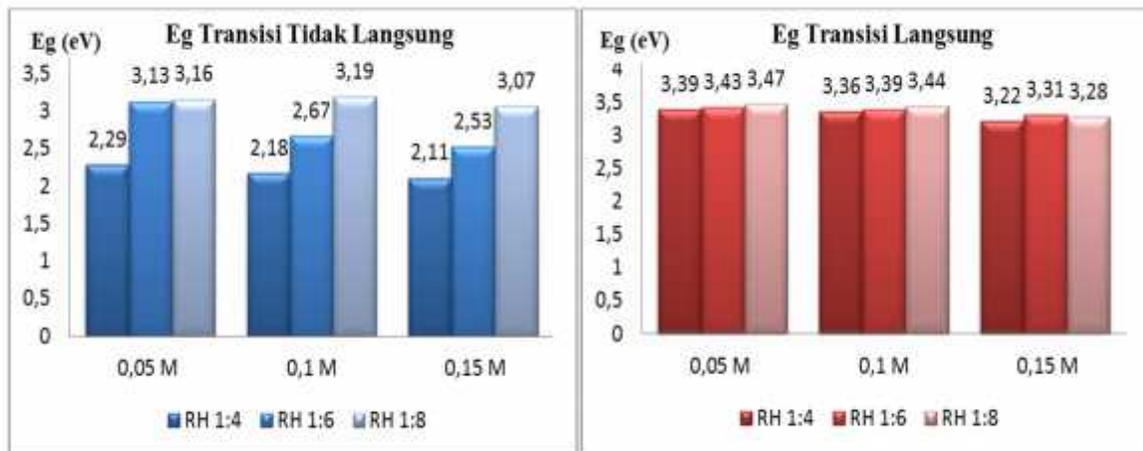
Berdasarkan gambar tersebut didapatkan informasi bahwa adanya variasi konsentrasi berpengaruh terhadap energi gap yang dihasilkan. Secara keseluruhan, semakin tinggi konsentrasi TTIP maka menghasilkan film lapis tipis dengan energi gap yang semakin kecil baik pada transisi langsung maupun transisi tidak langsung. Semakin kecilnya energi gap ini dipengaruhi oleh adanya ukuran partikel penyusun kristal TiO₂ yang dianalisa. Energi gap akan memiliki nilai yang semakin besar seiring dengan semakin kecilnya ukuran partikel penyusun kristal (Abdullah, 2008).

Karakterisasi XRD menghasilkan bahwa ukuran kristalin TiO₂ semakin besar sejalan dengan semakin besarnya variasi konsentrasi TTIP. Hal ini mendukung hasil pengukuran energi gap yang mana nilai energi gap TiO₂ dengan semakin meningkatnya variasi konsentrasi TTIP juga akan semakin kecil. Semakin kecil energi gap maka akan semakin mudah pula fotokatalis untuk menangkap foton dengan tingkat energi yang kecil, sehingga reaksi fotodegradasi dapat tercapai pula (Linsebigler, 1995). Berdasarkan laporan tersebut dapat dikatakan bahwa film lapis tipis TiO₂ dengan konsentrasi 0,15 M ialah komposisi film yang memiliki energi gap

paling kecil. Komposisi tersebut dimungkinkan akan memiliki aktivitas fotodegradasi yang paling tinggi.

4.2.2 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Energi Gap Film Lapis Tipis TiO₂

Hasil perhitungan energi gap yang dipengaruhi oleh rasio hidrolisis ditampilkan pada lampiran A, yang mana rata-ratanya ditunjukkan oleh diagram pada gambar 4.9.



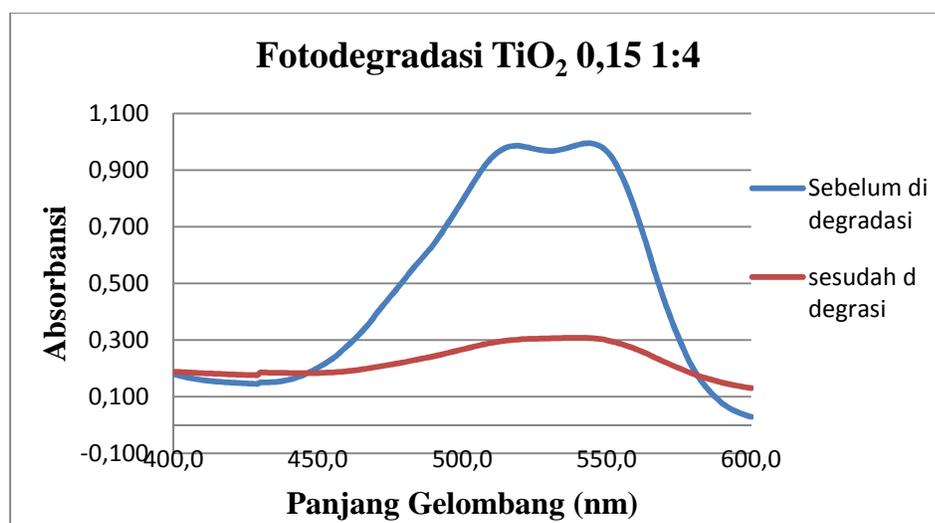
Gambar 4.9 Energi Gap TiO₂ Transisi Tidak Langsung dan Transisi langsung.

Berdasarkan diagram tersebut didapatkan informasi bahwa adanya rasio hidrolisis berpengaruh terhadap nilai energi gap yang dihasilkan. Untuk setiap energi gap baik transisi langsung maupun transisi tidak langsung menghasilkan kecenderungan yang mana semakin tinggi rasio hidrolisis maka akan menghasilkan nilai energi gap yang semakin tinggi pula (Yuwono, 2011). Hal ini sejalan dengan hasil pada karakterisasi XRD bahwa semakin tinggi rasio hidrolisis menghasilkan ukuran kristalin yang semakin kecil, sehingga menghasilkan nilai energi gap akan semakin besar. Energi gap terkecil didapatkan pada film lapis tipis TiO₂ dengan rasio hidrolisis 1:4. Jika dipadukan dengan nilai energi gap yang dipengaruhi konsentrasi TTIP didapatkan bahwa energi gap terkecil dimiliki oleh film lapis tipis TiO₂ dengan komposisi konsentrasi TTIP 0,15 M RH 1:4 yaitu sebesar 2,11 eV. Energi gap tersebut diprediksi akan memiliki aktivitas fotokatalis paling maksimal.

4.3 Aktivitas Fotokatalis TiO₂

Uji Fotodegradasi fotokatalis TiO₂ dalam penelitian ini dilakukan setelah didapatkannya data karakterisasi XRD kristal TiO₂. Sampel pewarna tekstil yang digunakan yaitu pewarna tekstil procion red mx-8b yang mana merupakan jenis zat warna Azo dengan struktur yang cukup rumit dan kompleks (Kusumaningsih *et al.*, 2012). Absorbansi maksimum pewarna procion red mx-8b didapatkan pada daerah panjang gelombang 544 nm. Persamaan regresi untuk menentukan konsentrasi sampel diperoleh $y = 0,019x + 0,0043$ dan nilai R 0,999 yang mana layak digunakan sebagai kurva kalibrasi yang baik. Data scan panjang gelombang dan pembuatan kurva kalibrasi ditampilkan pada lampiran B. Hasil pengujian fotokatalis TiO₂ pada larutan pewarna didapatkan absorbansi sebelum dan setelah didegradasi. Absorbansi ini digunakan untuk mengetahui konsentrasi dan persentase pewarna yang terdegradasi. Data hasil pengukuran fotodegradasi yang dilakukan pengulangan 3 kali dan dirata-rata ditampilkan pada lampiran C.

Untuk memastikan sampel zat warna sebelum dan sesudah didegradasi merupakan sampel yang sama, dilakukan scan panjang gelombang. Scan panjang gelombang dilakukan pada fotokatalis dengan komposisi 0,15 M 1:4 yang mana ditunjukkan pada gambar 4.10.



Gambar 4.10 Scanning panjang gelombang sebelum dan sesudah didegradasi.

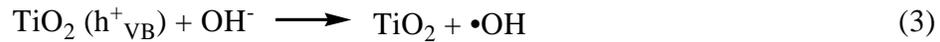
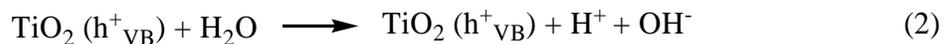
Berdasarkan gambar tersebut, terlihat bahwa kedua pola serapan memiliki kemiripan, namun berbeda dalam hal besarnya nilai absorbansi. Adanya kesamaan pola tersebut mengindikasikan bahwa sampel yang diukur baik sebelum dan sesudah didegradasi ialah sampel yang sama.

Proses pendegradasian pewarna tekstil procion red mx-8b menggunakan fotokatalis TiO_2 merupakan suatu proses adsorpsi energi foton dari sinar UV. Adanya proses adsorpsi foton tersebut oleh fotokatalis membuat proses fotokatalisis dapat berlangsung (Hoffman *et al.*, 1995). Keberlangsungan proses fotokatalis bergantung pada adsorpsi energi foton itu sendiri yang mana jika foton diserap sesuai atau lebih besar dari energi gap kristal TiO_2 maka elektron pada pita valensi (V_b) akan tereksitasi menuju pita konduksi (C_b). Tereksitasinya elektron tersebut membuat pasangan elektron (e^-)–hole (h^+) akan dibangkitkan dan terbentuk pada permukaan TiO_2 . Pada pita konduksi terdapat elektron ($e^-_{C_b}$) yang berperan sebagai muatan negatif, sedangkan pada pita valensi terdapat muatan positif dari kekosongan atau *hole* ($h^+_{V_b}$) akibat elektron yang tereksitasi pada pita konduksi (Riyani *et al.*, 2012).

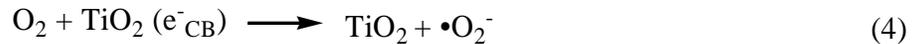
Selanjutnya, *hole* ($h^+_{V_b}$) akan menginisiasi reaksi oksidasi dengan H_2O yang terdapat dalam larutan pewarna membentuk radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$), sedangkan elektron ($e^-_{C_b}$) akan menginisiasi reaksi reduksi dengan O_2 yang ada dalam larutan pewarna membentuk radikal superoksida ($\bullet\text{O}_2^-$) yang kemudian akan bereaksi dengan H_2O yang ada dalam larutan pewarna membentuk radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$). Senyawa radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang dihasilkan tersebut merupakan oksidator kuat yang dapat mendegradasi senyawa procion red mx-8b yang ada disekitar permukaan kristal TiO_2 menjadi senyawa terdegradasi, CO_2 , dan H_2O . Menurut Konstantinou dan Albanis (2004), mekanisme reaksi degradasi pewarna dengan gugus azo secara umum dimodelkan oleh reaksi fotodegradasi pewarna Acid Orange 7 (AO7), yang mana mekanisme reaksinya ditunjukkan pada lampiran E. Hasil dari fotodegradasi senyawa AO7 yaitu terbentuk senyawa organik intermediet yang kemudian teroksidasi lebih lanjut membentuk CO_2 , dan H_2O . Reaksi fotokatalisis TiO_2 terhadap pewarna tekstil procion red mx-8b secara umum yaitu:



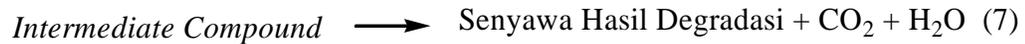
Reaksi Oksidasi



Reaksi Reduksi



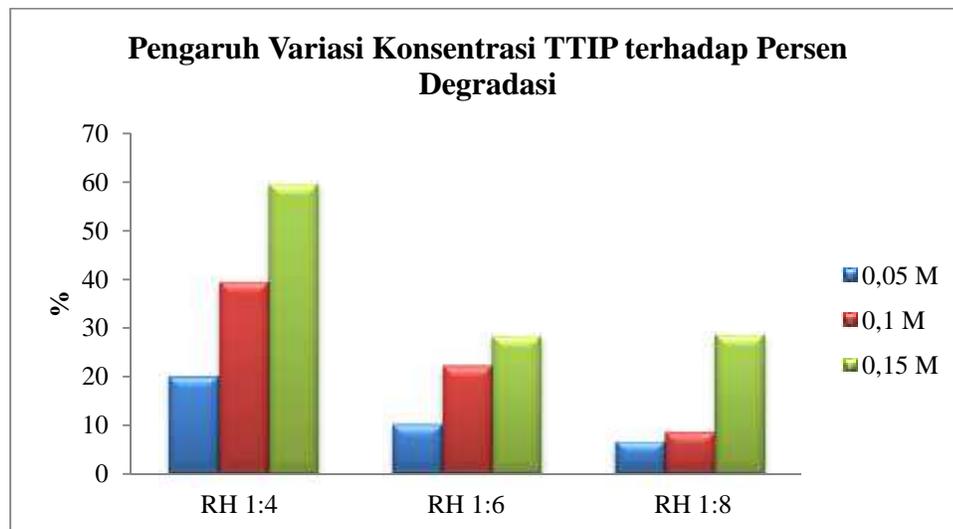
Reaksi Total



(Okamoto *et al.*, 1985).

4.3.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi TTIP terhadap Aktivitas Fotokatalis

Pengujian fotodegradasi terhadap larutan pewarna tekstil procion red mx-8b oleh fotokatalis TiO_2 yang disintesis dengan variasi konsentrasi prekursor TTIP menghasilkan data yang ditampilkan pada lampiran C. Berdasarkan data hasil 3 kali pengulangan fotodegradasi yang ditampilkan pada lampiran C, dibuat rata-rata yang ditampilkan dalam diagram pada gambar 4.11.



Gambar 4.11 Pengaruh Variasi Konsentrasi TTIP terhadap Fotodegradasi.

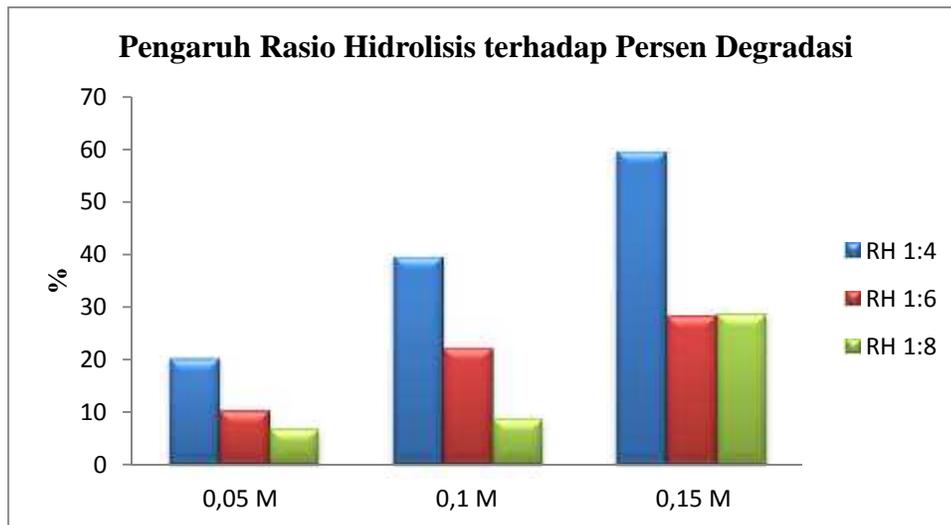
Berdasarkan diagram tersebut menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi TTIP yang digunakan untuk sintesis fotokatalis TiO_2 maka konsentrasi pewarna yang terdegradasi semakin tinggi pula. Konsentrasi pewarna yang terdegradasi paling besar yaitu pada fotokatalis dengan komposisi TTIP 0,15 M, RH 1:4. Besarnya persen degradasi yang dihasilkan yaitu 59,46% dan sisa konsentrasi pewarna sebesar 19,19 ppm. Fotokatalis TiO_2 dengan komposisi 0,15 RH 1:4 menghasilkan persen degradasi yang paling tinggi, hal ini dimungkinkan karena fotokatalis memiliki jumlah kristal yang paling banyak dibandingkan dengan komposisi yang lain.

Kecenderungan hasil fotodegradasi oleh fotokatalis yang dipengaruhi variasi konsentrasi TTIP, juga didukung oleh data hasil karakterisasi XRD dan energi gap film lapis tipis TiO_2 . Semakin besar konsentrasi prekursor TTIP yang digunakan sebanding dengan kristalinitas TiO_2 yang semakin tinggi. Banyaknya kristal TiO_2 yang digunakan sebagai fotokatalis berpengaruh terhadap peningkatan sisi aktif dari fotokatalis (Damayanti *et al.*, 2014). Peningkatan sisi aktif ini akan menyebabkan semakin banyaknya molekul pewarna procion red mx-8b yang teradsorpsi pada permukaan fotokatalis TiO_2 , sehingga memungkinkan semakin banyaknya radikal hidroksil yang akan mendegradasi molekul tersebut.

Aktivitas fotokatalis akan meningkat seiring dengan semakin kecilnya nilai energi gap. Hal ini sesuai dengan hasil pengukuran energi gap fotokatalis TiO_2 yang menghasilkan kecenderungan rata-rata menurun seiring dengan meningkatnya konsentrasi prekursor TTIP. Meskipun, energi gap yang dihasilkan memiliki kecenderungan yang tidak selalu monoton turun seiring dengan bertambahnya konsentrasi TTIP pada beberapa komposisi fotokatalis. Oleh karena itu dapat dikatakan bahwa uji fotodegradasi dengan fotokatalis TiO_2 lebih dominan dipengaruhi kristalinitas kristal TiO_2 dibandingkan dengan nilai energi gap. Hal tersebut sesuai dengan hasil pada penelitian yang dilakukan oleh Slamet dan Marlina (2007), yang menyatakan bahwa kristalinitas dan ukuran Kristal pada fotokatalis lebih berpengaruh dominan terhadap aktivitas fotokatalis dibandingkan dengan nilai energi band gapnya.

4.3.2 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Aktivitas Fotokatalis

Hasil dari pengujian fotodegradasi fotokatalis terhadap larutan pewarna tekstil procion red mx-8b oleh fotokatalis TiO_2 yang disintesis dengan variasi rasio hidrolisis menghasilkan data yang ditampilkan pada lampiran C. Berdasarkan data hasil 3 kali pengulangan fotodegradasi yang ditampilkan pada lampiran C, dibuat rata-rata yang ditampilkan dalam diagram pada gambar 4.12.



Gambar 4.12 Pengaruh Rasio Hidrolisis terhadap Fotodegradasi.

Berdasarkan diagram tersebut, dapat diambil informasi bahwa terjadi kecenderungan semakin rendahnya rasio hidrolisis yang digunakan untuk sintesis fotokatalis TiO_2 , maka semakin tinggi pula konsentrasi pewarna procion red mx-8b yang terdegradasi. Semua variasi rasio hidrolisis menghasilkan persen degradasi yang konsisten dimana untuk fotokatalis dengan konsentrasi 0,05 M, 0,1 M dan 0,15 M menghasilkan persen degradasi yang optimum pada rasio hidrolisis terkecil yaitu 1:4. Persen degradasi terbesar diperoleh pada fotokatalis dengan komposisi 0,15 M RH 1:4. Besar persen degradasi yang diperoleh dari fotokatalis tersebut yaitu 1:4 yaitu 59,46% dan sisa konsentrasi sebesar 19,19 ppm. Hasil fotodegradasi oleh fotokatalis yang dipengaruhi oleh rasio hidrolisis sesuai dengan prediksi pada hasil karakterisasi dan energi gap.

Persen degradasi semakin tinggi diperoleh pada fotokatalis yang memiliki kristalinitas paling besar dan energi gap paling minimum.

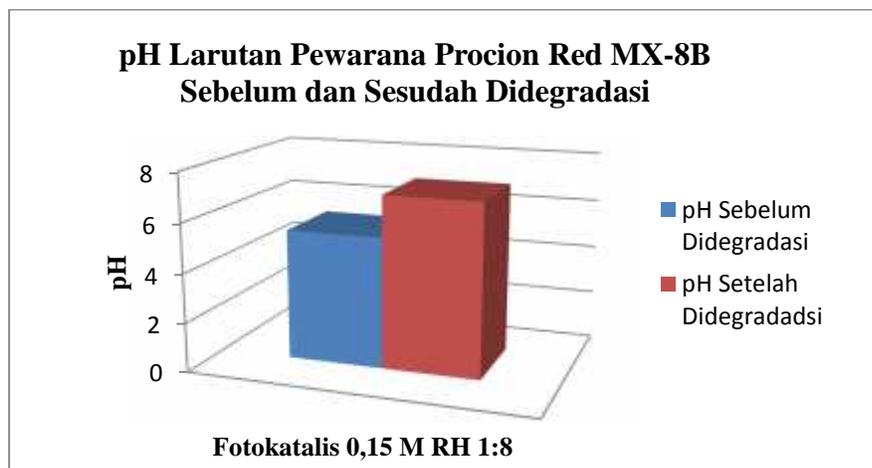
Dari gambar 4.12 juga didapatkan pula kecenderungan yang tidak begitu berbeda pada persen degradasi untuk komposisi fotokatalis 0,15 M RH 1:6 dibandingkan dengan 0,15 M RH 1:8. Meskipun hasil persen degradasi menunjukkan nilai komposisi dengan RH 1:6 lebih besar dibandingkan dengan komposisi RH 1:8, namun perbedaannya tidak terlalu besar, yang mana seharusnya untuk komposisi dengan RH 1:6 mampu memberikan persen degradasi yang lebih besar lagi. Hal ini dimungkinkan oleh adanya pengaruh tingkat kristalinitas pada komposisi dengan RH 1:6 terbentuk tidak begitu seragam, sehingga jumlah sisi aktif pada permukaan katalis menjadi terbatas (Tjahjanto dan Gunlazuadi, 2001). Keterbatasan dari sisi aktif pada luas permukaan fotokatalis TiO_2 berpengaruh pada jumlah radikal hidroksil yang terbentuk semakin terbatas pula, sehingga proses pendegradasian pewarna procion red mx-8b berjalan tidak begitu maksimal (Damayanti *et al.*, 2014). Berdasarkan data karakterisasi XRD film lapis tipis TiO_2 dengan komposisi RH 1:6 dan RH 1:8 menunjukkan bahwa tingkat kristalinitas kedua komposisi tersebut tidak terlalu tinggi, terutama untuk komposisi RH 1:6 yang memiliki tingkat kristalinitas dibawah komposisi RH 1:8.

4.3.3 Pengaruh pH Larutan Pewarna Procion Red MX-8B terhadap Aktivitas Fotokatalis

Pengukuran nilai pH dilakukan bersamaan dengan pengukuran nilai absorbansi sampel pewarna procion red mx-8b sebelum dan sesudah didegradasi. Pengujian ini merupakan uji tambahan untuk melengkapi data fotodegradasi yang bertujuan untuk mengetahui kondisi pH larutan sampel pewarna. Hasil pengujian nilai pH larutan pewarna sebelum dan sesudah didegradasi yang dilakukan pengulangan pengukuran sebanyak 3 kali ditampilkan pada lampiran C.

Hasil pengukuran didapatkan bahwa rata-rata pH semua larutan pewarna memiliki kecenderungan yang sama. Semua larutan pewarna memiliki nilai pH dalam

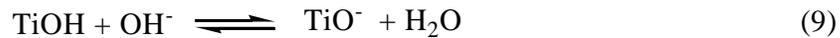
kondisi asam saat sebelum didegradasi dan memiliki nilai pH dalam daerah netral ketika sudah didegradasi pada berbagai komposisi fotokatalis. Berdasarkan penelitian Riyani dan Setyaningtyas (2011), dan Qodri (2011) menyatakan bahwa aktifitas fotokatalis TiO_2 terhadap pendegradasian sampel pewarna akan semakin meningkat seiring dengan menurunnya pH sampel pewarna. Dalam penelitian ini, kecenderungan tersebut belum dapat diamati karena sampel fotokatalis yang digunakan tidak konstan namun bervariasi dan juga tidak digunakan variasi pH larutan. Salah satu nilai pH larutan pewarna sebelum dan sesudah didegradasi ditunjukkan pada gambar 4.13 yang merupakan hasil dari pengujian fotokatalis dengan komposisi 0,15 M RH 1:4.



Gambar 4.13 pH Larutan Pewarna Sebelum dan Sesudah Didegradasi.

Berdasarkan penelitian Gumus dan Akbal dalam Qodri (2011), Kondisi pH larutan pewarna berpengaruh pada proses reaksi fotodegradasi karena sampel pewarna procion red mx-8b memiliki gugus reaktif yang spesifik. Hal ini dikarenakan adsorpsi zat warna pada permukaan TiO_2 dipengaruhi oleh adanya gaya tarik dari muatan pada permukaan TiO_2 tersebut, terhadap gugus reaktif zat warna. TiO_2 memiliki *point of zero* pada kondisi pH 6,8 yang mana akan memberikan sifat yang berbeda ketika berada pada pH diatas atau dibawah pH tersebut. Permukaan TiO_2 akan bermuatan positif pada kondisi larutan asam ($\text{pH} < 6,8$), dan akan bermuatan

negatif pada kondisi larutan basa ($\text{pH} > 6,8$). Kondisi tersebut ditunjukkan oleh persamaan reaksi berikut:



Pada kondisi pH asam, TiO_2 akan bermuatan positif yang mana akan meningkatkan aktivitas adsorpsi molekul pewarna yang bermuatan negatif oleh adanya gugus sulfonat. Peningkatan pengikatan molekul pewarna pada permukaan TiO_2 akan berpengaruh pada semakin banyaknya produk radikal hidroksil yang dihasilkan sistem fotokatalis TiO_2 (Riyani dan Setyaningtyas, 2011). Banyaknya radikal hidroksil ini akan meningkatkan aktifitas fotodegradasi pewarna. Pada gambar 4.8 semua larutan sampel berada dalam kondisi asam sebelum didegradasi, dan setelah didegradasi semua sampel menghasilkan nilai pH naik menjadi pH netral. Hal ini sesuai dengan hasil pada penelitian yang dilakukan Agustina *et al.*, (2011) dan Amir (2012), yang mana menyatakan bahwa nilai pH larutan procion red mx-8b sebelum didegradasi yaitu pH 5 menjadi bernilai 7 ketika sudah didegradasi.

4.4 Pengujian Fotodegradasi Sampel Limbah Batik

Uji Fotodegradasi sampel limbah batik oleh fotokatalis TiO_2 dalam penelitian ini dilakukan setelah didaptkannya data fotodegradasi sampel pewarna procion red mx-8b. Pengujian ini sebenarnya merupakan uji fotodegradasi tambahan untuk melengkapi data hasil uji kemampuan fotokatalis TiO_2 optimum yang disintesis dalam pengaplikasian pada sampel limbah pewarna yang ada dilingkungan. Komposisi fotokatalis yang digunakan yaitu 0,15 M RH 1:4 yang mana merupakan komposisi fotokatalis yang memiliki aktivitas fotokatalisis terbaik dalam penelitian ini. Sampel limbah batik yang digunakan yaitu sampel limbah batik yang berasal dari air sisa pencelupan akhir pada proses produksi batik di Rumah Industri Pengolahan Batik Rolla Jember yang berlokasi di daerah Jalan Mawar No. 75 Kreongan Jember.

Pemilihan sampel limbah batik dikarenakan limbah batik merupakan limbah yang mengandung banyak senyawa kompleks pewarna tekstil, terutama limbah hasil dari proses pencelupan dan pewarnaan. Senyawa kompleks pewarna tekstil yang terkandung diantaranya yang dominan yaitu senyawa azo yang mana mempunyai gugus kromofor $-N=N-$ dalam strukturnya yang mana sulit untuk diuraikan. Senyawa azo dilingkungan dalam kondisi aerobik merupakan senyawa yang *nonbiodegradable* dan pada kondisi anaerobik akan tereduksi menjadi produk antara yang membahayakan jika dalam komposisi yang berlebih (Wardhana, 2004). Selain itu, adanya gugus Azo ini merupakan gugus yang ada juga dalam senyawa pewarna procion red mx-8b yang digunakan dalam penelitian ini, sehingga adanya kemiripan struktur ini diharapkan fotokatalis TiO_2 mampu mendegradasi sampel limbah batik.

Absorbansi maksimum sampel limbah batik didapatkan pada daerah panjang gelombang 504 nm. Persamaan regresi untuk menentukan konsentrasi sampel diperoleh $y = 0,0149x + 0,023$ dan nilai $R^2 = 0,9972$ yang mana layak digunakan sebagai kurva kalibrasi yang baik. Data scan panjang gelombang, pembuatan kurva kalibrasi, dan hasil proses pendegradasian sampel limbah batik ditunjukkan pada lampiran D. Berdasarkan data hasil 3 kali pengulangan degradasi, dihasilkan rata-rata persen pendegradasian sampel limbah batik sebesar 3,83% dan konsentrasi sisa sebesar 30,39 ppm. Konsentrasi 30,39 ppm ini merupakan konsentrasi sampel limbah batik setelah diencerkan 400 kali dan didegradasi dengan fotokatalis TiO_2 .

Konsentrasi sampel limbah batik sebelum didegradasi yaitu 31,60 ppm dan selisih dari sampel limbah sebelum dan sesudah didegradasi yaitu 1,21 ppm. Selisih konsentrasi ini merupakan besarnya konsentrasi sampel limbah batik yang mampu untuk didegradasi fotokatalis TiO_2 yang disintesis dalam penelitian ini. Sedikitnya konsentrasi sampel limbah pewarna batik yang dapat didegradasi dimungkinkan karena pada sampel limbah batik mengandung pewarna yang kompleks dan memiliki kadar pewarna yang berbeda pada pewarna procion red mx-8b sehingga persen degradasi menghasilkan nilai yang berbeda pula. Konsentrasi sebenarnya dari sampel limbah batik sebelum didegradasi yaitu 12640 ppm. Dari hasil ini dapat diketahui

bahwa fotokatalis TiO_2 yang disintesis mampu diaplikasikan untuk fotodegradasi sampel limbah batik dengan persen degradasi sebesar 3,823% untuk skala konsentrasi yang kecil.

Untuk sampel limbah batik yang didegradasi tanpa menggunakan fotokatalis TiO_2 tidak menghasilkan konsentrasi yang terdegradasi. Konsentrasi cenderung naik setelah didegradasi yaitu dengan kenaikan dari 31,60 ppm menjadi 37,70 ppm. Hal ini dimungkinkan karena tidak adanya proses fotokatalisis sehingga sampel limbah batik tidak terdegradasi. Tidak adanya proses fotodegradasi ini disebabkan karena syarat dari terjadinya reaksi fotodegradasi tidak terpenuhi. Syarat dari terjadinya reaksi fotodegradasi yaitu adanya larutan sampel, fotokatalis, dan sinar UV. Pada sampel tanpa menggunakan fotokatalis maka tidak terjadi reaksi fotodegradasi karena tidak adanya produksi radikal hidroksil yang akan mendegradasi sampel (Riyani *et al.*, 2012).

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Variasi konsentrasi prekursor TTIP dan rasio hidrolisis berpengaruh terhadap ukuran dan kristalinitas, semakin tinggi variasi konsentrasi TTIP maka semakin besar kristal dan tinggi kristalinitas TiO_2 dan semakin tinggi rasio hidrolisis maka semakin kecil kristal dan rendah kristalinitas TiO_2 .
2. Nilai energi band gap semakin menurun sebanding dengan semakin besarnya variasi konsentrasi TTIP dan semakin rendahnya rasio hidrolisis.
3. Persen fotodegradasi akan semakin meningkat sebanding dengan naiknya kristalinitas dan kecilnya energi band gap fotokatalis TiO_2 yang digunakan.

5.2 Saran

Penelitian selanjutnya perlu dikembangkan lagi untuk menghasilkan fotokatalis yang memiliki karakterisasi dan aktivitas fotokatalisis optimum yaitu:

1. TiO_2 dapat dikombinasikan dengan logam transisi lain sebagai dopan yang memiliki pita valensi lebih tinggi dan pita konduksi lebih rendah dari yang dimiliki TiO_2 , misalnya Zn dan Ni untuk dapat mengubah sifat semikonduktornya sehingga dapat meningkatkan kualitas fisik dan kimia fotokatalis seperti untuk memperkecil energi band gap.
2. Penelitian fotodegradasi lebih lanjut dapat dilakukan pada sampel limbah batik atau limbah pewarna lainnya, untuk didapatkan kombinasi fotokatalis yang efektif dengan persen degradasi yang optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Mikrajuddin. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB.
- Abdullah, M., & Khairurrijal. 2008. Review: Karakterisasi Nanopartikel. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 2 (1): 1-9.
- Adi, Basuki W. 2012. *Penyisihan Zat Organik pada Air Limbah Industri Batik dengan Fotokatalis TiO₂*. Tidak Diterbitkan. Makalah. Surabaya: FTSP ITS Surabaya.
- Ahda, S., & Mardiyanto. 2007. Karakterisasi Lapis Tipis Silikon Amorf Terhidrogenasi untuk Menemukan Energi Celah Pita Optik (E_g). *Jurnal Materi Indonesia*. Edisi Khusus: 260-264.
- Agustina, Nurisman, Prasetyowati, Haryani, Cundari, Novisa, & Kristina. 2011. Pengolahan Air Limbah Pewarna Sintesis dengan Menggunakan Reagen Fenton. *Prosiding Seminar Nasional AVoERKe-3*: 260-266.
- Agustina, T. E., & Amir, M. 2012. Pengaruh Temperatur dan Waktu pada Pengolahan Pewarna Sintesis Pricion Menggunakan Reagen Fenton. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol.18 (3): 54-61.
- Agustina, E., Dahlan, D., & Syukri. 2013. Struktur dan Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂ (Titanium Oksida) yang Dihasilkan dengan Menggunakan Metode Elektrodeposisi. *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 2 (3): 180-185.
- Al-kdasi, Idris, Saed, & Guan. 2005. Treatment of Textile Wastewater by Advanced Oxidation Processes. Selangor: *Global Nest: The Int Journal*. Vol. 6 (3): 222-230.
- Arora, Doty, Yuan, Boyle, Petras, Rabatic, Paunesku, & Woloschak. 2010. *Nanomaterials for the Life Sciences Vol. 8: Nanocomposites*. Weinheim: Wiley.
- Arutanti, Mikrajuddin, Khairurrijal, & Mahfudz. 2009. Penjernian Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Edisi Khusus: 53-55.

- Bilalodin. 2012. Pembuatan dan Penentuan Celah Pita Optik Film Tipis TiO₂. Purwokerto. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY*: 86-89.
- Chaharmahali, A. R. 2012. *The Effect of TiO₂ Nanoparticles on the Surface Chemistry, Structure and Fouling Performance of Polymeric Membranes*. Thesis. Sydney: University of New South Wales.
- Dahlan, Maddu, Wigati, & Mubarik. 2007. Inaktivasi Fotoelektrokatalisis Eschichia C. Menggunakan Elektroda TiO₂/SnO₂. *Jurnal Sains MIPA*. Vol. 13 (2): 77-83.
- Damayanti, C. A., Wardhani, S., & Purwonugroho, D. 2014. Pengaruh konsentrasi TiO₂ dalam Zeolit terhadap Degradasi Methilene Blue secara Fotokatalitik. *Kimia Student Journal*. Vol. 1 (1): 8-14.
- Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Report* (48): 53-229.
- Hendayana, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumental Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP Semarang Pres.
- Henry, Eby, Goodge, dan Mogk. 2012. *X-ray Reflection in Accordance with Bragg's Law* [Serial Online]. [Http://www.serc.carleton.edu](http://www.serc.carleton.edu). [14 April 2014].
- Hoffmann, Martin, Choi, dan Bahnemann. 1995. *Environmental Applications of Semiconductor Photocatalyst*. California: California Institute of Technology.
- Hughes, P., Sherwood, R. F., & Lowe, C. R. 1984. "Studies on The Nature Transition Metal Ion Mediated Binding of Triazine Dyes to Enzymes" The Interaction of Procion Red MX-8B with Carboxypeptidase G-2. *Eur. Journal Biochem.* (144): 135-142.
- Ibrahim, I. A. M., Zikry, A. A. F., & Sharaf, M. A. 2010. Preparation of Silica Nanoparticles: Stober Silica. *Journal of American Science*. Vol. 6 (11): 985-989.
- Kusumaningsih, T., Handayani, D. S., & Lestari, Y. 2012. Pembuatan Mikrokapsul Kitosan Gel Tersambung Silang Etilen Glikol Diglisidil Eter (Psf-Egde-Cts) sebagai Adsorben Zat Warna Procion Red MX-8B. *Jurnal Penelitian Kimia*. Vol. 8 (1): 47-56.

- Konstantinou, I. K., Albanis, T. A. 2004. TiO₂-assited Photocatalytic Degradation of Azo Dyes in Aqueous Solution: Kinetic and Mechanistic Investigations A Review. *Applied Catalysis B: Environmental* (49): 1-14.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., & Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanism, and Selected Result. *Chemical Reviews*, Vol. 95 (3): 735-758.
- Niranjan S., Parija B., dan Panigrahi S. *Fundamental Understanding And Modeling Of Spin Coating Process*. India. National Institute of Technology.
- Okamoto, Yamamoto, Tanaka, & Tanaka. 1984. Heterogenous Photocatalytic Decomposition of Phenol over Powder. *Bull. Chemical Society of Japan*. (58): 2015-2022.
- Pimpabute, N., Burinprakhon, T., & Somkhunthot, W. 2011. Determination of Optical Constant and Thickness of Amorphous GaP Thin Film. *Optica Applicata*. Vol. 41 (1): 257-268.
- Richardson, J.T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Riyani, K., Setyaningtiyas, T., & Dwiasih, D. W. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik menggunakan Fotokatalis TiO₂-Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari. *Valensi*, Vol. 2 (5): 581-587.
- Qodri, A. A. 2011. *Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow FG dengan Fotokatalis Komposit TiO₂/SiO₂*. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Solo: UNS.
- Sastrawidana, I D. K. 2011. Studi Perombakan Zat Warna Tekstil Remazol Red RB secara Aerob Menggunakan Bakteri Enterobacter Aerogenes yang Diisolasi dari Lumpur Limbah Tekstil. *Jurnal Kimia*, Vol. 5 (2): 117-124.
- Setiawan, Hendra. 2012. *Immobilisasi TiO₂ dan Fe₂O₃ dalam Matriks SiO₂ dengan Metode Sol-gel sebagai Pendegradasi Limbah Cair Pewarna Tekstil*. Tidak Diterbitkan. Skripsi. Jember: Universitas Jember.
- Slamet, R. A., & Marlina, E. 2007. Pengolahan Limbah Cr(VI) dan Fenol dengan Fotokatalis Serbuk TiO₂ dan CuO/TiO₂. *Reaktor*. Vol. 11 (2): 78-85.
- Somasundaran, N., & Srinivasan, C. 2003. Bacterial and Detoxification Effect of Irradiated Semiconductor Catalist TiO₂. *Current Science*. Vol. 85 (10): 1431-1438.

- Sumerta, I. K., Wijaya, K., dan Tahir, I. 2002. *Makalah Seminar Pendidikan Kimia "Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO₂-Montmorillonit dan Sinar UV"*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Syamsuluri, S., Gareso P. L., dan Juarlin E. 2014. *Pengaruh Konsentrasi Seng Asetat Dehidrat (Zn(CH₃COO)₂·2H₂O) terhadap Sifat Optik dan Struktur Kristal ZnO*. Tidak Diterbitkan. Artikel. Makassar: Universitas Hasanuddin.
- Tauc, J., Grobovichi, R., & Vancu, A. 1966. Optical Properties and Electronic Structure of Amorphous Germanium. *Physics State Solid*. Vol. 15: 627-637.
- Tjahjanto, R. T., & Gunluardi, J. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO₂ sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Makara Jurnal Penelitian Universitas Indonesia*. Vol. 5 (2): 81-91.
- Valencia, S., Marin, J. M. & Restrepo, G. 2010. Study of The Band Gap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticules Using The Sol Gel Methode and a Hydrothermal Treatment. *The Open Materials science Journal*. Vol. 4 (1): 9-14.
- Wardhana, W. A. 2004. *Dampak Pencemaran Lingkungan*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
- West, Anthony. 1999. *Basic Solid State Chemistry: Second edition*. England: John Wiley & Sons.
- Wijaya, K., Tahir, I., & Haryanti, N. 2005. Synthesis of Fe₂O₃-Montmorillonite and Its Application as a Photocatalyst for Degradation of Congo Red Dye. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5 (1): 41-47.
- Yulita, R., Septiani, U., & Rilda, Y. 2012. *Optimasi Proses Kalsinasi pada Sintesis Komposit TiO₂/Kitosan*. *Jurnal Kimia Unand*. Vol. 1 (1): 59-66.
- Yuwono, Dhaneswara, Ferdiansyah, & Rahman. 2011. Sel Surya Tersensitifasi Zat Berbasis Nanopartikel TiO₂ Hasil Proses Sol-Gel dan Perlakuan Pasca-Hidrotermal. *Jurnal Material dan Materi Indonesia*. Vol. 1 (3): 127-140.
- Zawrah M. F., El-khesen., dan Abd-el-aali H. M. 2009. Facile and Economic Synthesis of Silica Nanoparticles. *Journal of Ovonic Research*. Vol. 5 (5): 129-133.

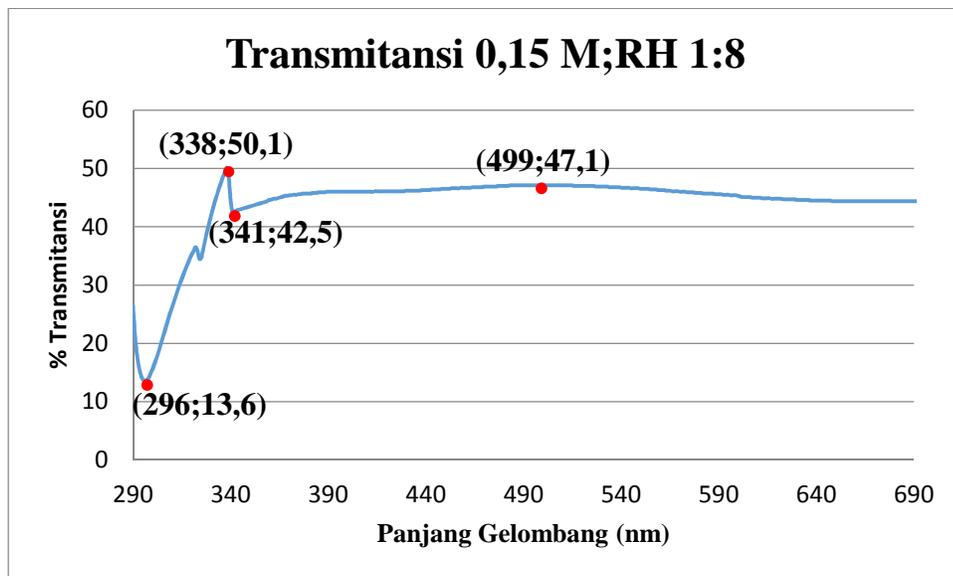
LAMPIRAN

Lampiran A. Data Perhitungan Nilai Energi Band Gap Film Lapis Tipis TiO₂

A.1 Perhitungan Nilai Energi Band Gap

A.1.1 *Scanning* Transmittansi Untuk Menentukan Transmittansi Maksimum dan Transmittansi Minimum

Dibuat sebagai contoh yaitu perhitungan untuk sampel film lapis tipis TiO₂ dengan komposisi 0,15 M RH 1:8.



Didapatkan nilai: Transmittansi Maksimum (TM) yaitu $TM_1 = 50,1$ dan $TM_2 = 47,1$

Transmittansi Minimum (Tm) yaitu $Tm_1 = 13,6$ dan $Tm_2 = 42,5$

A.1.2 Penentuan Nilai Indeks Bias dengan Menggunakan Persamaan Swanepoel

$$N_1 = 2n_s \frac{T_{M1} - T_{m2}}{T_{M1}T_{m2}} + \frac{n_s^2 + 1}{2}$$

$$N_1 = 2 \cdot 1,51 \frac{0,501 - 0,425}{0,501 \cdot 0,425} + \frac{1,51^2 + 1}{2} = 2,718$$

$$n_1 = \frac{N_1 + \sqrt{N_1^2 - n_s^2}}{2}$$

$$n_1 = \frac{(2,718) + \sqrt{2,718^2 - 1,51^2}}{2} = 2,231$$

$$N_2 = 2n_s \frac{T_{M2} - T_{m1}}{T_{M2}T_{m1}} + \frac{n_s^2 + 1}{2}$$

$$N_2 = 2 \cdot 1,51 \frac{0,471 - 0,136}{0,471 \cdot 0,136} + \frac{1,51^2 + 1}{2} = 17,43$$

$$n_2 = \frac{N_2 + \sqrt{N_2^2 - n_s^2}}{2}$$

$$n_2 = \frac{(17,43) + \sqrt{17,43^2 - 1,51^2}}{2} = 5,90$$

Keterangan: n_s ialah nilai indeks bias kaca yaitu 1,51

A.1.3 Perhitungan Ketebalan Lapis Tipis Kristal TiO₂

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)}$$

$$d = \frac{(338)(499)}{2[338 \cdot 5,90 - 499 \cdot 2,231]} = 9,58 \times 10^{-8} \text{ m}$$

A.1.4 Penentuan Nilai Energi Serap Lapis Tipis TiO₂

$$h\nu = \frac{c}{\lambda}$$

A.1.5 Perhitungan Koefisien Serap Lapis Tipis (α) untuk Setiap Transmittansi (T) yang Terukur

$$\alpha d = -\frac{1}{d} \ln T$$

A.1.6 Penentuan Energi *Band Gap* dengan Menggunakan Metode Touc Plot

Metode perhitungan energi *band gap* dengan menggunakan metode Tauc Plot dilakukan dengan cara ekstrapolasi dari grafik hubungan $(h\nu)$ atau E sebagai absis dan $(\alpha h\nu)^n$ sebagai ordinat pada persamaan Tauc (Yuwono, 2011), sebagai berikut;

$$(\alpha h\nu)^n = C (h\nu - E_g)$$

Nilai dari perhitungan energi serap $(h\nu)$, koefisien serap (α) , dan $(\alpha h\nu)^n$ dari film lapis tipis TiO₂, ditunjukkan pada tabel berikut:

(nm)	T	hν (eV)	(m ⁻¹)	(hν) ² (m ⁻¹ eV) ²	(hν) ^{1/2} (m ⁻¹ eV) ^{1/2}
750	0,451	1,658	8315498	1,899 x 10 ¹⁴	3712,538
745	0,450	1,669	8338679	1,936 x 10 ¹⁴	3730,164
740	0,459	1,680	8361911	1,973 x 10 ¹⁴	3747,954
730	0,448	1,703	8385195	2,389 x 10 ¹⁴	3778,788
720	0,447	1,727	8408531	2,108 x 10 ¹⁴	2810,230
710	0,446	1,751	8431919	2,180 x 10 ¹⁴	3842,301
700	0,445	1,776	8455359	2,254 x 10 ¹⁴	3875,024
660	0,444	1,887	8478853	2,550 x 10 ¹⁴	3996,260
640	0,445	1,942	8455359	2,697 x 10 ¹⁴	4052,597
630	0,446	1,973	8331919	2,768 x 10 ¹⁴	4078,544
625	0,447	1,989	8408531	2,797 x 10 ¹⁴	4089,568
620	0,448	2,005	8385195	2,827 x 10 ¹⁴	4100,324
615	0,449	2,021	8361911	2,857 x 10 ¹⁴	4111,238

(nm)	T	hν (eV)	(m ⁻¹)	(hν) ² (m ⁻¹ eV) ²	(hν) ^{1/2} (m ⁻¹ eV) ^{1/2}
610	0,450	2,038	8338679	2,888 x 10 ¹⁴	4122,314
605	0,451	2,055	8315498	2,919 x 10 ¹⁴	4133,556
601	0,452	2,068	8292369	2,941 x 10 ¹⁴	4141,517
600	0,453	2,072	8269291	2,935 x 10 ¹⁴	4139,195
599	0,454	2,075	8246264	2,929 x 10 ¹⁴	4136,877
595	0,455	2,089	8223287	2,952 x 10 ¹⁴	4144,972
590	0,456	2,107	8200361	2,985 x 10 ¹⁴	4156,692
585	0,457	2,125	8177485	3,019 x 10 ¹⁴	4168,592
580	0,458	2,143	8154659	3,055 x 10 ¹⁴	4180,674
575	0,459	2,161	8161557	3,090 x 10 ¹⁴	4192,944
570	0,460	2,181	8109157	3,128 x 10 ¹⁴	4205,405
567	0,461	2,192	8086480	3,143 x 10 ¹⁴	4210,616
564	0,462	2,204	8063852	3,159 x 10 ¹⁴	4215,888
560	0,463	2,219	8041272	3,186 x 10 ¹⁴	4224,991
555	0,464	2,239	8018742	3,225 x 10 ¹⁴	4238,030
550	0,465	2,260	7996260	3,266 x 10 ¹⁴	4251,278
545	0,466	2,280	7973827	3,308 x 10 ¹⁴	4264,740
540	0,467	2,302	7951441	3,350 x 10 ¹⁴	4278,420
535	0,468	2,323	7929103	3,394 x 10 ¹⁴	4292,325
530	0,469	2,345	7906814	3,439 x 10 ¹⁴	4306,458
525	0,470	2,367	7884571	3,485 x 10 ¹⁴	4320,826
499	0,471	2,491	7862376	2,836 x 10 ¹⁴	4425,721
480	0,470	2,589	7884571	4,169 x 10 ¹⁴	4518,828
470	0,469	2,644	7906814	4,373 x 10 ¹⁴	4573,084
465	0,468	2,673	7929103	4,493 x 10 ¹⁴	4604,081
460	0,467	2,702	7951441	4,617 x 10 ¹⁴	4635,551
455	0,466	2,732	7973827	4,746 x 10 ¹⁴	4667,508
450	0,455	2,762	7996260	4,879 x 10 ¹⁴	4699,965
440	0,463	2,825	8041272	5,161 x 10 ¹⁴	4766,433
435	0,463	2,858	8063852	5,310 x 10 ¹⁴	4800,473
430	0,462	2,890	8063852	5,434 x 10 ¹⁴	4828,302
425	0,461	2,925	8086480	5,594 x 10 ¹⁴	4663,430
410	0,460	3,032	8109157	6,045 x 10 ¹⁴	4958,534
385	0,459	3,228	8131883	6,894 x 10 ¹⁴	5124,159
380	0,457	3,271	8177485	7,156 x 10 ¹⁴	5172,202
375	0,456	3,315	8200361	7,389 x 10 ¹⁴	5213,847
373	0,455	3,332	8223287	7,511 x 10 ¹⁴	5235,109
370	0,454	3,359	8246264	7,676 x 10 ¹⁴	5263,109
368	0,453	3,378	8269291	7,803 x 10 ¹⁴	5285,275
367	0,452	3,387	8292369	7,889 x 10 ¹⁴	5299,851

(nm)	T	hν (eV)	(m ⁻¹)	(hν) ² (m ⁻¹ eV) ²	(hν) ^{1/2} (m ⁻¹ eV) ^{1/2}
366	0,451	3,396	8315498	7,977 x 10 ¹⁴	5314,483
365	0,450	3,405	8338679	8,065 x 10 ¹⁴	5329,483
364	0,449	3,415	8361911	8,155 x 10 ¹⁴	5345,914
363	0,448	3,424	8385195	8,245 x 10 ¹⁴	5358,715
361	0,447	3,443	8408531	8,348 x 10 ¹⁴	5381,011
360	0,446	3,453	8431919	8,477 x 10 ¹⁴	5395,968
359	0,445	3,462	8455359	8,572 x 10 ¹⁴	5410,984
358	0,443	3,472	8502399	8,716 x 10 ¹⁴	5433,587
357	0,442	3,482	8525999	8,814 x 10 ¹⁴	5448,738
356	0,441	3,492	8549652	8,913 x 10 ¹⁴	5463,949
355	0,44	3,502	8573359	9,013 x 10 ¹⁴	5479,22
354	0,439	3,512	8597120	9,114 x 10 ¹⁴	5494,552
353	0,438	3,522	8620934	9,216 x 10 ¹⁴	5509,944
352	0,437	3,532	8644804	9,320 x 10 ¹⁴	5525,399
351	0,436	3,542	8668728	9,425 x 10 ¹⁴	5540,915
350	0,435	3,552	8692707	9,532 x 10 ¹⁴	5556,495
349	0,434	3,562	8716741	9,640 x 10 ¹⁴	5572,137
348	0,433	3,572	8740830	9,749 x 10 ¹⁴	5587,842
347	0,432	3,583	8764976	9,859 x 10 ¹⁴	5603,612
346	0,431	3,593	8789177	9,971 x 10 ¹⁴	5619,445
345	0,43	3,603	8813434	1,008 x 10 ¹⁵	5635,344
344	0,429	3,614	8837748	1,019 x 10 ¹⁵	5651,308
343	0,428	3,624	8862119	1,031 x 10 ¹⁵	5667,338
342	0,426	3,635	8911032	1,049 x 10 ¹⁵	5691,259
341	0,425	3,646	8935574	1,061 x 10 ¹⁵	5707,441
340	0,445	3,657	8455359	9,557 x 10 ¹⁵	5560,118
339	0,486	3,667	7534988	7,634 x 10 ¹⁵	5256,526
338	0,501	3,678	7217552	7,046 x 10 ¹⁵	5152,215
337	0,493	3,689	7385650	7,422 x 10 ¹⁵	5219,595
336	0,485	3,680	7556497	7,816 x 10 ¹⁵	5287,471
335	0,475	3,710	7774064	8,322 x 10 ¹⁵	5371,048
334	0,466	3,722	7973827	8,807 x 10 ¹⁵	5447,755
333	0,455	3,733	8223287	9,423 x 10 ¹⁵	5540,615
332	0,444	3,744	8478853	1,007 x 10 ¹⁵	5634,52
331	0,432	3,756	8764976	1,083 x 10 ¹⁵	5737,448
330	0,42	3,767	9059159	1,164 x 10 ¹⁵	5841,769
329	0,406	3,778	9413187	1,265 x 10 ¹⁵	5963,865
328	0,393	3,790	9753034	1,366 x 10 ¹⁵	6079,815
327	0,378	3,802	10159421	1,491 x 10 ¹⁵	6214,669
326	0,363	3,813	10582265	1,628 x 10 ¹⁵	6352,401

(nm)	T	hv (eV)	(m ⁻¹)	(hv) ² (m ⁻¹ eV) ²	(hv) ^{1/2} (m ⁻¹ eV) ^{1/2}
325	0,347	3,825	11053008	1,787 x 10 ¹⁵	6502,135
324	0,345	3,836	11113371	1,818 x 10 ¹⁵	6529,919
323	0,359	3,848	10697977	1,695 x 10 ¹⁵	6416,629
322	0,365	3,860	10524887	1,651 x 10 ¹⁵	6374,383
321	0,358	3,872	10727106	1,725 x 10 ¹⁵	6445,345
320	0,352	3,884	10903609	1,794 x 10 ¹⁵	6508,3
319	0,345	3,896	11113371	1,875 x 10 ¹⁵	6580,895
318	0,337	3,909	11358375	1,971 x 10 ¹⁵	6663,493
317	0,329	3,921	11609266	2,072 x 10 ¹⁵	6747,302
316	0,32	3,933	11898916	2,191 x 10 ¹⁵	6841,756
315	0,311	3,946	12196830	2,316 x 10 ¹⁵	6937,861
314	0,302	3,958	12503493	2,450 x 10 ¹⁵	7035,715
313	0,292	3,971	12855137	2,606 x 10 ¹⁵	7145,351
312	0,282	3,984	13219035	2,774 x 10 ¹⁵	7257,382
311	0,272	3,997	13596074	2,953 x 10 ¹⁵	7371,977
310	0,262	4,010	13987237	3,146 x 10 ¹⁵	7489,322
309	0,252	4,023	14393624	3,353 x 10 ¹⁵	7609,625
308	0,241	4,036	14859709	3,597 x 10 ¹⁵	7744,390
307	0,23	4,049	15347574	3,862 x 10 ¹⁵	7883,300
306	0,219	4,062	15859351	4,151 x 10 ¹⁵	8026,744
305	0,207	4,075	16447835	4,494 x 10 ¹⁵	8187,699
304	0,196	4,089	17018057	4,842 x 10 ¹⁵	8342,104
303	0,185	4,102	17621222	5,226 x 10 ¹⁵	8502,646
302	0,175	4,116	18201529	5,613 x 10 ¹⁵	8655,813
301	0,165	4,129	18815990	6,038 x 10 ¹⁵	8815,312
300	0,156	4,143	19401723	6,463 x 10 ¹⁵	8966,375
299	0,148	4,157	19951472	6,880 x 10 ¹⁵	9107,712
298	0,141	4,171	20457452	7,282 x 10 ¹⁵	9237,938
297	0,137	4,185	20757986	7,548 x 10 ¹⁵	9321,199
296	0,136	4,199	20834491	7,656 x 10 ¹⁵	9354,121
295	0,138	4,213	20682038	7,595 x 10 ¹⁵	9335,618
294	0,146	4,228	20093554	7,218 x 10 ¹⁵	9217,478
293	0,16	4,242	19137333	6,592 x 10 ¹⁵	9010,820
292	0,181	4,257	17849490	5,774 x 10 ¹⁵	8717,238
291	0,213	4,271	16149448	4,759 x 10 ¹⁵	8305,958
290	0,264	4,286	13907823	3,554 x 10 ¹⁵	7721,256

Nilai Energi gap semikonduktor sebanding dengan nilai h pada saat nilai $(hv)^n = 0$, nilai tersebut diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Abdullah, 2010).

Penjabarannya yaitu:

$$(\alpha \hbar \nu)^n = B (\hbar \nu - E_g)$$

$$(\alpha \hbar \nu)^n = B \hbar \nu - BE_g$$

$$y = mx + c$$

jika $(\hbar \nu)^n = 0$, persamaannya menjadi,

$$B \hbar \nu = BE_g$$

$$\hbar \nu = E_g$$

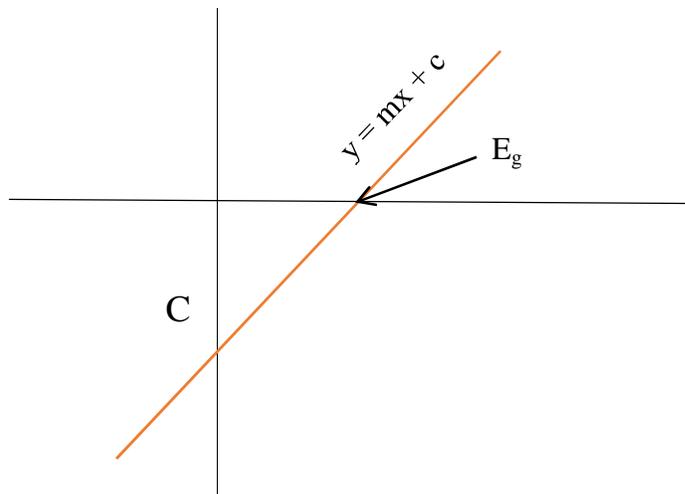
atau, jika dibuktikan dengan nilai intersep dari persamaan regresi diperoleh nilai intersep yaitu;

$$(\alpha \hbar \nu)^n = B \hbar \nu - BE_g$$

$$y = mx + c$$

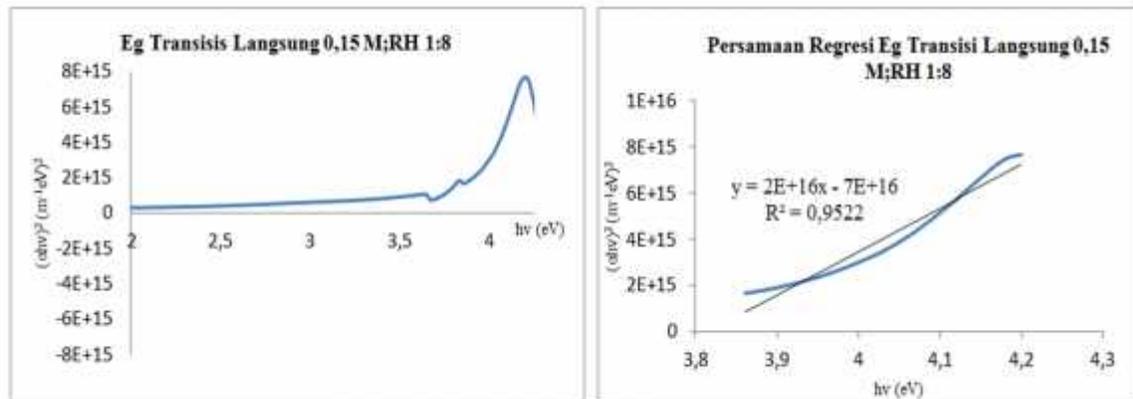
Dimana $c = BE_g$ dan $m = B$,

sehingga jika pada persamaan regresi nilai interseptnya (c) diketahui maka nilai energi band gap (E_g) dapat diketahui pula, yaitu dengan cara membagi nilai c (intersep) terhadap nilai B (slope m).



Nilai energi band gap transisi langsung dan transisi tidak langsung hasil dari plot antara $h\nu$ vs $(h\nu)^n$, dimana nilai n bernilai 2 untuk transisi langsung dan bernilai $\frac{1}{2}$ untuk transisi tidak langsung yaitu;

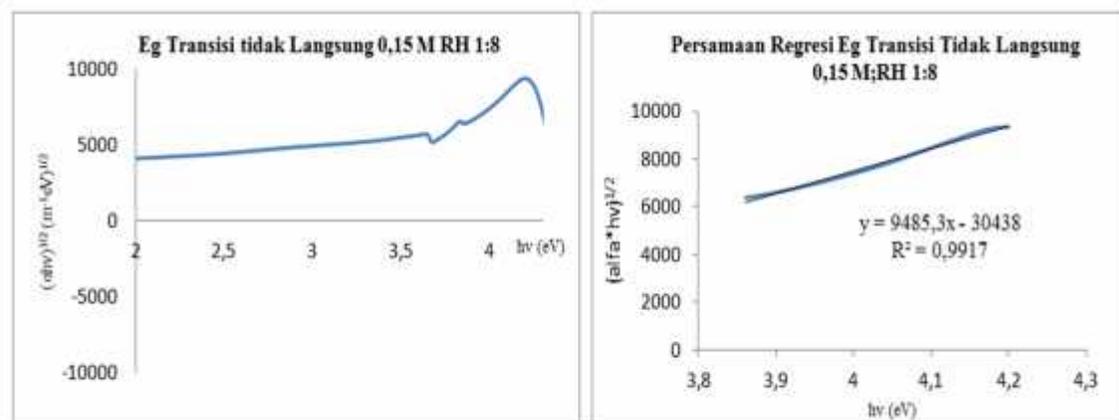
- Eg Transisi Langsung



Didapatkan persamaan regresi $y = 2.10^{16}x - 7.10^{16}$

Jadi: Eg Transisi langsung = 3,5 eV

- Eg Transisi Tidak Langsung



Didapatkan persamaan regresi $y = 9485,3x + 30438$

Jadi: Eg Transisi tidak langsung = 3,2 eV.

*untuk perhitungan energi band gap lainnya menggunakan proses yang sama.

A.2 Pengulangan 1

Sampel		T _{M1}	Max1 (nm)	T _{M2}	Max2 (nm)	T _{m1}	min1 (nm)	T _{m2}	min2 (nm)	N ₁	N ₂	n ₁	n ₂	d (meter)	Eg (L)	Eg (TL)
[M]	RH															
0,05	1:4	0,279	640	0,181	338	0,141	325	0,098	469	21,63	6,373	6,57	3,55	2,31x10 ⁻⁶	3,50	2,54
	1:6	0,646	450	0,418	338	0,270	325	0,360	341	5,354	5,600	3,24	3,32	1,91x10 ⁻⁷	3,30	3,08
	1:8	0,867	626	0,889	338	0,676	325	0,740	341	2,239	2,710	1,97	2,23	1,45x10 ⁻⁷	3,33	3,51
0,1	1:4	0386	599	0215	338	0,040	301	0,196	341	9,224	63,09	4,28	11,2	1,92x10 ⁻⁸	3,75	2,58
	1:6	0,260	578	0,170	338	0,061	300	0,148	341	10,43	33,38	4,56	8,62	3,07x10 ⁻⁸	3,33	2,50
	1:8	0,782	628	0,759	338	0,574	325	0,638	341	2,512	6,309	2,13	2,24	1,43x10 ⁻⁷	3,50	3,36
0,15	1:4	0,042	474	0,030	338	0,015	307	0,027	341	41,59	102,3	9,12	14,3	2,17x10 ⁻⁸	3,33	1,95
	1:6	0,354	636	0,339	338	0,23	298	0,25	325	5,093	5,862	3,16	3,40	9,84x10 ⁻⁸	3,75	2,05
	1:8	0,501	338	0,471	499	0,136	445	0,425	534	2,718	17,43	2,23	5,90	9,58 x 10 ⁻⁸	3,50	3,20

A.3 Pengulangan 2

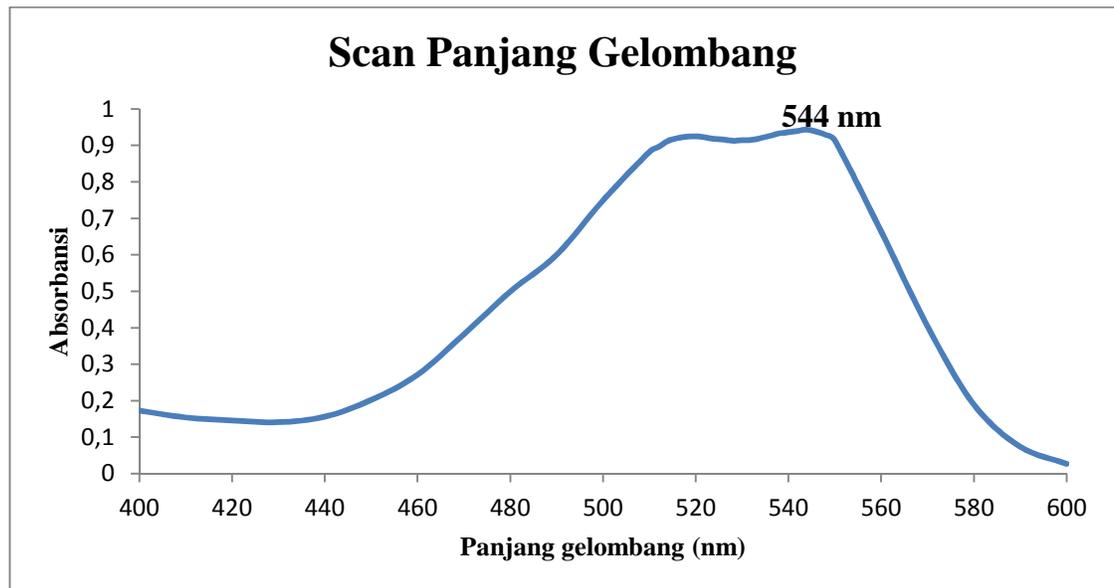
Sampel		T _{M1}	Max1 (nm)	T _{M2}	Max2 (nm)	T _{m1}	min1 (nm)	T _{m2}	min2 (nm)	N ₁	N ₂	n ₁	n ₂	d (meter)	Eg (L)	Eg (TL)
[M]	RH															
0,05	1:4	0,632	260	0,578	277	0,026	296	0,067	409	41,93	112,6	9,17	15,0	2,64 x 10 ⁻⁸	3,33	1,99
	1:6	0,300	387	0,200	338	0,088	302	0,237	478	4,316	20,86	2,89	6,45	4,30 x 10 ⁻⁸	4,00	2,95
	1:8	0,717	459	0,602	377	0,099	309	0,601	380	2,453	27,13	2,09	7,36	3,34 x 10 ⁻⁸	3,33	2,68
0,1	1:4	0,937	263	0,862	244	0,087	497	0,099	325	28,92	32,85	7,60	8,10	1,16 x 10 ⁻⁷	3,00	1,81
	1:6	0,738	485	0,712	338	0,484	294	0,542	325	3,120	3,638	2,41	2,63	1,78 x 10 ⁻⁷	3,50	3,28
	1:8	0,553	737	0,459	338	0,104	297	0,402	341	3,691	24,10	2,66	6,94	2,95 x 10 ⁻⁸	3,50	3,10
0,15	1:4	0,306	598	0,259	338	0,138	298	0,223	341	5,313	11,86	3,23	4,86	5,56 x 10 ⁻⁸	3,00	1,73
	1:6	0,359	658	0,338	338	0,015	307	0,027	341	3,714	4,595	2,67	2,99	1,04 x 10 ⁻⁷	2,86	2,66
	1:8	0,453	338	0,363	322	0,298	296	0,335	325	3,988	3,455	2,77	2,56	6,15x10 ⁻⁷	3,33	2,94

A.4 Pengulangan 3

Sampel		T _{M1}	Max1 (nm)	T _{M2}	Max2 (nm)	T _{m1}	min1 (nm)	T _{m2}	min2 (nm)	N ₁	N ₂	n ₁	n ₂	d (meter)	Eg (L)	Eg (TL)
[M]	RH															
0,05	1:4	0,110	607	0,109	577	0,019	304	0,046	341	39,84	132,9	8,92	16,3	3,69 x 10 ⁻⁸	3,33	2,35
	1:6	0,632	737	0,621	338	0,142	296	0,528	341	2,581	18,04	2,16	6,00	3,37 x 10 ⁻⁸	3,00	3,36
	1:8	0,600	737	0,594	338	0,152	296	0,503	341	2,611	16,42	2,18	5,72	3,58 x 10 ⁻⁸	3,75	3,30
0,1	1:4	0,090	587	0,082	338	0,034	300	0,071	341	10,62	53,63	4,60	10,3	2,19 x 10 ⁻⁸	3,33	2,15
	1:6	0,255	576	0,166	338	0,039	277	0,142	341	11,06	34,63	4,69	8,32	3,04 x 10 ⁻⁸	3,33	2,24
	1:8	0,555	737	0,456	338	0,099	297	0,400	341	3,749	25,52	2,68	7,14	2,86 x 10 ⁻⁸	3,33	3,11
0,15	1:4	0,171	338	0,112	321	0,094	302	0,150	341	4,112	6,803	2,82	3,67	1,62 x 10 ⁻⁷	3,33	2,67
	1:6	0,298	338	0,297	711	0,094	297	0,248	510	3,683	23,60	2,65	6,87	2,77 x 10 ⁻⁷	3,33	2,87
	1:8	0,434	738	0,412	338	0,107	297	0,357	341	3,141	22,53	2,43	6,71	3,02 x 10 ⁻⁸	3,00	3,08

A.5 Rata-rata Hasil 3 Pengukuran Energi Gap Film Lapis Tipis TiO₂

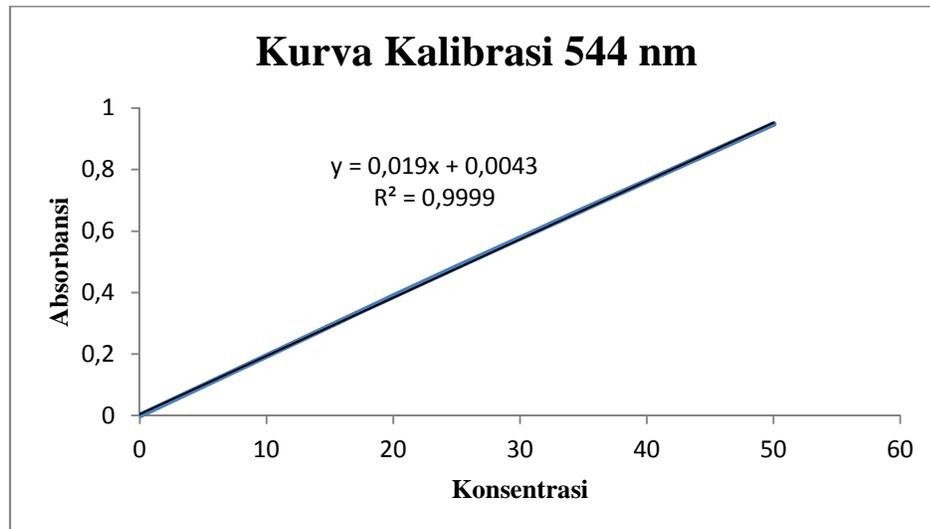
Sampel		N ₁	N ₂	n ₁	n ₂	d (meter)	Eg (L)	Eg (TL)
[M]	RH							
0,05	1:4	34,47	83,96	8,22	11,6	$7,92 \times 10^{-07}$	3,39	2,29
	1:6	4,084	14,83	2,76	5,26	$8,94 \times 10^{-08}$	3,43	3,13
	1:8	2,434	15,42	2,08	5,10	$7,15 \times 10^{-08}$	3,47	3,16
0,1	1:4	16,25	49,86	5,49	9,87	$5,24 \times 10^{-08}$	3,36	2,18
	1:6	8,203	23,88	3,89	6,52	$7,96 \times 10^{-08}$	3,39	2,67
	1:8	3,317	18,64	2,49	5,44	$6,69 \times 10^{-08}$	3,44	3,19
0,15	1:4	17,00	40,32	5,06	7,61	$7,98 \times 10^{-08}$	3,22	2,11
	1:6	4,163	11,35	2,83	4,42	$1,60 \times 10^{-07}$	3,31	2,53
	1:8	3,282	14,47	2,48	5,06	$2,47 \times 10^{-07}$	3,28	3,07

Lampiran B. Pembuatan kurva kalibrasi Pewarna Tekstil *Procion Red MX-8B***B.1 Scanning Panjang Gelombang Pewarna Tekstil *Procion Red MX-8B***

Didapat panjang gelombang maksimum berada di 544 nm dan 520 nm.

B.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Abs(544.0nm)
0	0,000
10	0,19
20	0,375
30	0,563
40	0,746
50	0,927



**Lampiran C. Data Hasil Pengukuran Fotodegradasi TiO₂ terhadap Pewarna
Tekstil *Procion Red* MX-8B**

Pengukuran pada panjang gelombang 544 nm dengan persamaan kurva kalibrasi $y = 0,019x + 0,0043$

C.1 Pengulangan 1

Sampel		Sebelum Didegradasi			Setelah Didegradasi			Persen Degradasi (%)
[M]	RH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	
0,05	1:4	0,943	49,41	4,86	0,620	32,41	7,15	34,25
	1:6	0,943	49,41	4,86	0,812	42,51	7,02	13,89
	1:8	0,943	49,41	4,83	0,851	44,56	7,30	9,756
0,1	1:4	0,943	49,41	4,83	0,386	20,09	6,94	59,07
	1:6	0,945	49,51	4,38	0,568	29,67	7,15	40,08
	1:8	0,945	49,51	4,38	0,898	47,04	7,38	4,996
0,15	1:4	0,939	49,19	5,58	0,326	16,93	7,04	65,58
	1:6	0,936	49,04	4,03	0,657	34,35	6,88	29,81
	1:8	0,936	49,04	4,03	0,606	31,67	6,90	35,42

C.2 Pengulangan 2

Sampel		Sebelum Didegradasi			Setelah Didegradasi			Persen Degradasi (%)
[M]	RH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	
0,05	1:4	0,917	48,04	6,2	0,809	42,35	7,80	11,83
	1:6	0,917	48,04	6,2	0,872	45,67	7,60	4,930
	1:8	0,917	48,04	6,2	0,914	47,88	7,47	0,329
0,1	1:4	0,911	47,72	6,64	0,736	38,51	7,25	19,30
	1:6	0,912	47,77	6,80	0,862	45,14	7,40	5,508
	1:8	0,911	47,72	6,64	0,896	46,93	7,15	1,654
0,15	1:4	0,890	46,62	6,70	0,395	20,56	7,95	55,89
	1:6	0,890	46,62	6,70	0,480	25,04	6,95	46,29
	1:8	0,918	48,09	6,20	0,829	43,40	7,02	9,741

C.3 Pengulangan 3

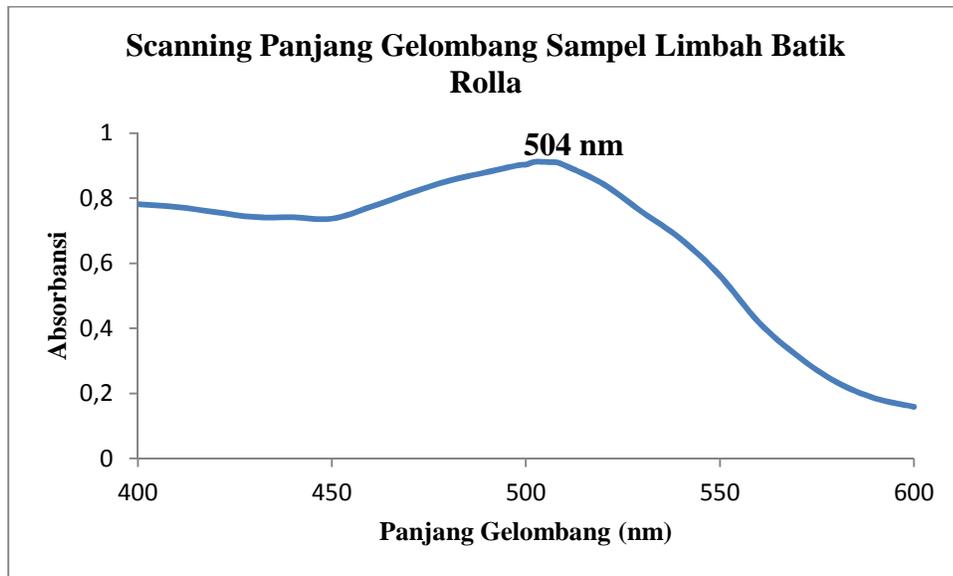
Sampel		Sebelum Didegradasi			Setelah Didegradasi			Persen Degradasi (%)
[M]	RH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	
0,05	1:4	0,880	46,09	6,04	0,769	40,25	7,13	12,68
	1:6	0,887	46,46	5,94	0,789	41,30	7,00	11,10
	1:8	0,889	46,58	5,72	0,803	42,04	7,38	9,721
0,1	1:4	0,889	46,58	5,77	0,547	28,56	7,22	38,66
	1:6	0,887	46,46	5,94	0,713	37,30	7,13	19,71
	1:8	0,889	46,58	5,72	0,718	37,56	7,42	19,32
0,15	1:4	0,882	46,20	6,28	0,386	20,09	7,72	56,51
	1:6	0,882	46,20	6,28	0,812	42,51	7,58	7,975
	1:8	0,889	46,58	5,77	0,530	27,67	7,15	40,59

C.4 Rata-rata Hasil 3 kali Fotodegradasi

Sampel		Sebelum Didegradasi			Setelah Didegradasi			Persen Degradasi (%)
[M]	RH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	Abs	Konsentrasi (ppm)	pH	
0,05	1:4	0,913	47,85	5,7	0,733	38,34	7,36	19,87
	1:6	0,916	47,97	5,67	0,824	43,16	7,21	10,03
	1:8	0,916	48,01	5,58	0,856	44,83	7,38	6,624
0,1	1:4	0,914	47,90	5,75	0,556	29,05	7,14	39,35
	1:6	0,913	47,91	5,70	0,714	37,37	7,23	22,00
	1:8	0,915	47,94	5,58	0,837	43,84	7,32	8,552
0,15	1:4	0,904	47,34	6,19	0,369	19,19	7,57	59,46
	1:6	0,903	47,29	5,67	0,650	33,97	7,14	28,17
	1:8	0,914	47,90	5,33	0,655	34,25	7,02	28,50

Lampiran D. Pengukuran Fotodegradasi TiO₂ terhadap Sampel Pewarna Tekstil Limbah Batik

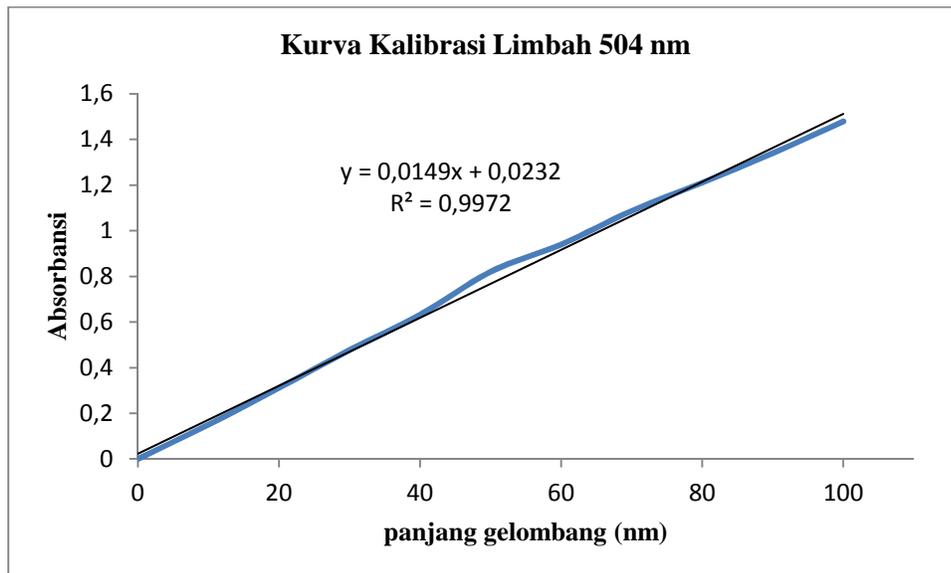
D.1 Scanning Panjang Gelombang Limbah Batik



Didapat panjang gelombang maksimum berada di 504 nm.

D.2 Pembuatan kurva kalibrasi dengan menggunakan Pewarna tekstil *Procion Red* MX-8B.

Konsentrasi (ppm)	Abs(504 nm)
0	0
10	0,150
20	0,311
30	0,477
40	0,632
50	0,820
60	0,940
70	1,087
80	1,211
90	1,340
100	1,479



D.3 Pengukuran pada panjang gelombang 504 nm dengan persamaan kurva kalibrasi
 $y = 0,0149x + 0,0232$

Perlakuan	Ulangan	Sebelum Didegradasi			Setelah Didegradasi			Persen Degradasi
		Abs	M (ppm)	pH	Abs	M (ppm)	pH	
Film 0,15 1:4	1	0,500	32,00	5,40	0,470	29,98	7,49	6,292
	2	0,489	31,26	6,32	0,484	30,79	7,48	1,503
	3	0,493	31,53	6,04	0,476	30,39	7,42	3,619
Rata-rata		0,494	31,60	5,92	0,476	30,39	7,46	3,823
Tanpa Film	1	0,500	32,00	5,40	0,585	37,70	7,43	-17,83
	2	0,489	31,26	6,32	0,588	37,91	7,32	-21,25
	3	0,493	31,53	6,04	0,582	37,50	7,26	-18,94
Rata-rata		0,921	31,60	5,94	0,585	37,70	7,33	-19,33

Lampiran E. Reaksi Fotodegradasi Model Pewarna Azo pada Pewarna Acid Orange 7 (AO7)

