



**TRANSFORMASI STRUKTUR TiO₂ RUTIL MENJADI ANATASE
MENGUNAKAN REAKSI KIMIA PADAT DAN APLIKASINYA
SEBAGAI FOTOKATALIS**

SKRIPSI

Oleh

**Khusnul Khotimah
NIM 141810301010**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**



**TRANSFORMASI STRUKTUR TiO₂ RUTIL MENJADI ANATASE
MENGUNAKAN REAKSI KIMIA PADAT DAN APLIKASINYA
SEBAGAI FOTOKATALIS**

SKRIPSI

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

Oleh

**Khusnul Khotimah
NIM 141810301010**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2019**

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT, skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Ibunda Rinuk Widayati dan Ayahanda Sumo Harjo, yang telah mendidik, mendoakan, memberikan kasih sayang penuh, pengorbanan yang sangat berarti, motivasi yang luar biasa dan dukungan yang sangat besar;
2. Guru-guruku di SDN Sukosari 02, SMPN 1 Kunir, SMA Kunir yang telah mendidik dan memberikan ilmu dengan penuh kesabaran;
3. Almamater tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

“Ilmu itu lebih baik daripada harta. Ilmu akan menjaga engkau dan engkau menjaga harta. Ilmu itu penghukum (hakim) sedangkan harta terhukum. Kalau harta itu akan berkurang apabila dibelanjakan, tetapi ilmu akan bertambah apabila dibelanjakan” *)

“Maka nikmat Tuhanmu yang manakah yang kamu dustakan?” **)
(*Q.S. Ar-Rahman [55]: 13*)



*) Ali bin Abi Thalib

**) Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. Al-Qur'an dan Terjemahnya. Jakarta Timur: CV. Darus Sunnah

PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

nama : Khusnul Khotimah

NIM : 141810301010

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Transformasi Struktur TiO₂ Rutil Menjadi Anatase Menggunakan Reaksi Kimia Padat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggungjawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

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

Jember, 29 Januari 2019

Yang menyatakan,

Khusnul Khotimah

NIM 141810301010

SKRIPSI

**TRANSFORMASI STRUKTUR TiO₂ RUTIL MENJADI ANATASE
MENGUNAKAN REAKSI KIMIA PADAT DAN APLIKASINYA
SEBAGAI FOTOKATALIS**

Oleh

Khusnul Khotimah

NIM 141810301010

Pembimbing

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

Dosen Pembimbing Anggota : Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Transformasi Struktur TiO₂ Rutil Menjadi Anatase Menggunakan Reaksi Kimia Padat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis” karya Khusnul Khotimah telah diuji dan disahkan pada :

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

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

Suardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP 197501191998021001

Anggota II,

Anggota III,

Yudi Aris Sulistiyo S.Si., M.Si
NIP 198809242014041001

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D.
NIP 195910091986021001

Mengesahkan
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP 196102041987111001

RINGKASAN

Transformasi Struktur TiO₂ Rutil Menjadi Anatase Menggunakan Reaksi Kimia Padat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis; Khusnul Khotimah, 141810301010; 2019; 61 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

TiO₂ rutil banyak ditemukan di alam karena sifatnya yang paling stabil dibandingkan dengan bentuk anatase dan brookite. Namun, TiO₂ rutil ini memiliki aktivitas fotokatalitik yang rendah dibandingkan dengan bentuk anatase, sehingga perlu dilakukan transformasi struktur terhadap material tersebut. Metode yang sering digunakan untuk mensintesis TiO₂ anatase yaitu metode sol-gel. Metode ini umumnya menggunakan prekursor yang relatif mahal, sehingga diperlukan metode alternatif. Reaksi kimia padat dapat digunakan untuk memperoleh TiO₂ anatase dengan cara merombak struktur rutil menjadi anatase. Perombakan tersebut dilakukan dengan mereaksikan Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil pada suhu tinggi (800 °C). Tujuan dari penelitian ini untuk mempelajari pengaruh rasio mol (Na₂CO₃: TiO₂ rutil) dan proses denatriasi penukar ion dan asam terhadap struktur kristal, morfologi serta aktivitas fotokatalitiknya.

Penelitian eksperimental laboratorium ini meliputi sintesis natrium titanat, denatriasi, kalsinasi, karakterisasi XRD dan SEM serta uji aktivitas fotokatalitik. Sintesis natrium titanat didapatkan melalui proses reaksi kimia padat yang dilakukan dengan mereaksikan Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil yang dipanaskan pada suhu tinggi. Proses pemanasan tersebut dilakukan pada suhu 800 °C selama 24 jam. Denatriasi merupakan proses penghilangan ion Na⁺ dari natrium titanat sehingga diperoleh TiO₂ amorf. Proses denatriasi yang dilakukan ada dua yaitu menggunakan penukar ion dan asam. Karakterisasi XRD dilakukan dengan menembakkan cahaya pada sampel kemudian cahaya tersebut dipantulkan dan ditangkap oleh detektor serta ditampilkan dalam bentuk difraktogram. Karakterisasi SEM dilakukan dengan menembakkan berkas cahaya pada

permukaan sampel yang kemudian akan menghamburkan elektron sekundernya sehingga dapat dideteksi oleh detektor. Uji aktivitas fotokatalitik TiO_2 anatase diaplikasikan untuk mendegradasi larutan metilen biru dengan konsentrasi 4 ppm.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kristalinitas TiO_2 anatase hasil denatriasi asam lebih tinggi dibandingkan dengan TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion. Semakin banyak jumlah mol Na_2CO_3 yang digunakan menyebabkan ukuran partikel TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion semakin kecil. Namun, pada TiO_2 anatase hasil denatriasi asam menunjukkan bahwa semakin banyak jumlah mol Na_2CO_3 yang digunakan menyebabkan ukuran partikelnya semakin besar. Sampel TiO_2 anatase hasil denatriasi asam memiliki aktivitas fotokatalitik lebih tinggi dibandingkan dengan TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion. Aktivitas fotokatalitik tertinggi yaitu 93,98 % yang didapatkan pada penggunaan TiO_2 anatase hasil denatriasi asam, sedangkan aktivitas fotokatalitik terendah yaitu 63,94 % didapatkan pada TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion dengan rasio mol sama yaitu 3:1.

PRAKATA

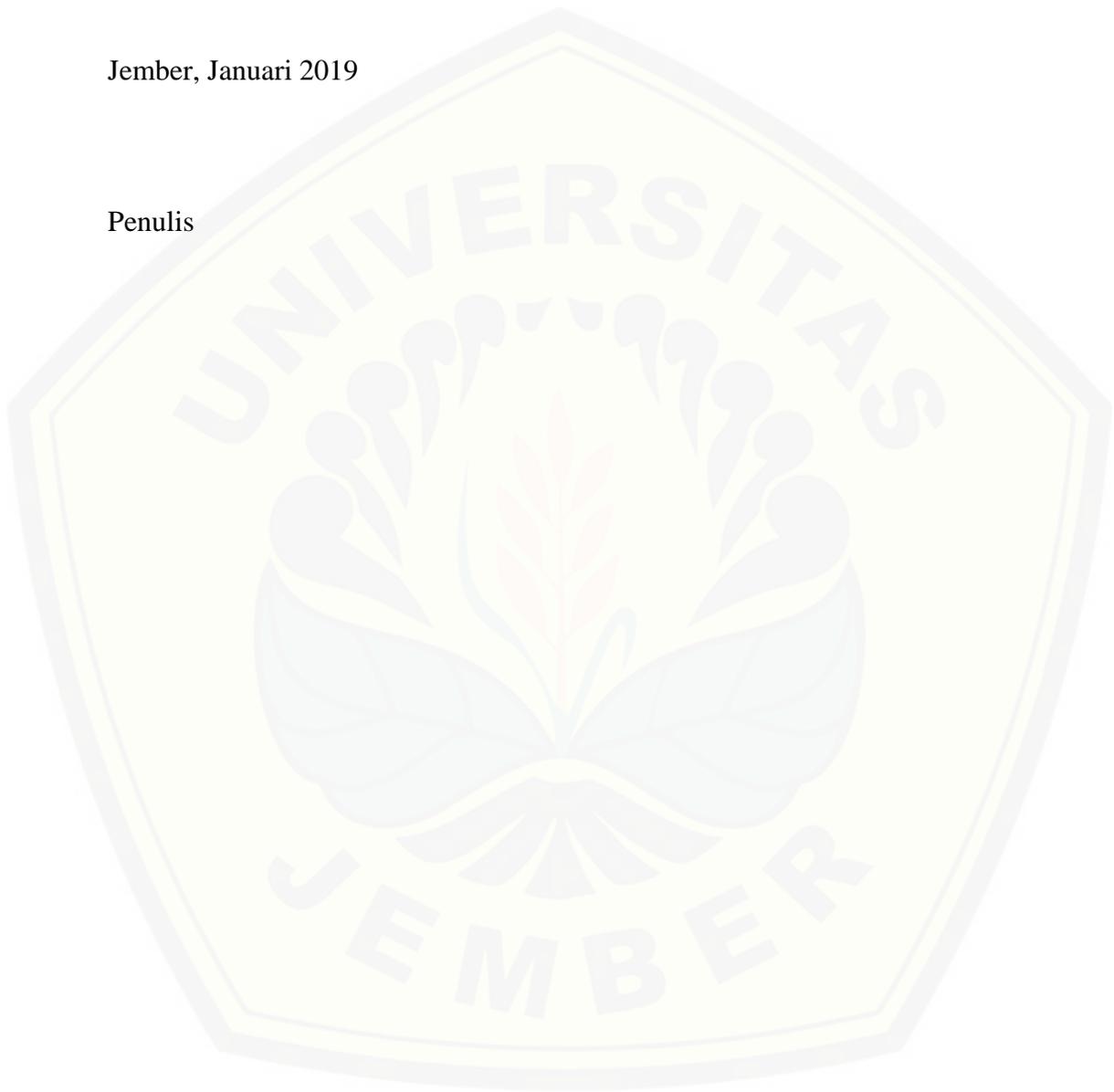
Alhamdulillah, Puji syukur atas kehadiran Allah SWT. yang telah memberikan rahmat, karunia dan hidayah-Nya sehingga tugas akhir dengan judul “Transformasi Struktur TiO₂ Rutil Menjadi Anatase Menggunakan Reaksi Kimia Padat dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis” dapat terselesaikan dengan baik. Keberhasilan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang setingginya kepada :

1. Tanti Haryati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah sabar dan telaten memberikan arahan dan bimbingan hingga terselesaikannya skripsi ini;
2. Yudi Aris Sulistiyono S.Si., M.Si., dan Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D., selaku Dosen Penguji skripsi yang telah memberikan saran untuk menyempurnakan skripsi ini;
3. Asnawati S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing dan memberikan arahan selama penulis menjadi mahasiswa;
4. Seluruh dosen, staff, karyawan dan teknisi laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember yang telah memberikan dukungan selama pengerjaan skripsi ini;
5. Partner penelitianku tersayang, Widya Puspita Dewi yang telah banyak membantu dan menemani selama menjalankan penelitian skripsi ini;
6. Keluarga Majesty dan anggota laboratorium analitik fisik yang telah membantu dan menemani selama menjalankan penelitian skripsi ini;
7. Keluarga kontrakan cantik tercinta, Vida, Khumairah, Lilik, dan Dewi atas segala keceriaan dan persaudaraannya;
8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

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

Jember, Januari 2019

Penulis

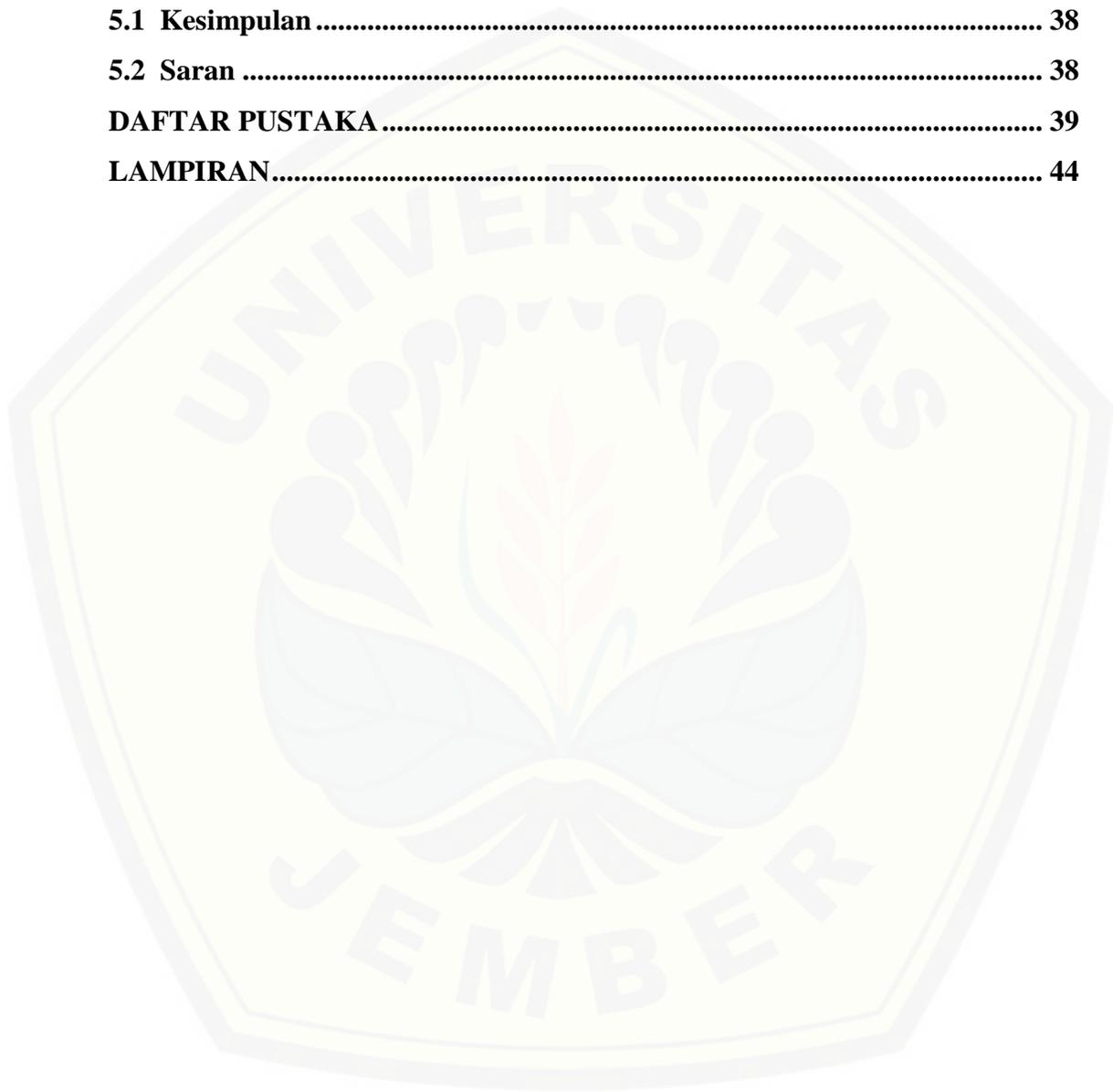


DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIBINGAN.....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 TiO₂ (Titanium dioksida)	5
2.1 Metode Sintesis Kimia Padat	7
2.3 Transformasi TiO₂ Rutil Menjadi Anatase dengan Reaksi Kimia Padat.....	9
2.4 Resin Penukar Ion.....	9
2.5 Karakterisasi	11
2.5.1 XRD (X-Ray Diffraction).....	11
2.4.2 SEM (Scanning Electron Microscopy)	13
2.6 Aktivitas Fotokatalis.....	15

2.6.1 Metilen Biru	15
2.6.2 SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)	16
BAB 3. METODE PENELITIAN	18
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan.....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Diagram Alir Penelitian	19
3.4 Prosedur Penelitian.....	20
3.4.1 Pencucian TiO ₂ rutil.....	20
3.4.2 Sintesis Natrium Titanat	20
3.4.3 Resin Penukar Kation	20
3.4.4 Denatriasi	22
3.4.5 Kalsinasi.....	23
3.4.6 Karakterisasi XRD	23
3.4.7 Karakterisasi SEM	23
3.4.8 Uji Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ Anatase	24
3.4.9 Pengolahan Data	24
3.4.10 Pembuatan Larutan	25
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	28
4.1 Sintesis Natrium Titanat.....	28
4.2 Denatriasi	29
4.3 Pengaruh Variasi Rasio Mol (Na₂CO₃: TiO₂ rutil) dan Proses Denatriasi Terhadap Struktur Kristal, Morfologi dan Aktivitas Fotokatalis TiO₂ Anatase	31
4.3.1 Pengaruh Variasi Rasio Mol (Na ₂ CO ₃ : TiO ₂ rutil) dan Proses Denatriasi Terhadap Struktur Kristal TiO ₂ Anatase	31
4.3.2 Pengaruh Variasi Rasio Mol (Na ₂ CO ₃ : TiO ₂ rutil) dan Proses Denatriasi Terhadap Morfologi TiO ₂ Anatase.....	33

4.3.3 Pengaruh Variasi Rasio Mol (Na_2CO_3 : TiO_2 rutil) dan Proses Denatriasi Terhadap Aktivitas Fotokatalitik TiO_2 Anatase.....	35
BAB 5. PENUTUP.....	38
5.1 Kesimpulan	38
5.2 Saran	38
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN.....	44

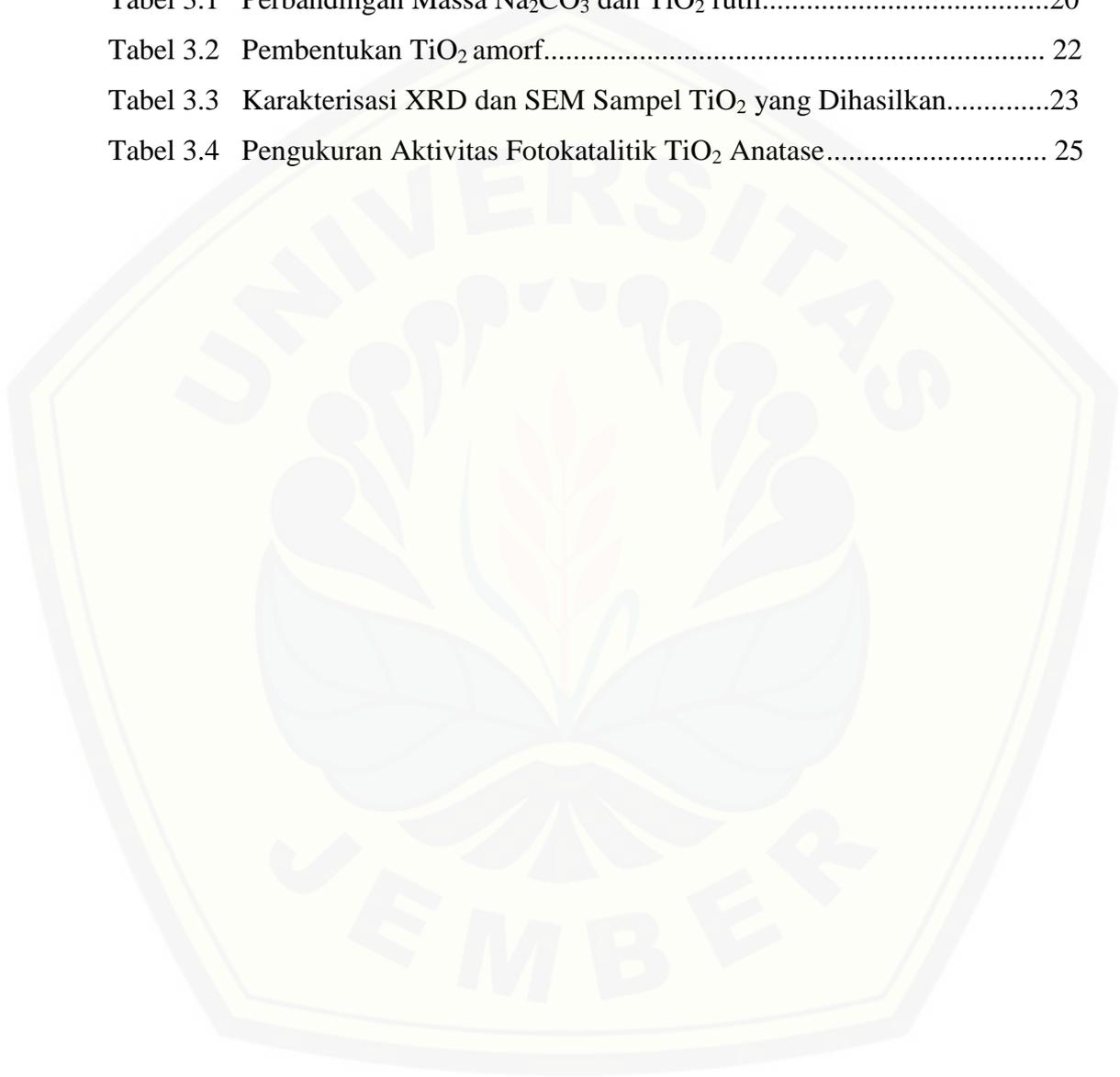


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Struktur Kristal TiO ₂	5
Gambar 2.2 Pita Energi Semikonduktor	6
Gambar 2.3 Proses Fotokatalis Pada Semikonduktor	7
Gambar 2.4 Reaksi Dua Kristal (A dan B)	8
Gambar 2.5 Mekanisme Pertukaran Kation Menggunakan Resin.....	10
Gambar 2.6 Difraktogram Serbuk TiO ₂ Setelah Pemanasan Pada Suhu 850 °C ..	12
Gambar 2.7 Difraktogram partikel TiO ₂ anatase dengan variasi suhu kalsinasi...	13
Gambar 2.8 Interaksi berkas cahaya (elektron) dengan sampel.....	13
Gambar 2.9 Prinsip kerja SEM	14
Gambar 2.10 Mikrograf SEM serbuk TiO ₂ setelah variasi suhu kalsinasi	15
Gambar 2.11 Struktur Metilen Biru	16
Gambar 4.1 Hasil Sintesis Natrium Titanat	29
Gambar 4.2 Difraktogram TiO ₂ Rutil dan Pengotor Berupa TiO ₂ Anatase	29
Gambar 4.3 Difraktogram TiO ₂ Hasil Denatriasi Asam Penukar dan Ion.....	30
Gambar 4.4 Difraktogram TiO ₂ Anatase Hasil Denatriasi Asam dan Penukar Ion Serta Database.....	32
Gambar 4.5 Kristalinitas dan ukuran kristal TiO ₂ anatase Hasil Denatriasi Asam Penukar dan Ion Dengan Variasi Rasio Mol.....	33
Gambar 4.6 Mikrograf SEM TiO ₂ anatase hasil denatriasi penukar ion dan asam Dengan Variasi Rasio Mol	34
Gambar 4.7 Hasil Pengukuran Rata-Rata Ukuran Partikel TiO ₂ Anatase Menggunakan Aplikasi ImageJ	34
Gambar 4.8 Persentase degradasi larutan metilen biru.....	35

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Warna Serapan, Komplementer dan Panjang Gelombangnya.....	16
Tabel 3.1 Perbandingan Massa Na_2CO_3 dan TiO_2 rutil.....	20
Tabel 3.2 Pembentukan TiO_2 amorf.....	22
Tabel 3.3 Karakterisasi XRD dan SEM Sampel TiO_2 yang Dihasilkan.....	23
Tabel 3.4 Pengukuran Aktivitas Fotokatalitik TiO_2 Anatase.....	25



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 3.4.2 Perhitungan Rasio Mol Na_2CO_3 dengan TiO_2 rutil	44
Lampiran 3.4.3 Penentuan Kapasitas Resin Kation.....	45
Lampiran 3.4.5 Perubahan Massa TiO_2 Sebelum dan Sesudah Proses Kalsinasi..	46
Lampiran 3.4.6 Difraktogram Sinar-X Serbuk TiO_2	46
Lampiran 3.4.7 Mikrograf SEM Serbuk TiO_2	52
Lampiran 3.4.8 Aktivitas Fotokatalis TiO_2 Anatase	54
Lampiran 3.4.9 Persentase Degradasi Metilen Biru.....	57
Lampiran 3.4.10 Pembuatan Larutan	58

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

TiO₂ (Titanium dioksida) merupakan material anorganik yang bersifat semikonduktor dan memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu rutil (tetragonal), *brookite* (ortorombik), dan anatase (tetragonal). Struktur kristal rutil memiliki kestabilan paling tinggi dibandingkan dengan bentuk anatase dan *brookite*. Namun, pada pengaplikasiannya seperti fotokatalis bentuk anatase yang sering digunakan karena memiliki energi band gap paling besar dari bentuk kristal lainnya yaitu 3,2 eV. Sehingga, memiliki aktivitas fotokatalis yang paling baik (Sujaridworakun *et al.*, 2012).

Metode sintesis TiO₂ anatase yang sering digunakan yaitu metode sol-gel. Metode ini mampu menghasilkan material TiO₂ anatase dengan ukuran yang seragam (Rahman *et al.*, 2014). Namun, metode ini memiliki pertumbuhan partikel dan pembentukan agregat yang menghasilkan bentuk kristal dengan kristalinitas rendah (Samal *et al.*, 2012). Metode sol-gel umumnya menggunakan prekursor seperti TiCl₄ (Fahyuan *et al.*, 2013), TiOSO₄ hasil pelarutan *ilminate* (Wahyuningsih *et al.*, 2016), titanium butoksida (Ti(OC₄H₉)₄) (Arista *et al.*, 2016), titanium(IV) isopropoksida (Deepa *et al.*, 2016), *tetrabutyl titanate* (Sheng *et al.*, 2006), titanium tetra-isopropoksida (Ti(OⁱPr)₄) (Cassiers *et al.*, 2004), dan Ti(OC₂H₅)₄ (Eiden-Assmann *et al.*, 2004). Prekursor-prekursor tersebut relatif mahal, sehingga diperlukan metode lain yang lebih murah dan sederhana.

Reaksi kimia padat dapat digunakan sebagai metode alternatif untuk sintesis TiO₂ anatase. Metode sintesis kimia padat merupakan teknik sederhana untuk membuat material anorganik dari reaktan berupa padatan yang dilakukan dengan cara pencampuran dan pemanasan. Pemanasan pada metode ini dilakukan pada suhu tinggi karena laju difusi dari reaktan padat-padat berjalan lambat dan relatif lama (Ismunandar, 2006). Metode sintesis kimia padat untuk sintesis TiO₂ anatase ini memiliki kelebihan yaitu menggunakan prekursor yang lebih murah berupa TiO₂ rutil komersial. Prekursor TiO₂ rutil ini merupakan produk samping

pengolahan pasir besi (Premaratne dan Rowson, 2003). Suwardiyanto (2012) telah mensintesis TiO₂ anatase menggunakan metode sintesis kimia padat. Tahap awal yang dilakukan yaitu mereaksikan TiO₂ rutil dan padatan natrium karbonat dengan rasio mol sebesar 2:1; 1:1; dan 1:2, variasi suhu sintesis 700 °C, 750 °C, 800 °C, 850 °C dan 900 °C selama 12 dan 24 jam. Hasil pereaksian ini yaitu natrium titanat yang kemudian dihidrolisis dengan cara dilarutkan dalam akuades sampai diperoleh filtrat yang netral dan dilanjutkan refluks menggunakan larutan HNO₃ 2 M selama 1 jam. Hasil yang diperoleh adalah TiO₂ amorf dengan suhu sintesis 850-900 °C dan rasio mol Na₂CO₃:TiO₂ (2:1) selama 24 jam. Struktur TiO₂ anatase kemudian diperoleh setelah proses kalsinasi pada suhu 600 °C.

Sujaridworakun *et al.*, (2012) juga telah mensintesis TiO₂ anatase menggunakan metode sintesis kimia padat. Tahap awal yaitu mereaksikan TiO₂ rutil dan padatan natrium karbonat dengan rasio mol sebesar 1:0,73; 1:1,58; dan 1:4 pada suhu 850 °C selama 1 jam. Kemudian serbuk natrium titanat didenatriasi dalam larutan H₂SO₄ 1-5 M yang selanjutnya dicuci dengan akuades dan dikalsinasi pada suhu 400 °C, 500 °C, dan 600 °C selama 2 jam. Berdasarkan hasil XRD, serbuk TiO₂ anatase diperoleh pada variasi rasio mol TiO₂:Na₂CO₃ (1:1,58 m/m). Namun, kristalinitas dari serbuk TiO₂ anatase ini semakin meningkat seiring bertambahnya suhu kalsinasi. Serbuk TiO₂ anatase yang dikalsinasi pada suhu 600 °C memiliki aktivitas fotokatalis paling tinggi dengan ukuran kristalit dan luas permukaan spesifik sebesar 102 nm dan 16,7 m²/g.

Berdasarkan kedua penelitian diatas, akan dilakukan sintesis TiO₂ anatase menggunakan metode reaksi kimia padat dengan variasi rasio mol reaktan Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil serta variasi tahap denatriasi. Variasi tahap denatriasi yang dilakukan yaitu menggunakan penukar ion dan perlakuan asam. Variasi rasio reaktan Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil yang semakin besar diharapkan dapat merombak struktur TiO₂ rutil menjadi amorf dan mengubah ukurannya menjadi lebih kecil dengan cara memutus ikatan antar partikel TiO₂ rutil. Berdasarkan hasil penelitian Sujaridworakun *et al.*, (2012) dan Suwardiyanto (2012) tahap denatriasi menggunakan asam mempengaruhi ukuran partikel TiO₂ karena membentuk agregat sehingga ukuran partikelnya besar. Sedangkan variasi tahap denatriasi

menggunakan penukar ion diharapkan dapat mempercepat proses penghilangan natrium dari natrium titanat tanpa mempengaruhi ukuran partikel TiO_2 yang dihasilkan. Serbuk TiO_2 yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Powder Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui struktur dan morfologi material yang dihasilkan. Pengaruh variasi rasio mol dan tahap denatriasi juga dilihat terhadap aktivitas fotokatalitiknya dengan mendegradasi larutan metilen biru.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah yang terdapat pada penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh rasio mol Na_2CO_3 dengan TiO_2 rutil terhadap struktur kristal dan morfologi TiO_2 anatase yang dihasilkan serta aktivitas fotokatalitiknya?
2. Bagaimana pengaruh metode denatriasi penukar ion dan asam terhadap struktur kristal dan morfologi TiO_2 anatase yang dihasilkan serta aktivitas fotokatalitiknya?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini yaitu:

1. Mempelajari pengaruh rasio mol Na_2CO_3 dengan TiO_2 rutil terhadap struktur kristal dan morfologi TiO_2 anatase yang dihasilkan serta aktivitas fotokatalitiknya?
2. Mempelajari pengaruh metode denatriasi penukar ion dan asam terhadap struktur kristal dan morfologi TiO_2 anatase yang dihasilkan serta aktivitas fotokatalitiknya?

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Suhu kalsinasi 600 °C selama 2 jam
2. Konsentrasi larutan metilen biru 4 ppm
3. Rasio mol Na_2CO_3 dan TiO_2 rutil minimal adalah 2:1

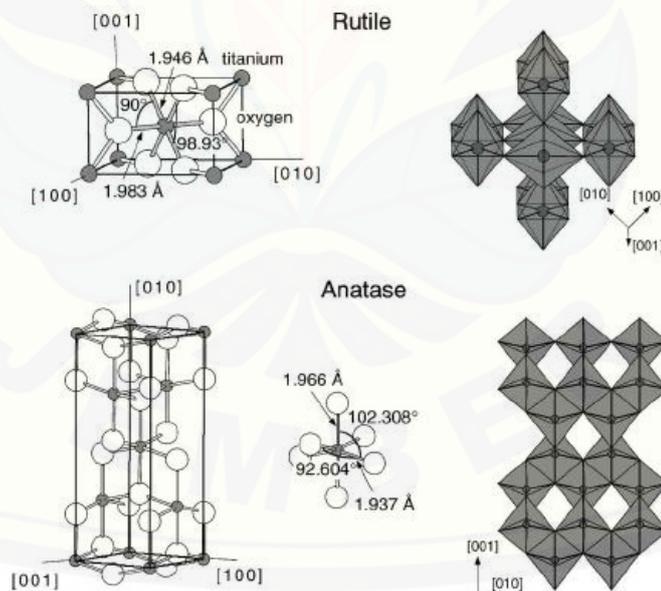
1.5 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan informasi tentang metode alternatif yang lebih murah dan sederhana untuk sintesis TiO_2 anatase dan meningkatkan nilai ekonomis dari mineral TiO_2 rutil yang melimpah di alam. Selain itu juga dapat mengurangi bahaya limbah cair khususnya untuk mendegradasi limbah organik sebelum dibuang ke lingkungan serta menambah wawasan pengetahuan tentang perubahan struktur kristal suatu material.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 TiO₂ (Titanium dioksida)

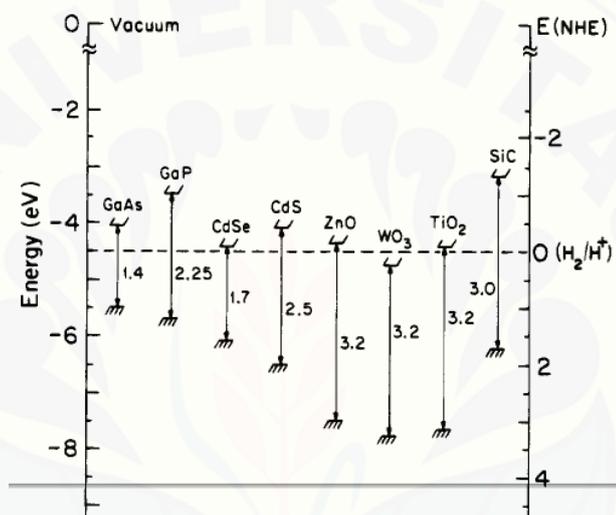
Titanium dioksida (TiO₂) merupakan senyawa anorganik yang bersifat semikonduktor dan non-toksik serta memiliki manfaat yang cukup luas. Titanium dioksida ini dapat dimanfaatkan sebagai katalis heterogen seperti fotokatalis dalam DSSC (*Dye Sensitized Solar Cell*), sensor gas, pewarna (cat dan produk kosmetik), dan pelindung karat. Penggunaan TiO₂ sebagai katalis heterogen dipengaruhi oleh bentuk kristalnya. TiO₂ memiliki tiga bentuk kristal yaitu rutil (tetragonal), anatase (tetragonal), dan *brookite* (orthorombik). Secara termodinamika kristal TiO₂ rutil sifatnya lebih stabil dibandingkan bentuk anatase dan *brookite*. Namun, bentuk anatase memiliki sifat yang lebih stabil ketika ukurannya nanopartikel. (Arora *et al.*, 2010). Gambar 2.1 menunjukkan struktur kristal dari TiO₂.



Gambar 2.1 Struktur Kristal TiO₂ (Sumber: Diebold, 2003)

Perbedaan bentuk kristal TiO₂ ini mempengaruhi kerapatan dari masing-masing struktur kristalnya. Kerapatan (massa jenis) TiO₂ anatase sebesar 3,9 g/mL sehingga lebih kecil daripada kerapatan TiO₂ rutil yaitu 4,2 g/mL. Perbedaan

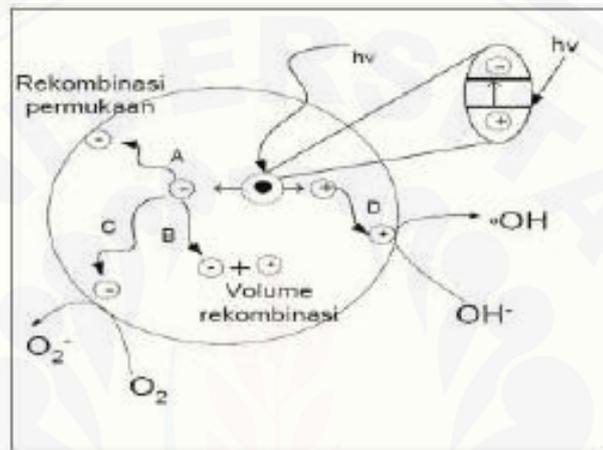
kerapatan ini mempengaruhi sisi aktif dan luas permukaan dari bentuk kristal TiO_2 , sehingga kemampuan menyerap cahaya juga akan berbeda. Oleh karena itu, tingkat energi pita elektroniknya juga berbeda. Energi band gap antara TiO_2 rutil dan TiO_2 anatase juga berbeda yaitu secara berturut-turut 3,0 eV dan 3,2 eV. Perbedaan energi band gap dan kerapatan tersebut yang menyebabkan struktur anatase lebih baik digunakan sebagai fotokatalis. Hal tersebut disebabkan karena struktur anatase luas permukaan aktifnya besar sehingga lebih reaktif. Energi band gap beberapa material semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Pita energi semikonduktor (Sumber: Linsebigler *et al*, 1995)

Gambar 2.2 menunjukkan bahwa besarnya energi band gap TiO_2 merupakan selisih absolut antara energi pita konduksi (-4,5 eV) dengan posisi tingkat energi pita valensi (-7,7 eV). Hal ini menjelaskan bahwa adanya h^+ pada permukaan TiO_2 berperan sebagai oksidator kuat sehingga mampu mengoksidasi senyawa kimia lain dengan potensial redoks lebih rendah yang menempel pada permukaannya (Arutanti, 2009). Reaksi redoks inilah yang menjadi mekanisme dasar pada pemanfaatan TiO_2 sebagai katalis heterogen terutama fotokatalis. Aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 juga dipengaruhi oleh ukuran partikelnya. Serbuk TiO_2 dengan ukuran partikel yang relatif kecil akan memiliki aktivitas fotokatalitik lebih tinggi karena luas permukaannya meningkat sehingga proses reaksi redoks lebih tinggi (Arora, 2010).

Mekanisme reaksi fotokatalitik semikonduktor TiO₂ anatase terjadi ketika kristal TiO₂ disinari cahaya sehingga akan menyerap energi foton pada daerah UV. Jika energi cahaya UV ($h\nu > 350 \text{ nm}$) yang diserap sesuai atau lebih besar dari energi band gapnya (3,2 eV), maka pasangan elektron-hole akan aktif dan terbentuk pada permukaan TiO₂ 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 (Sumber: Somasundaram, 2003)

Pasangan elektron-hole yang terbentuk kemudian berekombinasi kembali pada permukaan 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 TiO₂. Prinsip reaksi redoks inilah yang digunakan sebagai dasar untuk menghasilkan senyawa reaktif dalam mendegradasi senyawa organik maupun desinfektan mikroorganisme dalam air (Dahlan, 2007).

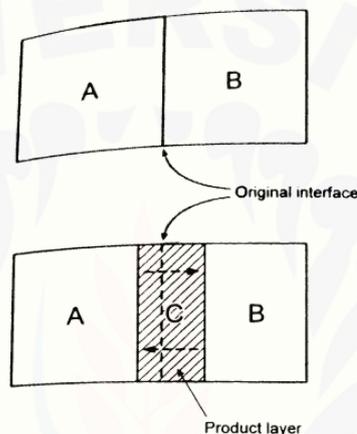
2.2 Metode Sintesis Kimia Padat

Metode sintesis kimia padat sering digunakan untuk sintesis material anorganik yang dilakukan dengan cara mereaksikan dua padatan atau lebih pada suhu tinggi. Reaksi antar padatan ini dapat menghasilkan intermediet dalam fase cair atau gas yang terlibat untuk terjadinya perpindahan massa. Prinsip reaksi

kimia padat yaitu dua padatan atau lebih tidak dapat bereaksi pada suhu kamar sehingga dilakukan pada suhu tinggi. Suhu tinggi ini dapat meningkatkan kecepatan reaksinya. Tiga faktor penting yang mempengaruhi kecepatan reaksi kimia padat yaitu:

- 1) Area kontak antara kedua padatan dan area permukaannya;
- 2) Kecepatan nukleasi dari fase produk;
- 3) Kecepatan difusi ion membentuk produk

(Schubert, 2002).



Gambar 2.4 Reaksi dua kristal (A dan B) (Sumber: Schubert, 2002)

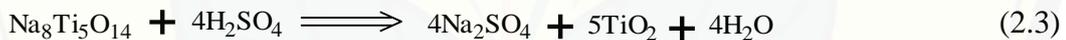
Tahap pertama dari reaksi antara kristal A dan B adalah pembentukan fase nukleus produk C pada antarmuka A dan B. Hal ini mungkin sulit, jika reorganisasi struktural tingkat tinggi diperlukan untuk membentuk produk. Setelah nukleasi produk C terjadi, lapisan produk terbentuk. Pada tahap ini, ada dua antarmuka reaksi: satu antara A dan C, dan satu lagi antara C dan B. Agar reaksi lebih lanjut terjadi, konter-difusi ion dari A dan B harus terjadi melalui lapisan produk yang ada C ke antarmuka reaksi baru (Schubert, 2002).

Metode sintesis kimia padat untuk logam oksida, umumnya reaktan yang digunakan yaitu logam karbonat. Penggunaan logam karbonat ini disebabkan oleh dekomposisinya pada suhu tinggi dapat menghasilkan CO_2 dan logam oksidanya yang akan bereaksi dengan padatan lain. Logam oksida ini memiliki sifat yang sangat reaktif, tidak stabil di udara dan sulit untuk ditimbang (Ismunandar, 2006). Logam karbonat yang biasa digunakan yaitu natrium karbonat. Natrium karbonat

dapat terdekomposisi menjadi Na_2O dan CO_2 pada suhu sekitar $400\text{ }^\circ\text{C}$ dan meleleh pada suhu $850\text{ }^\circ\text{C}$ sampai $900\text{ }^\circ\text{C}$ (Srivastava *et al.*, 2004).

2.3 Sintesis TiO_2 anatase Menggunakan Metode Sintesis Kimia Padat

Pereaksian antara natrium karbonat dengan logam oksida seperti TiO_2 tujuannya untuk merombak struktur kristal dari TiO_2 rutil menjadi TiO_2 amorf. Natrium karbonat berperan sebagai pelarut padat, dimana jika ditambahkan semakin banyak diharapkan dapat memutus ikatan antar partikel TiO_2 sehingga ukurannya menjadi lebih kecil. Pereaksian antara natrium karbonat dengan TiO_2 rutil menghasilkan senyawa natrium titanat. TiO_2 anatase selanjutnya diperoleh setelah proses denatriasi dan kalsinasi. Denatriasi merupakan proses pemisahan ion natrium pada senyawa natrium titanat. Proses denatriasi ini dapat dilakukan menggunakan asam kuat encer seperti H_2SO_4 (1-5 M). Berikut reaksi yang terjadi pada tahapan sintesis natrium titanat dan denatriasi menggunakan asam sulfat:



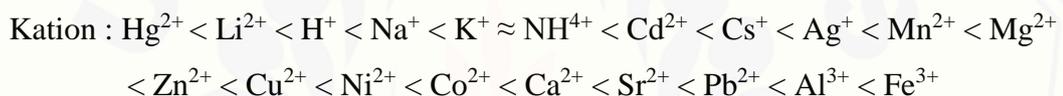
Ion natrium (Na^+) dalam padatan natrium titanat akan bereaksi dengan ion sulfat (SO_4^{2-}) membentuk garam Na_2SO_4 yang mudah larut dalam air sehingga partikel TiO_2 dapat diperoleh kembali. Partikel TiO_2 yang diperoleh ini masih dalam struktur amorf sehingga perlu proses kalsinasi untuk merubahnya menjadi struktur anatase. Suhu kalsinasi untuk memperoleh struktur anatase yaitu antara 400 sampai $600\text{ }^\circ\text{C}$. Jika lebih dari suhu tersebut strukturnya akan kembali menjadi rutil (Sujaridworakun *et al.*, 2012).

2.4 Resin Penukar Ion

Resin penukar ion adalah jenis polimer hidrokarbon yang mampu menukarkan ion dalam polimer dengan ion dalam larutan saat dilewatkan pada resin. Resin sintetis digunakan terutama untuk pemurnian air, tapi aplikasi lainnya

yaitu untuk pemisahan beberapa komponen dalam suatu senyawa. Jenis resin penukar ion ada dua yaitu resin penukar kation dan resin penukar anion. Resin penukar kation merupakan resin yang digunakan untuk menukar kation dalam larutan dengan atom hidrogen yang terdapat pada resin. Sedangkan resin penukar anion merupakan resin yang digunakan untuk menukar anion dalam larutan dengan ion hidroksi yang terdapat pada resin. Pertukaran antara ion dalam resin dengan ion dalam larutan ini disebabkan oleh perbedaan afinitas ion masing-masing (David, 2017).

Pertukaran ion akan terjadi apabila resin dan larutan memiliki perbedaan afinitas ion. Misalkan resin mengandung ion A yang afinitasnya lebih rendah dan larutan mengandung ion B yang afinitasnya lebih tinggi, maka akan terjadi pertukaran ion antara resin dengan larutan. Urutan afinitas ion seperti berikut.

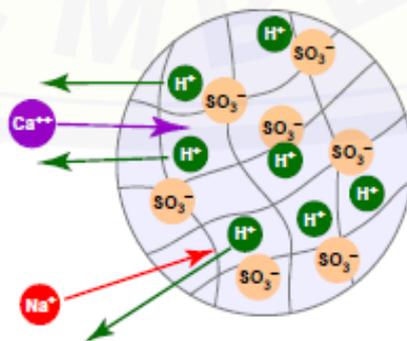


Reaksi pertukaran ion ini ditunjukkan pada reaksi berikut:



(David, 2017).

Cara kerja resin penukar ion yaitu saat larutan yang mengandung ion dilewatkan pada resin dapat mengalami *crosslinked* dengan polimer. Salah satu jenis resin yaitu resin asam sulfonat untuk jenis kation dengan ukuran ion dan muatan yang berbeda. Umumnya afinitas terbesar untuk ion besar dengan valensi tinggi. Mekanisme pertukaran kation dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.5 Mekanisme pertukaran kation menggunakan resin (Sumber: Rohm dan Hass, 2008)

2.5 Karakterisasi

Suatu material padatan dapat diketahui morfologi dan ukurannya dengan dua cara karakterisasi yaitu XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*).

2.5.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraksi sinar adalah salah satu metode karakterisasi untuk mengetahui keteraturan suatu atom atau senyawa. Prinsip kerja XRD ini yaitu suatu material yang memiliki susunan atom pada kisi kristalnya jika dikenai cahaya akan memantulkan atau membiaskan partikel cahaya (foton). Pola pantulan inilah yang kemudian ditangkap oleh detektor dan ditampilkan dalam bentuk difraktogram. Pola difraksi dinyatakan dengan besar sudut-sudut yang terbentuk antara cahaya dengan kristal pada material. Nilai sudut tersebut dinyatakan dengan 2θ , dimana θ menyatakan sudut datang cahaya sedangkan 2θ menyatakan besar sudut datang dengan sudut difraksi yang terdeteksi oleh detektor (Agus, 2012). Difraksi kristal memiliki dua pendekatan yaitu persamaan Laue dan hukum Bragg.

a) Persamaan Laue

Sudut θ pada pendekatan ini dibuat tetap sedangkan panjang gelombang sinar-X dibuat berubah. Persamaan Laue untuk hipotesis kristal 1 dimensi ditentukan oleh hubungan pemisahan atom dalam baris (a), gelombang sinar-X (λ) dan sudut difraksi (θ) yang dituliskan dengan:

$$a \sin \theta = n \lambda \quad (2.5)$$

persamaan Laue untuk hipotesis kristal 3 dimensi ada tiga yaitu:

$$A_1 \sin \theta_1 = n \lambda \quad (2.6)$$

$$a_1 \sin \theta_2 = n \lambda \quad (2.7)$$

$$a_2 \sin \theta_3 = n \lambda \quad (2.8)$$

Persamaan tersebut dapat digunakan untuk menentukan penyusunan atom dalam kristal karena sesuai dengan ketiga sumbu kristalografi (West, 1999).

b) Hukum Bragg

Hukum Bragg ini adalah perumusan matematik mengenai proses difraksi yang terjadi sebagai hasil interaksi antara sinar-X yang dipantulkan oleh material. Bragg menunjukkan bahwa bidang yang berisi atom-atom di dalam kristal akan

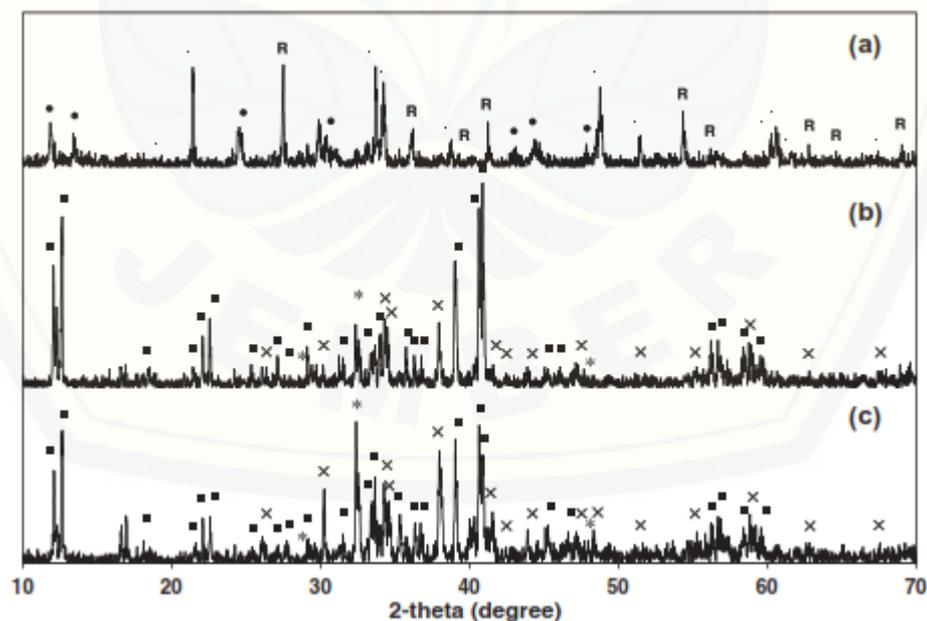
memantulkan radiasi dengan cara yang sama persis dengan peristiwa pemantulan cahaya di bidang cermin. Menurut Agus (2012) hukum Bragg dituliskan dengan persamaan:

$$\lambda_{AB} = 2d\sin\theta \quad (2.9)$$

Persamaan Bragg tersebut tidak dapat digunakan untuk menentukan struktur kristal secara lengkap namun hanya dapat menentukan ukuran kristalin. Semakin kecil ukuran kristalin maka puncak difraksi yang dihasilkan semakin lebar. Hal tersebut merupakan dasar hukum Scherrer yang dapat dituliskan dengan persamaan Scherrer:

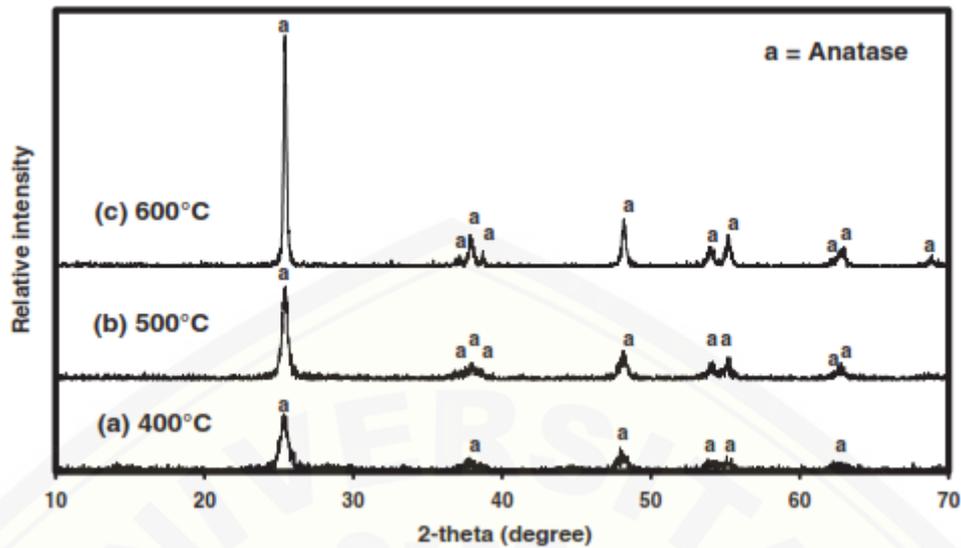
$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos\theta B} \quad (2.10)$$

Dimana: D adalah ukuran (diameter) kristal, B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak yang dipilih, θB adalah sudut Bragg, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Nilai yang biasanya dipakai untuk K adalah $\approx 0,9$ (Abdullah,2008). Difraktogram kristal TiO_2 hasil sintesis menggunakan metode sintesis kimia padat dapat dilihat pada Gambar 2.6 dan 2.7:



(a) rasio 1:0,73; (b) rasio 1:1,58; (c) rasio 1:4

Gambar 2.6 Difraktogram serbuk TiO_2 setelah dipanaskan pada suhu $850\text{ }^\circ\text{C}$ (Sumber : Sujaridworakun *et al.*, 2012)

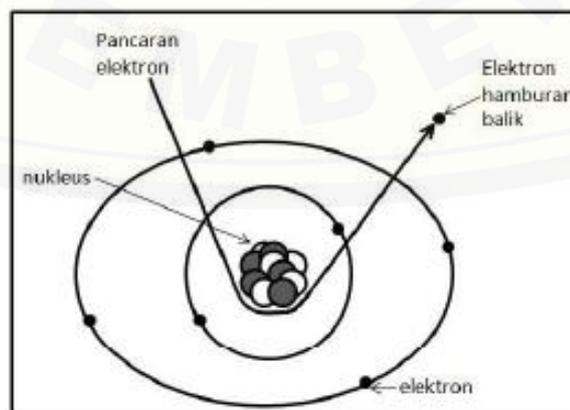


(a) 400 °C; (b) 500 °C; (c) 600 °C

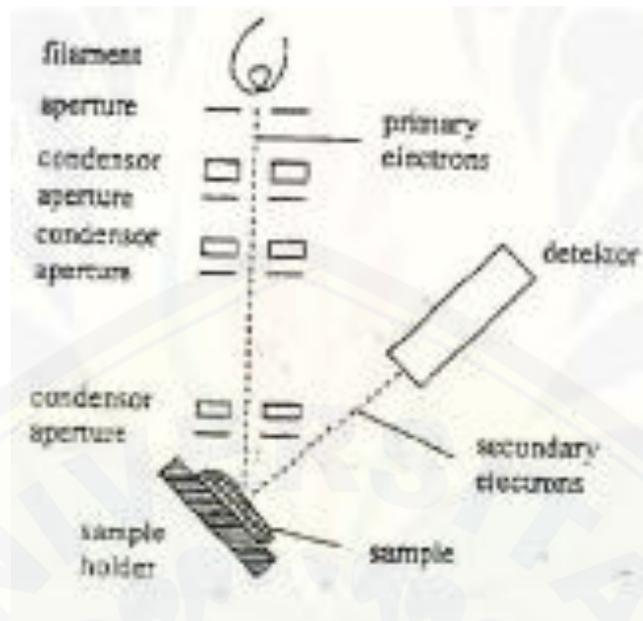
Gambar 2.7 Difraktogram partikel TiO₂ anatase dengan variasi suhu kalsinasi (Sumber: Sujaridworakun *et al.*, 2012)

2.5.2 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Karakterisasi SEM ini digunakan untuk mengetahui morfologi suatu material logam ataupun non-logam. Prinsip kerja SEM yaitu berkas cahaya ditembakkan pada permukaan sampel yang kemudian akan menghamburkan elektron sekundernya sehingga dapat dideteksi oleh detektor. Elektron sekunder ini berasal dari permukaan sampel dan memiliki energi sekitar 5-50 eV. Interaksi antara berkas cahaya dengan sampel dan ilustrasi prinsip kerja SEM ditunjukkan pada Gambar 2.8 dan 2.9:



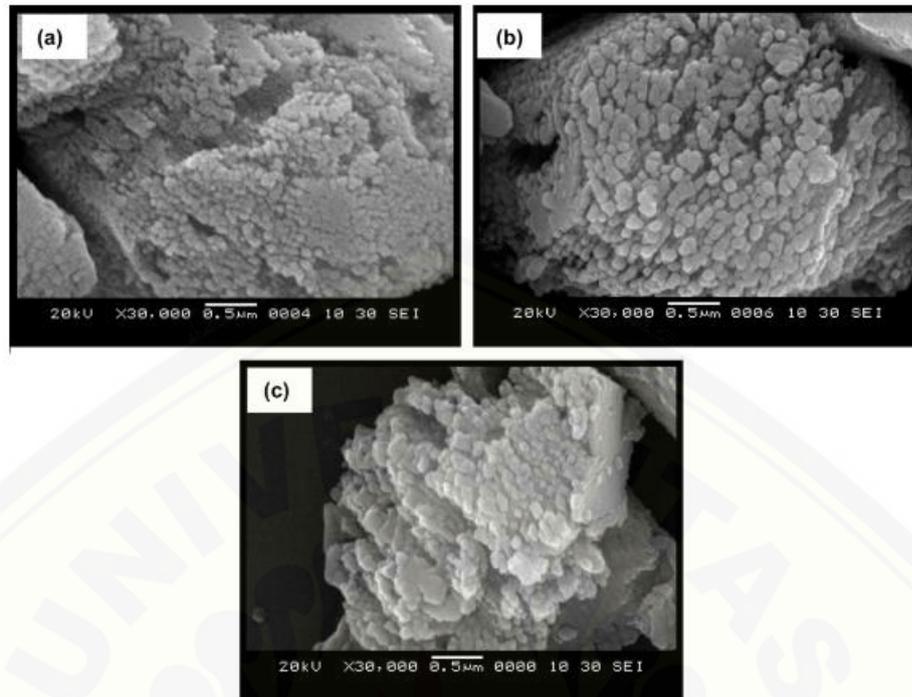
Gambar 2.8 Interaksi berkas cahaya (elektron) dengan sampel (Sumber: Agus, 2012)



Gambar 2.9 Prinsip kerja SEM (Sumber: Mulder, 1996)

Sistem kerja mikroskop elektron ini memanfaatkan transmisi dan refleksi. Penyerapan elektron oleh partikel berukuran tebal dan terjadi interaksi yang cukup kuat dengan materi. Oleh karena itu, sampel diharapkan memiliki ketebalan $\leq 2000\text{\AA}$. Preparasi sampel pada analisis SEM ini cukup sulit dilakukan karena dikhawatirkan struktur padatnya berubah akibat dari penembakan. Logam tipis dapat digunakan untuk melapisi sampel saat proses berjalan. Hal ini perlu dilakukan agar menghindari terbentuknya muatan pada permukaan saat refleksi. Instrumen utama refleksi, SEM menjangkau perbesaran antara batas resolusi rendah dari *optical microscopy* ($\sim 1\mu\text{m}$) dan di atasnya terdapat *transmission electron microscopy* (TEM) (West, 1999).

Hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menghasilkan suatu mikrograf yang berasal dari hamburanbalik elektron sekunder yang ditangkap oleh detektor. Data mikrograf ini berisi informasi morfologi material berupa ukuran pori, porositas permukaan geometri pori serta distribusi ukuran pori (Mulder, 1996). Contoh mikrograf suatu material dapat dilihat pada Gambar 2.10.



(a) 400 °C; (b) 500 °C; (c) 600 °C

Gambar 2.10 Mikrograf SEM serbuk TiO₂ setelah variasi suhu kalsinasi, (Sumber: Sujaridworakun *et al.*, 2012)

2.6 Aktivitas Fotokatalitik

2.6.1 Metilen Biru

Metilen biru merupakan senyawa aromatik heterosiklik kationik. Karakteristik metilen biru yaitu memiliki warna biru pekat dalam keadaan teroksidasi, namun tidak berwarna dalam keadaan tereduksi (*leucomethylene blue*). Dua keadaan ini ditemukan dalam sistem kesetimbangan sebagai pasangan penerima elektron dan donor elektron atau sistem redoks. Zat warna ini sering digunakan pada industri tekstil. Penggunaan metilen biru dalam industri tekstil secara berlebihan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan karena limbah yang dihasilkan bersifat toksik bagi makhluk hidup disekitarnya (Salman, 2016). Konsentrasi ambang batas metilen biru dalam perairan sekitar 5-10 mg/L, sehingga limbah industri tekstil yang dilepaskan harus dikontrol (Hidayat, 2008).

Pengontrolan limbah pewarna (metilen biru) pada industri tekstil salah satunya dengan mendegradasinya menjadi senyawa yang lebih sederhana. Proses

degradasi metilen biru dapat dilakukan dengan katalis yang berprinsip pada reaksi fotokatalitik menggunakan material semikonduktor TiO₂ anatase. Reaksi yang terjadi antara material semikonduktor TiO₂ anatase dengan metilen biru adalah reaksi oksidasi yang mana menghasilkan CO₂ dan H₂O (Lestari, 2015). Berikut struktur dari senyawa metilen biru:



N-[7-(dimethylamino)-3*H*-phenothiazin-3-ylidene]-*N*-methylmethanaminium

Gambar 2.11 Struktur Metilen Biru (Sumber: Salman, 2016)

2.6.2 Spektrofotometer UV-Vis

Prinsip metode spektrofotometri didasarkan pada interaksi antara gelombang cahaya (foton) dengan atom atau molekul. Energi cahaya diserap oleh atom atau molekul dan digunakan oleh elektron di dalam atom atau molekul tersebut untuk bertransisi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Absorpsi terjadi ketika selisih kedua tingkat energi sesuai dengan energi cahaya (foton) atau $\Delta E = E_1 - E_2$ (Siswoyo dan Asnawati, 2007). Khusus spektrofotometer visibel, molekul yang mengabsorpsi cahaya merupakan molekul yang memiliki warna pada sinar tampak dengan *range* panjang gelombang tertentu. Panjang gelombang untuk masing-masing warna dapat dilihat pada Tabel 2.1

Tabel 2.1 Warna serapan, komplementer dan panjang gelombangnya

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400- 435	Violet	Kuning- Hijau
435- 480	Biru	Kuning
480- 490	Hijau- Biru	Orange
490- 500	Biru- Hijau	Merah
500- 560	Hijau	Ungu
560- 580	Kuning- Hijau	Violet
580- 595	Kuning	Biru
595- 610	Orange	Hijau- Biru
610- 750	Merah	Biru- Hijau

(Sumber: Day dan Underwood, 2002).

Transisi elektronik akibat dari absorpsi sinar UV-Vis oleh molekul atau atom yang disebut promosi elektron dari keadaan dasar yang memiliki energi rendah menuju keadaan dasar yang berenergi tinggi. Panjang gelombang yang diserap oleh sampel bergantung pada kemampuan promosi elektron untuk bertransisi. Semakin mudah mengalami promosi elektron maka energi yang diserap atau dibutuhkan semakin kecil sehingga absorpsinya berada pada daerah panjang gelombang lebih besar yaitu sinar tampak begitu juga sebaliknya (Hendayana, 1994).

Hasil pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis yaitu absorbansi dari sampel. Absorbansi ini diperoleh dari intensitas cahaya yang melewati sampel (I) dibandingkan dengan intensitas cahaya sebelum melewati sampel (I_0). Hasil yang umumnya diinginkan dari pengukuran spektrofotometri yaitu dalam bentuk konsentrasi, oleh karena itu untuk mendapatkan konsentrasi sampel dilakukan perhitungan lebih lanjut menggunakan hukum Lambert-Berr yang menyatakan hubungan antara absorbansi (A) dengan konsentrasi (C). Hukum Lambert-Berr bergantung pada (b) ketebalan kuvet, (C) konsentrasi analit, dan (ϵ) koefisien absorbtivitas molekular dari sampel pada panjang gelombang tertentu. Hukum Lambert-Berr dinyatakan sebagai berikut:

$$A = \epsilon bC \quad (2.11)$$

(Hendayana, 1994)

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan April – November 2018 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember. Karakterisasi XRD (*X-Ray Powder Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di Laboratorium FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember dan Laboratorium Geologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

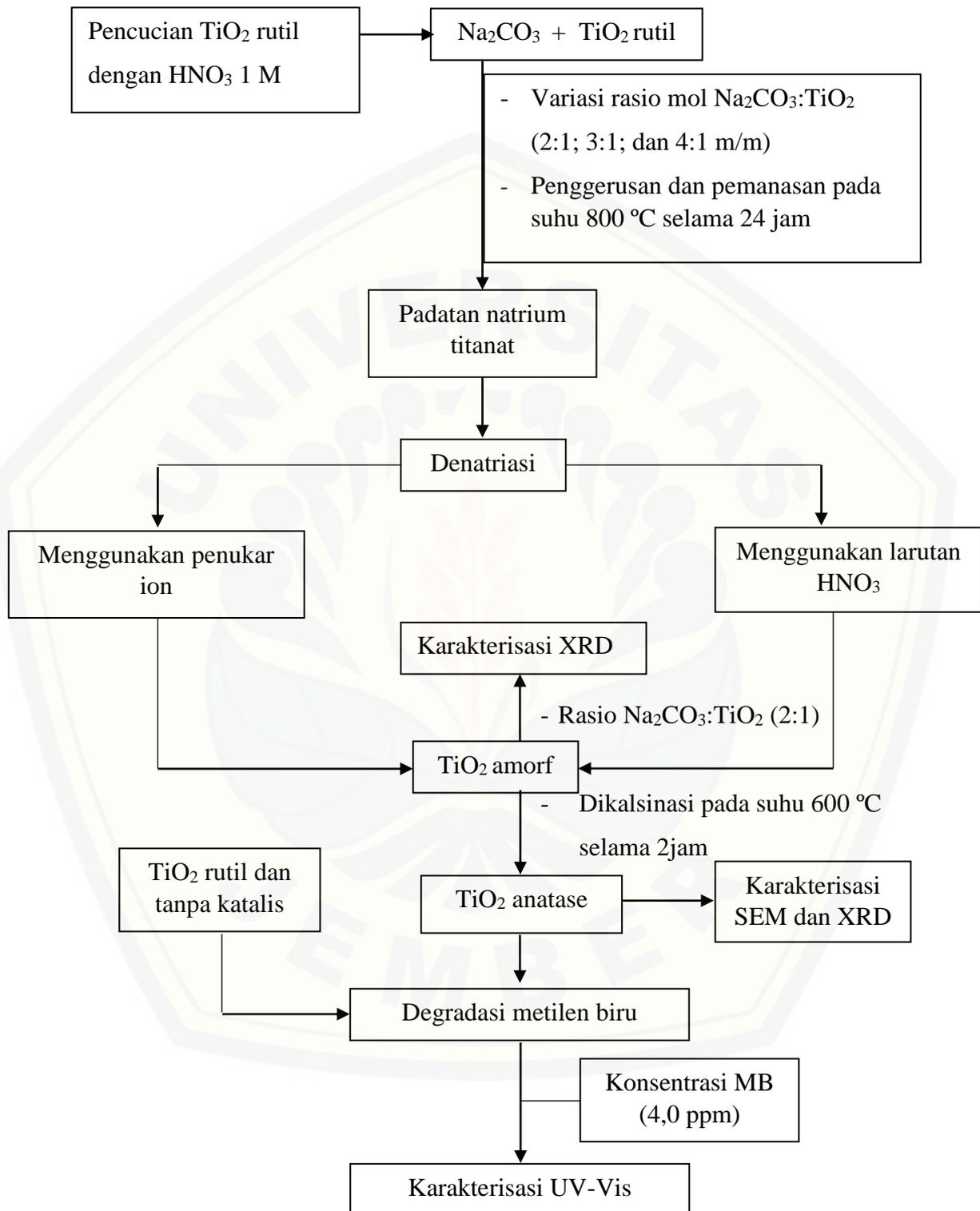
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia, pipet mohr, pipet volume, spatula, pipet tetes, batang pengaduk, cawan alumina, kaca arloji, botol semprot, labu ukur, gelas ukur, *ball* pipet, agate mortar, statif dan buret, oven (Mettler), neraca analitik (*Ohaus Analytical Plus*), magnetik stirrer dan anak stirrer, *furnace* (Barnstead Thermolyne 1400), set alat sentrifugasi, kertas lakmus, pH universal MColorpHast™, set alat *X-Ray Powder Diffraction* (XRD; X'pertPRO PANalytical), set alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM; JEOL JBM 6360LA), set alat fotokatalis, lampu UV GEN.STAR 13 Watt dan spektrofotometer UV-Vis Hitachi U-2900.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah padatan TiO₂ rutil, padatan Na₂CO₃ teknis, HCl 37%, HNO₃ 65%, HNO₃ teknis, Na₂SO₄ p.a, NaOH p.a, indikator PP, H₂C₂O₄ p.a, resin penukar kation teknis, aseton teknis, akuades, dan metilen biru.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pencucian TiO₂ rutil

Serbuk TiO₂ rutil komersial sebanyak 100 gram dicuci dengan 1 liter larutan HNO₃ 1 M (teknis). Pencucian ini dilakukan dengan cara dipanaskan pada suhu 80 °C dan diaduk menggunakan magnetik stirer selama 1 jam. Kemudian larutan ini disaring menggunakan kertas saring dan dicuci dengan akuades sampai diperoleh cairan netral. Residu (TiO₂ rutil) yang tertinggal dikertas saring selanjutnya dioven pada suhu 100 °C selama 30 menit.

3.4.2 Sintesis Natrium Titanat

Padatan Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil dengan rasio mol (2 : 1; 3 : 1; dan 4 : 1 m/m) dicampur dalam wadah kemudian dihomogenkan dengan cara penambahan aseton dan penggerusan menggunakan agate mortar. Selanjutnya dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 800 °C selama 24 jam.

Tabel 3.1 Perbandingan massa Na₂CO₃ dan TiO₂ rutil

Rasio mol (Na ₂ CO ₃ ; TiO ₂ rutil)	Massa Na ₂ CO ₃ (g)	Massa TiO ₂ rutil (g)
2:1	52,97	20
3:1	79,45	20
4:1	105,94	20

3.4.3 Resin Penukar Kation

a. Preparasi

Sebanyak 30 gram resin penukar kation dilarutkan dalam 100 mL akuades dan diaduk selama 5 menit. Campuran yang diperoleh kemudian didekantasi setelah partikel-partikel yang lebih besar turun. Resin dicuci dengan akuades, dibiarkan mengendap dan cairan didekantasi. Proses tersebut diulangi sampai diperoleh cairan tidak berwarna. Campuran resin dipindahkan ke dalam buret 50 mL yang terdapat *glasswool* pada bagian bawahnya kemudian ditambah air. Campuran resin dalam buret ini kemudian dicuci sampai bersih menggunakan akuades dan dikeluarkan melalui kran buret sampai kira-kira berada 1 cm diatas resin.

b. Aktivasi Resin Dengan Asam Kuat

HCl 2 M sebanyak 250 mL dimasukkan ke dalam resin yang telah disiapkan dan dialirkan melalui buret selama 25-30 menit. Asam yang berlebih kemudian dialirkan keluar sampai diatas permukaan resin dan sisa asam yang tertinggal dibilas menggunakan akuades sampai diperoleh cairan netral. Resin kemudian dapat digunakan untuk menukarkan ion-ion hidrogennya dengan kation (Na^+) dalam larutan sampel.

c. Penentuan Kapasitas Resin

Resin yang dihasilkan dari proses b, diambil sebanyak 5 gram kemudian diletakkan dalam cawan penguapan dan ditutup dengan kaca arloji, selanjutnya disimpan pada suhu 25-30 °C selama 3-4 hari. Sebagian kolom kecil diisi dengan akuades untuk menjaga agar semua udara yang terjebak dari bawah cakram kaca terdesak keluar. Ditimbang 0,5 gram resin kation kering dan dipindahkan ke dalam kolom. Ditambahkan akuades secukupnya sampai menutupi resin. Gelembung udara yang terbentuk dikeluarkan dengan karet penghisap. Permukaan pada pipa keluar diatur sehingga cairan dalam kolom turun kira-kira sampai 1 cm di atas permukaan resin.

Na_2SO_4 0,25 M sebanyak \pm 250 mL diteteskan dengan laju 2 mL/menit dan dikumpulkan efluen dalam erlenmeyer 250 mL. Penentuan kapasitas resin ditentukan dengan cara titrasi efluen menggunakan NaOH 0,05 M. Sebanyak 10 mL efluen ditetesi dengan indikator pp dan dititrasi hingga tepat berwarna merah jambu. Kapasitas resin ditentukan dalam miliekuivalen per gram.

d. Regenerasi Resin

Resin penukar kation yang telah digunakan untuk penukaran ion pada proses 3.4.3 kemudian diregenerasi dengan HCl 1 M. Sebanyak 5 mL HCl 1 M dilewatkan resin kation tersebut selama 25-30 menit. Asam yang berlebih kemudian dialirkan keluar sampai diatas permukaan resin dan sisa asam yang tertinggal dibilas menggunakan akuades sampai diperoleh cairan netral. Resin kemudian dapat digunakan untuk menukarkan ion-ion hidrogennya dengan kation (Na^+) dalam larutan sampel

(Falah *et al.*, 2009).

3.4.4 Denatriasi

a. Menggunakan penukar ion

Padatan natrium titanat yang diperoleh pada tahap 3.4.2 kemudian dilarutkan dalam akuades. Proses ini dilakukan sampai diperoleh larutan yang mendekati netral. Larutan ini kemudian dilewatkan pada resin penukar kation yang telah disiapkan. Larutan yang keluar dari kolom (buret) resin penukar kation ditampung menggunakan gelas kimia, kemudian diukur pHnya menggunakan pH universal. Larutan kemudian diuapkan pada suhu 100 °C sampai diperoleh endapan. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C. Endapan kering yang diharapkan berupa TiO₂ amorf dari rasio mol 2:1 kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).

b. Menggunakan HNO₃ 2 M

Padatan natrium titanat yang diperoleh pada tahap 3.4.2 kemudian dilarutkan dalam sedikit akuades. Selanjutnya ditambahkan dengan HNO₃ pekat tetes demi tetes sampai terbentuk endapan dalam kondisi asam. Larutan ini kemudian dipisahkan dari endapannya dengan cara disentrifugasi selama 10 menit pada kecepatan 2500 rpm. Pellet dan supernatan yang diperoleh dipisahkan dengan cara dekantasi. Pellet yang diperoleh kemudian dicuci dengan HNO₃ 2 M sebanyak 3 kali masing-masing selama 30 menit. Proses selanjutnya yaitu pencucian dengan akuades sebanyak 3 kali masing-masing selama 30 menit. Larutan hasil pencucian dengan akuades kemudian diuapkan pada suhu 100 °C sampai diperoleh endapan. Endapan tersebut kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 1 jam. Endapan kering yang diharapkan berupa TiO₂ amorf dari rasio mol 2:1 kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).

Tabel 3.2 Pembentukan TiO₂ amorf

No	Rasio Reaktan (Na ₂ CO ₃ :TiO ₂)	Denatriasi Penukar Ion	Denatriasi asam
1.	2:1	✓	✓
2.	3:1	✓	✓
3.	4:1	✓	✓

3.4.5 Kalsinasi

TiO₂ amorf yang sudah kering dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 600 °C selama 2 jam. Hasil kalsinasi ini selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

3.4.6 Karakterisasi XRD

Serbuk TiO₂ anatase sebanyak 1 gram disiapkan yang kemudian diletakkan pada permukaan sampel *holder* secara merata. Material sampel siap untuk dianalisis. Material dianalisis menggunakan sumber radiasi Cu-K α dan difraksi dilakukan pada sudut 2 θ antara 5°-60°. Hasil analisis ini dapat digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan dengan digunakan persamaan Scherrer akan diketahui ukuran kristalinitas TiO₂ yang diperoleh. Persamaan Scherrer dapat dituliskan seperti berikut:

$$D \approx K \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (3.1)$$

Ukuran kristalin dituliskan dengan simbol D, B adalah FWHM (*Full Width Half Maximum*) satu puncak difraksi yang dipilih, θ_B adalah sudut Bragg, λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan dan K adalah konstanta material yang nilainya kurang dari satu ($\approx 0,9$) (Abdullah, 2008).

3.4.7 Karakterisasi SEM

Serbuk TiO₂ anatase diletakkan pada *holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan lapisan tipis emas – palladium setebal 400 Å agar yang dipotret menjadi penghantar listrik. Setelah pelapisan, sampel dan *holder* diletakkan dalam plat SEM dan permukaan TiO₂ anatase diamati dengan perbesaran (10.000-15.000) kali.

Tabel 3.3 Karakterisasi XRD dan SEM sampel TiO₂ yang dihasilkan

Rasio Na ₂ CO ₃ :TiO ₂	2:1	2:1	3:1	4:1	2:1	2:1	3:1	4:1
	ASK	AK	AK	AK	HSK	HK	HK	HK
XRD	•	•	•	•	•	•	•	•
SEM		•	•	•		•	•	•

ASK : proses denatriasi dengan akuades dan resin penukar kation sebelum kalsinasi
 AK : proses denatriasi dengan akuades dan resin penukar kation setelah kalsinasi
 HSK : proses denatriasi dengan HNO₃ sebelum kalsinasi
 HK : proses denatriasi dengan HNO₃ setelah kalsinasi

3.4.8 Uji Aktivitas Fotokatalitik TiO₂ anatase

Larutan metilen biru disiapkan untuk ditentukan panjang gelombang serapan maksimumnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang cahaya tampak (600-700 nm) dan dibuat spektra absorbansinya. Kurva kalibrasi dibuat dengan serangkaian konsentrasi larutan yaitu 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; dan 4,0 ppm.

Metilen biru disiapkan dengan konsentrasi 4,0 ppm, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setelah itu, serbuk TiO₂ anatase yang diperoleh pada proses kalsinasi sebanyak 0,01 g disuspensikan pada 20 mL larutan metilen biru 4,0 ppm. Kemudian suspensi tersebut disinari dengan lampu UV selama 1 jam. Larutan sampel yang telah diuji fotodegradasi diendapkan terlebih dahulu menggunakan alat *sentrifuge* kemudian diukur kembali absorbansinya. Aktivitas fotokatalitik TiO₂ anatase dibandingkan dengan hasil fotodegradasi larutan metilen biru 4,0 ppm menggunakan serbuk TiO₂ rutil.

(Sujaridworakun *et al.*, 2012).

3.4.9 Pengolahan Data

a. Penentuan konsentrasi metilen biru yang tersisa

Dari kurva kalibrasi yang dihasilkan didapatkan suatu persamaan regresi $y = mx + c$. Persamaan tersebut dapat digunakan untuk mengetahui konsentrasi metilen biru yang tersisa (x).

$$(x) = \frac{y-c}{m} \quad (3.2)$$

b. Persentase fotokatalis TiO₂ anatase dalam mendegradasi metilen biru

Penentuan persentase aktivitas fotokatalitik TiO₂ anatase dalam mendegradasi metilen biru dapat ditentukan menggunakan persamaan :

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_0 - C_T}{C_0} \times 100\% \quad (3.3)$$

Keterangan :

C₀ = Konsentrasi awal larutan (ppm)

C_T = Konsentrasi larutan pada waktu ke-t (ppm)

(sumerta *et al.*, 2002).

Tabel 3.4 Pengukuran Aktivitas Fotokatalitik TiO₂ anatase

Rasio reaktan Na ₂ CO ₃ :TiO ₂	2:1	3:1	4:1
Proses denatriasi			
Akuades dan resin	✓	✓	✓
Akuades dan HNO ₃	✓	✓	✓

*serbuk TiO₂ rutil dan tanpa katalis digunakan sebagai kontrol uji aktivitas fotokatalitiknya

3.4.10 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan Larutan HNO₃ 2 M

Larutan HNO₃ 2 M dibuat dengan cara mengambil 68,25 mL HNO₃ 65% (14,65 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang sudah diisi dengan akuades sekitar 200 mL. Selanjutnya ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

b. Pembuatan Larutan HNO₃ 1 M

Larutan HNO₃ 1 M dibuat dengan cara mengambil 68,25 mL HNO₃ teknis kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang sudah diisi dengan akuades sekitar 200 mL. Selanjutnya ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

c. Pembuatan Larutan Metilen Biru 50 ppm (induk)

Larutan metilen biru 50 ppm dibuat dengan cara mengambil 125 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

d. Pembuatan Larutan Metilen Biru 0,5 ppm

Larutan metilen biru 0,5 ppm dibuat dengan cara mengambil 0,25 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

e. Pembuatan Larutan Metilen Biru 1,0 ppm

Larutan metilen biru 1,0 ppm dibuat dengan cara mengambil 0,5 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian

ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

f. Pembuatan Larutan Metilen Biru 1,5 ppm

Larutan metilen biru 1,5 ppm dibuat dengan cara mengambil 0,75 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

g. Pembuatan Larutan Metilen Biru 2,0 ppm

Larutan metilen biru 2,0 ppm dibuat dengan cara mengambil 1,0 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

h. Pembuatan Larutan Metilen Biru 2,5 ppm

Larutan metilen biru 2,5 ppm dibuat dengan cara mengambil 1,25 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

i. Pembuatan Larutan Metilen Biru 3,0 ppm

Larutan metilen biru 3,0 ppm dibuat dengan cara mengambil 1,5 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

j. Pembuatan Larutan Metilen Biru 3,5 ppm

Larutan metilen biru 3,5 ppm dibuat dengan cara mengambil 1,75 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

k. Pembuatan Larutan Metilen Biru 4,0 ppm

Larutan metilen biru 4,0 ppm dibuat dengan cara mengambil 2,0 mL larutan induk, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL. Larutan kemudian

ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur kemudian dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

l. Pembuatan Larutan HCl 2 M

Larutan HCl 2 M dibuat dengan cara mengambil 41,67 mL larutan HCl 37% (12 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

m. Pembuatan Larutan HCl 1 M dari HCl 2 M

Larutan HCl 1 M dibuat dengan cara mengambil 25 mL larutan HCl 2 M, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

n. Pembuatan Larutan Na₂SO₄ 0,25 M

Larutan Na₂SO₄ 0,25 M dibuat dengan cara menimbang padatan NaOH sebanyak 8,8 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambah akuades untuk melarutkannya. Na₂SO₄ yang telah dilarutkan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

o. Pembuatan Larutan NaOH 0,05 M

Larutan NaOH 0,02 M dibuat dengan cara menimbang padatan NaOH sebanyak 0,5 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambah akuades untuk melarutkannya. Padatan NaOH yang telah dilarutkan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

p. Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,05 M

Larutan asam oksalat 0,05 M dibuat dengan cara menimbang asam oksalat sebanyak 0,63 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambah sedikit akuades untuk melarutkannya. Asam oksalat yang telah dilarutkan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Semakin besar rasio mol Na_2CO_3 : TiO_2 rutil menghasilkan TiO_2 anatase dengan tingkat kristalinitas dan aktivitas fotokatalitik yang fluktuatif. Semakin besar rasio mol Na_2CO_3 : TiO_2 rutil menghasilkan ukuran partikel semakin kecil pada TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion, sedangkan pada TiO_2 anatase hasil denatriasi asam sebaliknya yaitu semakin besar rasio molnya maka ukuran partikelnya semakin besar.
2. Tahap denatriasi menggunakan asam menghasilkan TiO_2 anatase dengan tingkat kristalinitas lebih tinggi daripada denatriasi penukar ion sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi pula. Morfologi sampel TiO_2 anatase hasil denatriasi penukar ion memiliki ukuran partikel yang lebih seragam dan kecil dibandingkan dengan TiO_2 anatase hasil denatriasi asam.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian lebih lanjut yaitu melakukan sintesis natrium titanat dengan jumlah mol Na_2CO_3 dan suhu lebih tinggi serta waktu pemanasan yang lebih lama untuk mendapatkan TiO_2 berukuran nano. Selain itu perlu dilakukan variasi suhu kalsinasi TiO_2 amorf untuk meningkatkan kristalinitas TiO_2 anatase yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2008. *Pengantar Nanosains*. Bandung: ITB.
- Agus, S. B., R. Hardian, dan A. Muzakir. 2012. *Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya Dalam Penelitian Kimia*. Bandung: UPI PRESS.
- Arista, A., D. Dahlan, dan Syukri. 2016. Sintesis Lapisan TiO₂ Pada Substrat ITO Menggunakan Metode Elektrodeposisi dan *Spin Coating*. *Jurnal Ilmu Fisika*. 8(1): 17.
- Arora, H., C. Doty, Y. Yuan, J. Boyle, K. Petras, B. Rabatic, T. Paunesku, dan G. Woloschak. 2010. Titanium Dioxide Nanocomposites. *Nanomaterials For The Life Science*. 8: Nanocomposites.
- Arutanti, O., M. Adullah., K. Khairurrijal, dan H. Mahfudz. 2009. Pernjernihan Air Dari Pencemar Organik, dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Edisi Khusus: 53-55.
- Cassiers, K., T. Linssen, M. Mathieu, Y. Q. Bai, H. Y. Zhu, P. Cool, dan E. F. Vansant. 2004. Surfactant-Directed Synthesis of Mesoporous Titania With Nanocrystalline Anatase Walls and Remarkable Thermal Stability. *J. Phys. Chem. B*. 108(12): 3713.
- 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, dan Mubarik. 2007. Inaktivasi Fotoelektrokatalis *Eschichia C*. Menggunakan Elektroda TiO₂/SnO₂. *Jurnal Sains MIPA*. 13(2): 77-83.
- Dahlan, D. dan H. D. Fahyuan. 2014. Pengaruh Beberapa Jenis Dye Organik Terhadap Efisiensi Sel Surya Dye Sensitized Solar Cell. *Jurnal Ilmu Fisika*. 8(1): 17.

- Dariani, R. S., A. Esmaili, A. Mortezaali, dan S. Dehghanpour. 2016. Photocatalytic Reaction And Degradation Of Methylene Blue On TiO₂ Nano-Sized Particles. *Optik* 127. 7143-7154.
- David, A. 2015. Ion Exchange Resins. <https://nzic.org.nz/ChemProcesses/water/13D.pdf>. [Diakses pada 6 Desember 2017].
- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Deepa, T. D., S. Mohapatra, V. Shantikumar, A. Nair, S. Nair, dan A. K. Rai. 2016. Surfactant-assisted Synthesis of Porous TiO₂ Nanofibers as an Anode Material For Secondary Lithium Ion Batteries. *Sustainable Energy & Fuels*.
- Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports* 48(67): 53-229.
- Eiden-Assmann, J. Widoniak, dan G. Maret. 2004. Synthesis And Characterization of Porous And Nonporous Monodisperse Colloidal TiO₂ Particles. *Chem. Material*. 16(1): 6.
- Fahyuan, H. D., D. Dahlan, Astuti. 2013. Pengaruh Konsentrasi CTAB Dalam Sintesis Nanopartikel TiO₂ Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol-Gel. *Jurnal Ilmu Fisika*. 5(1): 16.
- Falah, L. M., Gunawan, dan A. Haris. 2009. Pembuatan Aquadm (*Aquademineralized*) Dari Air AC (*Air Conditioner*) Menggunakan Resin Kation Dan Anion. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Universitas Diponegoro.
- Hendayana, S. 1994. *Kimia Analitik Instrumental Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP Semarang Pres.
- Hidayat, W. 2008. Teknologi Pengolahan Air Limbah. Jakarta: Majari Magazine. 19 Juni

- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-Sifatnya*. Bandung: Penerbit ITB.
- Lestari, Y. D., S. Wardhani., M. M. Khunur. 2015. Degradasi *methylene blue* menggunakan fotokatalis TiO₂-N/Zeolit dengan sinar matahari. *Kimia Student Journal*. 1(1): 592-593.
- Linsebigler, A. L., G. Lu, dan J. T. Yates. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Review*. 95(3): 735-758.
- Mulder, M. 1996. *Basic Principles of Membrane Technology*. 2nd ed. Kluwer Academic Publisher. Dordrecht.
- Premaratne, W. A. P. J., dan N. A. Rowson. 2002. The Processing of Beach Sand From Sri Lanka For The Recovery of Titanium Using Magnetic Separation. *Physical Separation in Science and Engineering*. 12(1): 13-22.
- Rahman, T., M. A. Fadhlulloh, A. B. D. Nandiyanto, dan A. Mudzakir. 2014. Review: Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel. *Jurnal Integrasi Proses*. 5(1): 15-29.
- Riyani, K., T. Setyaningtyas, dan D.W. Dwiasih. 2012. Pengolahan Limbah Cair Batik Menggunakan Fotokatalis TiO₂-Dopan-N Dengan Bantuan Sinar Matahari. *Valensi*. 2(5): 581-587.
- Rohm dan Haas. 2008. Ion Exchange For Dummies. <https://www.lenntech.com/Data-sheets/Ion-Exchange-for-Dummies-RH.pdf>. [Diakses pada 15 Desember 2017].
- Salman, J. M., M. A. Baiee, A. R. Omran. 2016. Experimental study to removal of methylene blue dye from aqueous solution by adsorption on eco-friendly materials. *International Journal of ChemTech Research*. 9(6): 560.

- Samal, S., D. W. Kim, K. S. Kim, dan D. W. Park. 2012. Direct Synthesis of TiO₂ Nanoparticles By Using The Solid-State Precursor TiH₂ Powder In a Thermal Plasma Reactor. *Chemical Engineering Research And Design* 90. 1074-1081.
- Schubert, U., dan Husing, N. 2005. *Synthesis of Inorganic Material*. Second, Revised and Updated Edition. Weinheim: Wiley-VCH.
- Sheng, Q., Y. Cong, S. Yuan, J. Zhang, dan M. Anpo. 2006. Synthesis of bi-porous TiO₂ With Crystalline Framework Using a Double Surfactant System. *Microporous and Mesoporous Materials* 95. 220-225.
- Siswoyo dan Asnawati. 2007. *Analisis Spektrofotometri*. Jember: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Slamet, R.A., dan E. Marliana. 2007. Pengolahan Limbah Cr(VI) dan Fenol dengan Fotokatalis Serbuk TiO₂ dan CuO/TiO₂. *Reaktor*. 11(2): 78-85.
- Somasundaram, N., dan C. Srinivasan. 2003. Bacterial and Detoxification Effect of Irradiated Semiconductor Catalist TiO₂. *Current Science*. 85(10): 1431-1438.
- Srivasta, O.P., N. Kumar, dan L.B. Sharma. 2004. Solid State Shyntesis and Structural Refinement of Polycrystalline La_xCa_{1-x}TiO₃ Ceramic Powder. *Bull, Matter.Sci.* 2(27): 121-126.
- Subagja, R., A. Royani, A. Suharyanto, L. Andriyah, dan N.C. Natasha. 2014. Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Terhadap Perubahan Fasa TiO₂. *Majalah Metalurgi*. 29(3): 245-254.
- Sujaridworakun, P., S. Larpkiattaworn, S. Saleepalin, dan T. Wasanapiarnpong. 2012. Synthesis And Characterization of Anatase Photocatalyst Powder From Sodium Titanate Compounds. *Advanced Powder Technology* 23. 752-756.

Sumerta, I. K., K. Wijaya, dan I. Tahir. 2002. *Makalah Seminar Pendidikan Kimia "Fotodegradasi Metilen Biru Menggunakan Katalis TiO₂-Montmorilonit dan Sinar UV*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.

Suwardiyanto, dan T. Haryati. 2012. Modifikasi TiO₂ Rutile Menjadi Anatase Secara Termal dan Hidrotermal. *Jurnal Saintika*. 14(1): 65-73.

Wahyuningsih, S., A. H. Ramelan, L. Rinawati, R. M. I. Munifa, L.N. M. Z. Saputri, Q. A. Hanif, H. P. Pranata, Y. A. Ismoyo. 2016. Pembentukan TiO₂ Mesopori Dari TiOSO₄ Hasil Pelarutan *Ilmenite*. *Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah Grup Riset Material Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, UNS Surakarta*. 9 Agustus 2016.

West, A. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. Second edition. England: John Wiley & Sons.

LAMPIRAN

Lampiran 3.4.2 Perhitungan Rasio Mol Na_2CO_3 dengan TiO_2 rutil

$$\text{Mr Na}_2\text{CO}_3 = 105,94 \text{ g/mol}$$

$$\text{Mr TiO}_2 = 79,88 \text{ g/mol}$$

A. Rasio 2:1 (Na_2CO_3 : TiO_2 rutil)

- 0,5 mol Na_2CO_3

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$m = n \times \text{Mr}$$

$$m = 0,5 \text{ mol} \times 105,94 \text{ g/mol}$$

$$m = 52,97 \text{ gram}$$

- 0,25 mol TiO_2 rutil

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$m = n \times \text{Mr}$$

$$m = 0,25 \text{ mol} \times 79,88 \text{ g/mol}$$

$$m = 20 \text{ gram}$$

B. Rasio 3:1 (Na_2CO_3 : TiO_2 rutil)

- 0,75 mol Na_2CO_3

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$m = n \times \text{Mr}$$

$$m = 0,75 \text{ mol} \times 105,94 \text{ g/mol}$$

$$m = 79,45 \text{ gram}$$

- 0,25 mol TiO_2 rutil

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$m = n \times \text{Mr}$$

$$m = 0,25 \text{ mol} \times 79,88 \text{ g/mol}$$

$$m = 20 \text{ gram}$$

C. Rasio 4:1 (Na_2CO_3 : TiO_2 rutil)

- 1,00 mol Na_2CO_3

$$n = \frac{m}{M_r}$$

$$m = n \times M_r$$

$$m = 1,00 \text{ mol} \times 105,94 \text{ g/mol}$$

$$m = 105,94 \text{ gram}$$

- 0,25 mol TiO_2 rutil

$$n = \frac{m}{M_r}$$

$$m = n \times M_r$$

$$m = 0,25 \text{ mol} \times 79,88 \text{ g/mol}$$

$$m = 20 \text{ gram}$$

Lampiran 3.4.3 Penentuan Kapasitas Resin Kation

A. Standarisasi NaOH

Pengulangan	$[\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$	V $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	V NaOH	$[\text{NaOH}]$
1	0,05 M	5 mL	9,6 mL	0,052 M
2	0,05 M	5 mL	10,3 mL	0,048 M
3	0,05 M	5 mL	10,3 mL	0,048 M
Rata-rata				0,049 M

B. Titrasi Efluen (H_2SO_4) dengan NaOH

Pengulangan	$[\text{NaOH}]$	V NaOH	V H_2SO_4	$[\text{H}_2\text{SO}_4]$
1	0,049 M	1,1 mL	10 mL	0,0027 M
2	0,049 M	1,2 mL	10 mL	0,0030 M
3	0,49 M	1,1 mL	10 mL	0,0027 M
Rata-rata				0,0028 M

C. Kapasitas Resin Kation

$$[\text{Na}_2\text{SO}_4] = [\text{H}_2\text{SO}_4] = 0,0028 \text{ M}$$

$$\text{Kapasitas resin kation} = \text{mol } \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{mol } \text{Na}_2\text{SO}_4$$

$$\text{Mol } \text{Na}_2\text{SO}_4 = M \text{ Na}_2\text{SO}_4 \times V \text{ Na}_2\text{SO}_4$$

$$= 0,0028 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$= 0,7 \text{ mmol}/0,5 \text{ gram}$$

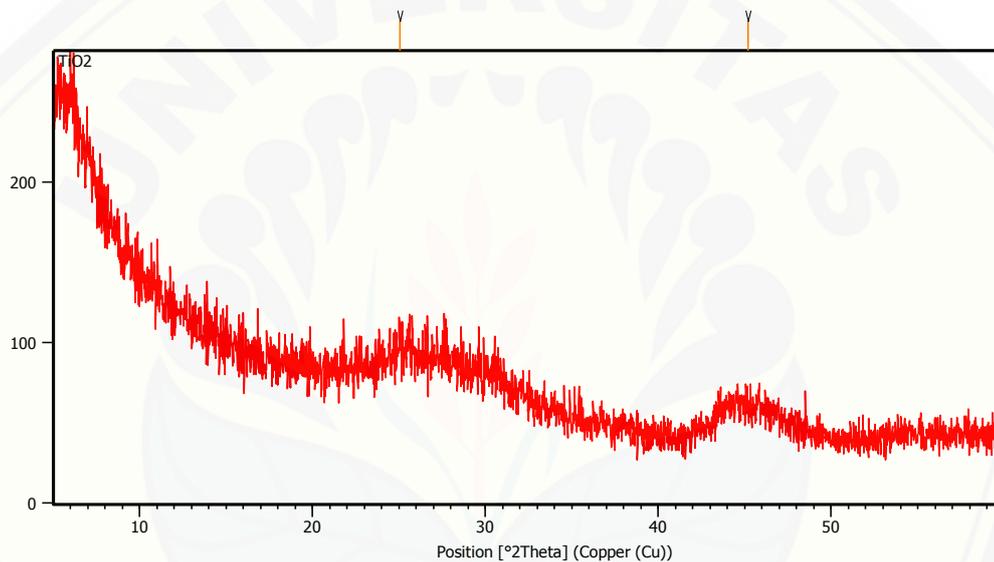
$$= 1,5 \text{ mmol}/\text{gram}$$

Lampiran 3.4.5 Perubahan Massa TiO₂ Sebelum dan Sesudah Proses Kalsinasi

Rasio mol reaktan	Denatriasi Penukar Ion		Denatriasi Asam	
	Massa Sebelum (gram)	Massa Sesudah (gram)	Massa Sebelum (gram)	Massa Sesudah (gram)
2:1	2,499	2,240	5,482	4,390
3:1	2,567	2,315	5,307	4,379
4:1	3,128	2,793	5,698	4,844

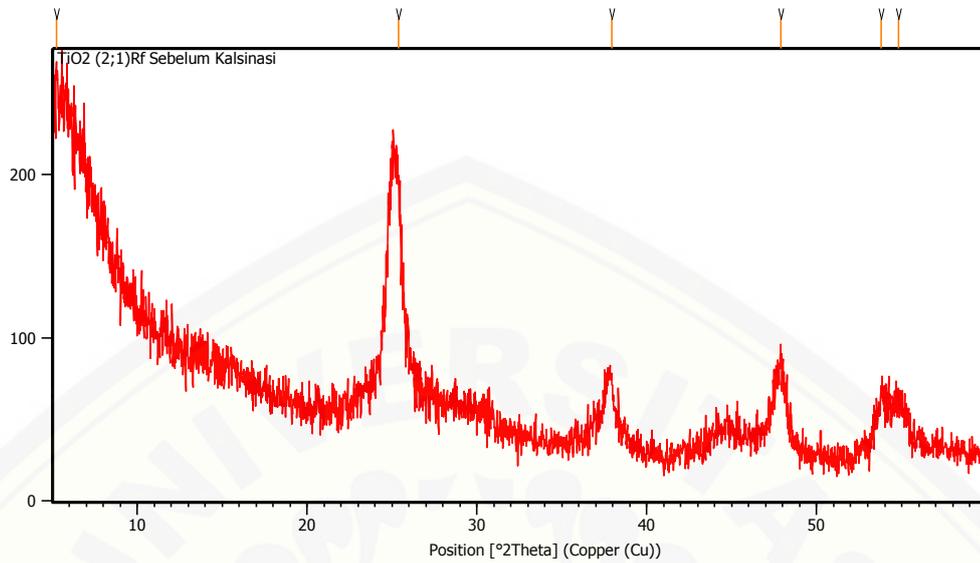
Lampiran 3.4.6 Difraktogram Sinar-X Serbuk TiO₂

A. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 2:1 Sebelum kalsinasi



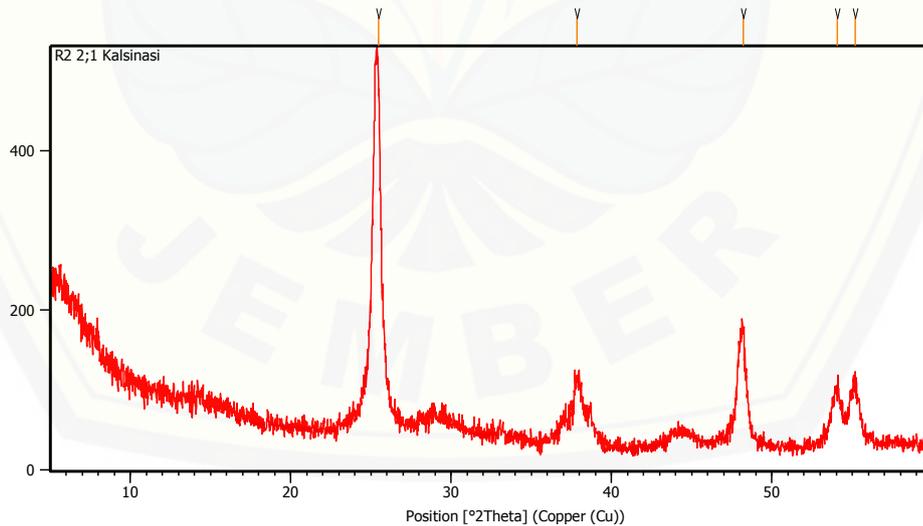
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.0648	77.88	0.0900	3.54991	93.92
45.1754	82.92	0.0900	2.00548	100.00

B. Metode Denatriasi Asam Rasio 2:1 Sebelum Kalsinasi



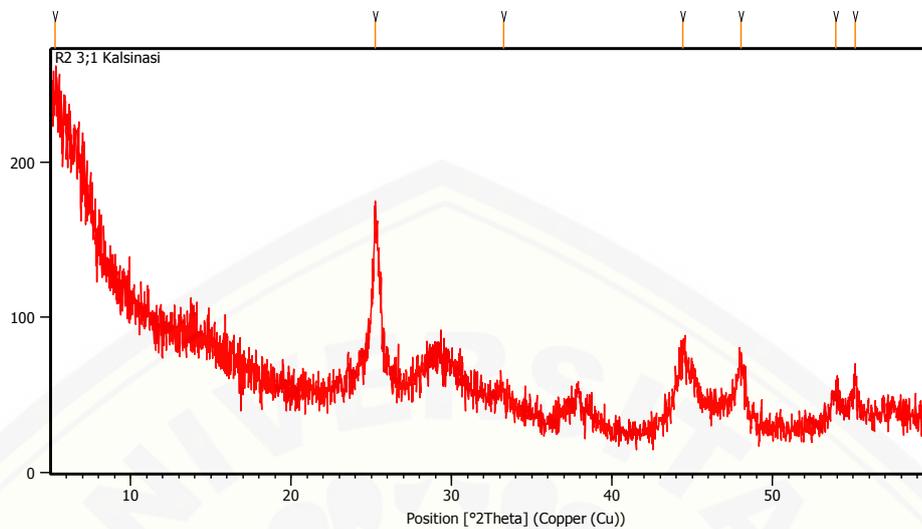
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2568	45.36	0.5353	16.81135	35.89
25.3595	126.38	0.7360	3.51222	100.00
37.9204	39.60	0.2676	2.37276	31.34
47.9028	50.21	0.3346	1.89904	39.73
53.7865	32.52	0.6691	1.70437	25.73
54.8369	27.38	0.6691	1.67418	21.66

C. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 2:1 Setelah Kalsinasi



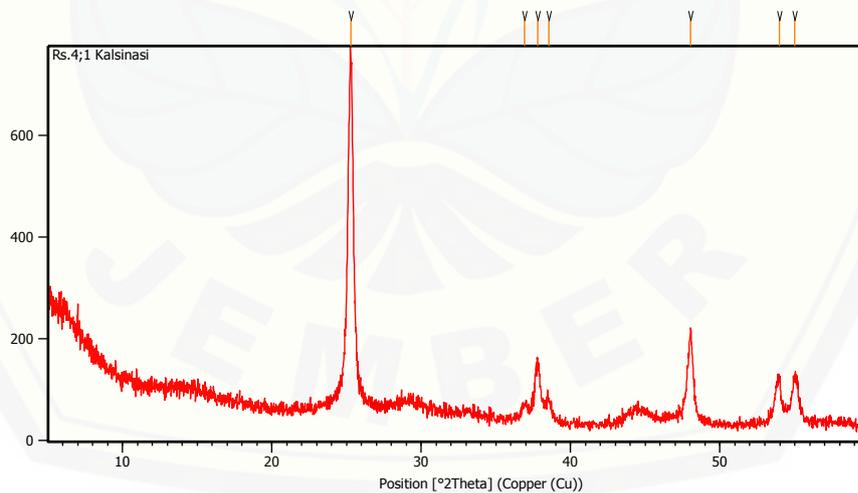
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.4594	430.64	0.4015	3.49867	100.00
37.8321	72.28	0.4015	2.37810	16.79
48.1939	135.62	0.2007	1.88825	31.49
54.0519	65.51	0.5353	1.69663	15.21
55.1663	75.34	0.5353	1.66496	17.50

D. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 3:1 Setelah Kalsinasi



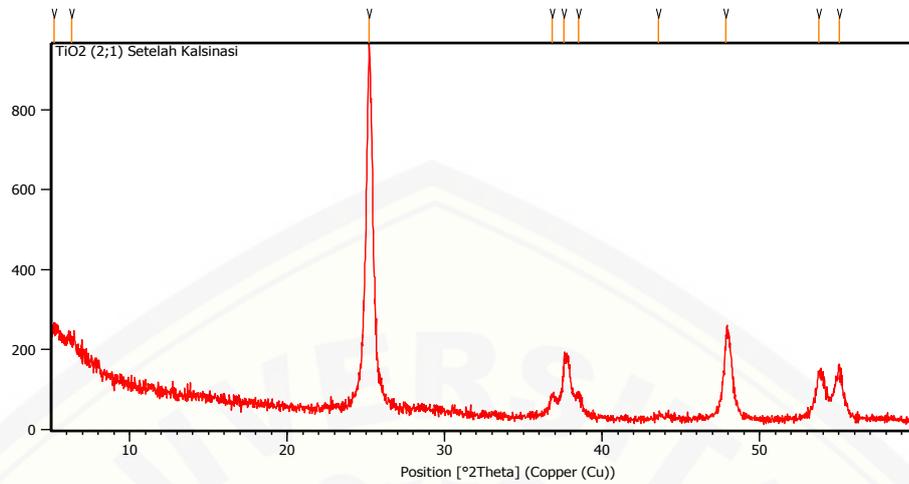
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2664	51.94	0.4015	16.78076	48.38
25.2169	107.35	0.2342	3.53176	100.00
33.2488	5.92	0.8029	2.69467	5.52
44.4075	43.47	0.2007	2.04005	40.49
48.0308	33.98	0.4684	1.89428	31.65
53.9172	19.64	0.4015	1.70055	18.30
55.1590	24.87	0.2676	1.66517	23.16

E. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 4:1 Setelah Kalsinasi



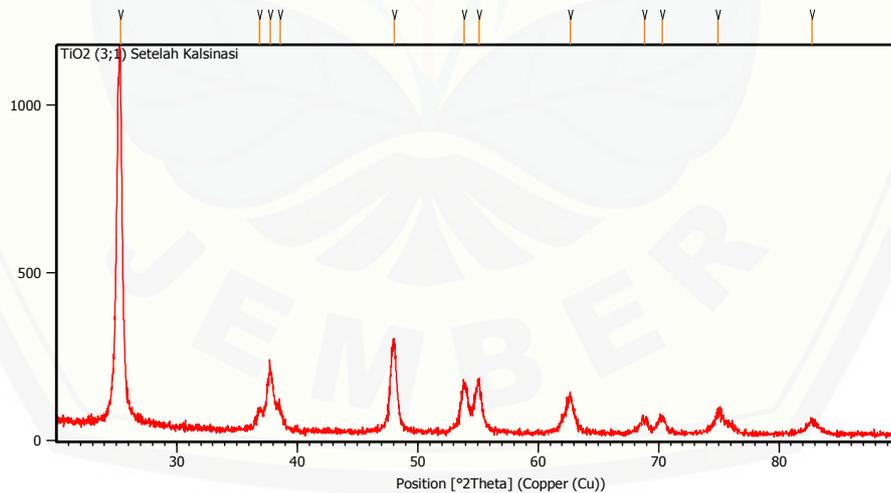
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2730	684.84	0.3680	3.52404	100.00
36.9128	31.09	0.4015	2.43518	4.54
37.7819	113.84	0.2676	2.38114	16.62
38.5538	44.38	0.2676	2.33523	6.48
48.0238	178.00	0.2342	1.89454	25.99
53.9734	83.67	0.2007	1.69891	12.22
54.9827	90.86	0.2007	1.67009	13.27

F. Metode Denatriasi Asam Rasio 2:1 Setelah Kalsinasi



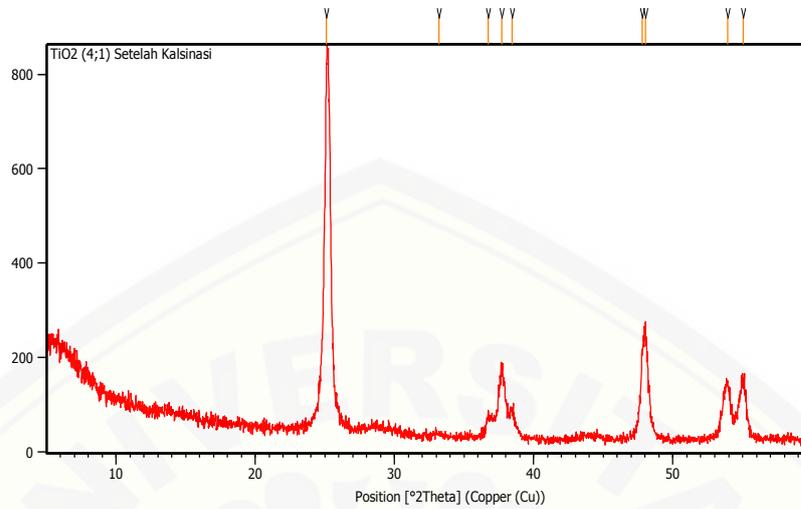
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1747	95.95	0.4015	17.07789	10.75
6.3272	70.49	0.4015	13.96947	7.90
25.1794	892.38	0.1004	3.53694	100.00
36.8310	53.39	0.2676	2.44040	5.98
37.5796	138.58	0.1338	2.39349	15.53
38.5098	54.76	0.2676	2.33779	6.14
43.5513	7.58	0.8029	2.07815	0.85
47.8583	200.71	0.1673	1.90070	22.49
53.7671	114.84	0.4684	1.70494	12.87
55.0397	131.42	0.1004	1.66849	14.73

G. Metode Denatriasi Asam Rasio 3:1 Setelah Kalsinasi



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3334	1059.75	0.0836	3.51578	100.00
36.8512	56.26	0.2676	2.43911	5.31
37.7956	175.46	0.4684	2.38031	16.56
38.6197	56.68	0.2676	2.33139	5.35
48.0456	259.78	0.2342	1.89373	24.51
53.8507	136.62	0.6022	1.70249	12.89
55.1099	148.39	0.2007	1.66653	14.00

H. Metode Denatriasi Asam Rasio 4:1 Setelah Kalsinasi



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0810	698.30	0.1171	3.55058	100.00
33.1947	5.92	0.8029	2.69894	0.85
36.7339	53.27	0.2007	2.44663	7.63
37.7155	144.19	0.1673	2.38518	20.65
38.4568	57.70	0.2007	2.34089	8.26
47.7899	183.26	0.2040	1.90169	26.24
48.0143	219.29	0.2342	1.89489	31.40
53.9289	118.72	0.5353	1.70021	17.00
55.0450	122.86	0.4684	1.66835	17.59

I. Ukuran Kristal Berdasarkan Perhitungan Persamaan Scherrer

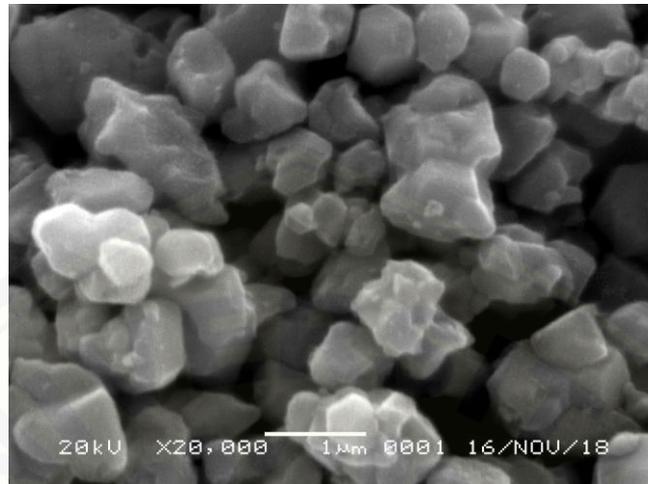
Rasio mol (Na ₂ CO ₃ : TiO ₂ rutil)	Denatriasi Penukar Ion		Denatriasi Asam	
	FWHM	Ukuran kristal (nm)	FWHM	Ukuran kristal (nm)
2:1	0,4015	20,3	0,1004	83,5
3:1	0,2342	34,6	0,0836	101,5
4:1	0,368	22,2	0,1171	70,9

Contoh Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Scherrer

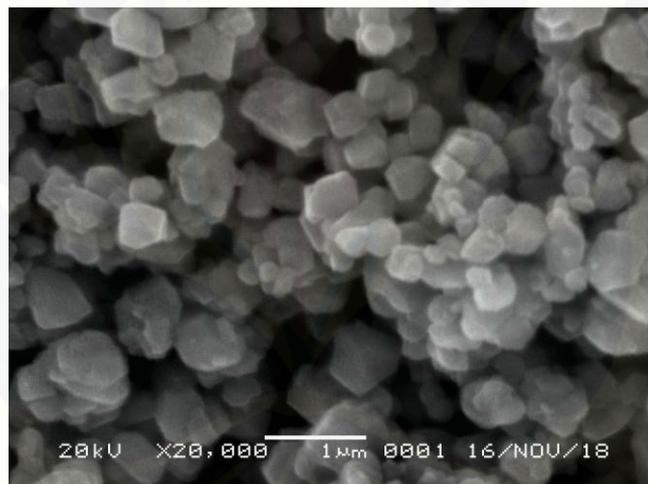
$$\begin{aligned}
 \lambda &= 0,154 \text{ nm} & \theta &= 12,5897 \\
 2\theta &= 25,1794 & \cos \theta &= 0,9759 \\
 B &= \frac{FWHM}{180} \times 3,14 & D &= \frac{K \times \lambda}{B \cos \theta} \\
 &= \frac{0,1004}{180} \times 3,14 & &= \frac{0,9 \times 0,154 \text{ nm}}{0,0017 \times 0,9759} \\
 &= 0,0017 & &= 83,5 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

Lampiran 3.4.7 Mikrograf SEM Serbuk TiO_2

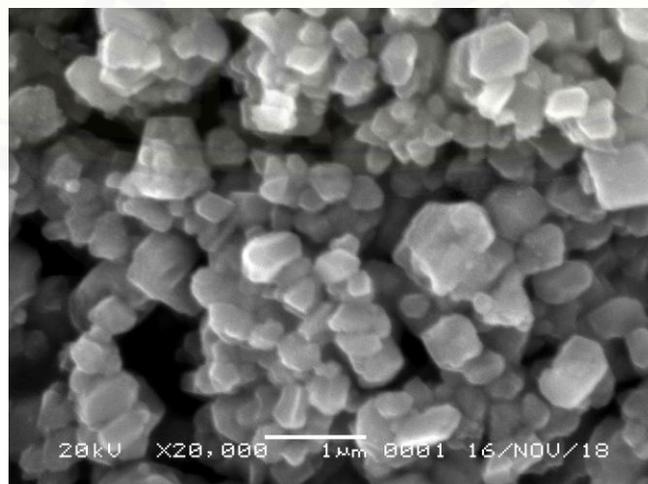
A. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 2:1



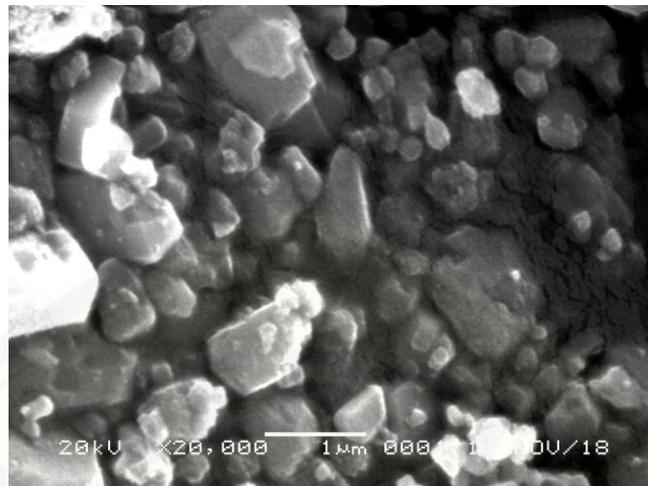
B. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 3:1



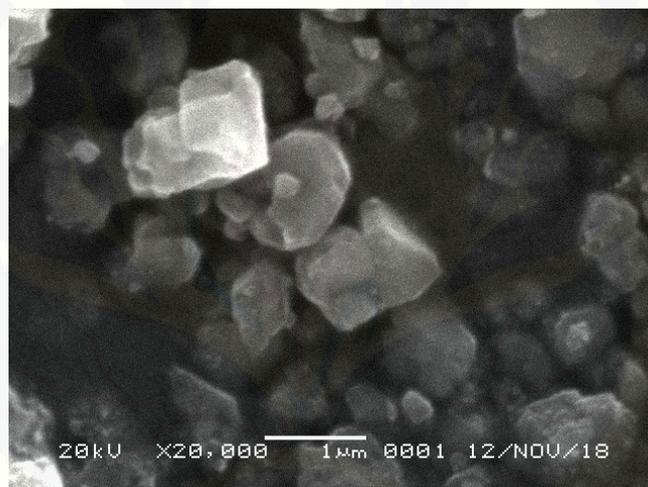
C. Metode Denatriasi Penukar Ion Rasio 4:1



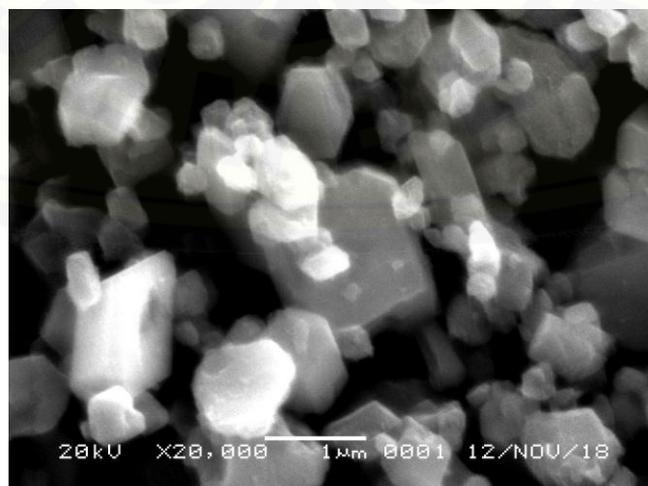
D. Metode Denatriasi Asam Rasio 2:1



E. Metode Denatriasi Asam Rasio 3:1



F. Metode Denatriasi Asam Rasio 4:1



G. Rata-Rata Ukuran Partikel TiO₂ Anatase Menggunakan Aplikasi ImageJ

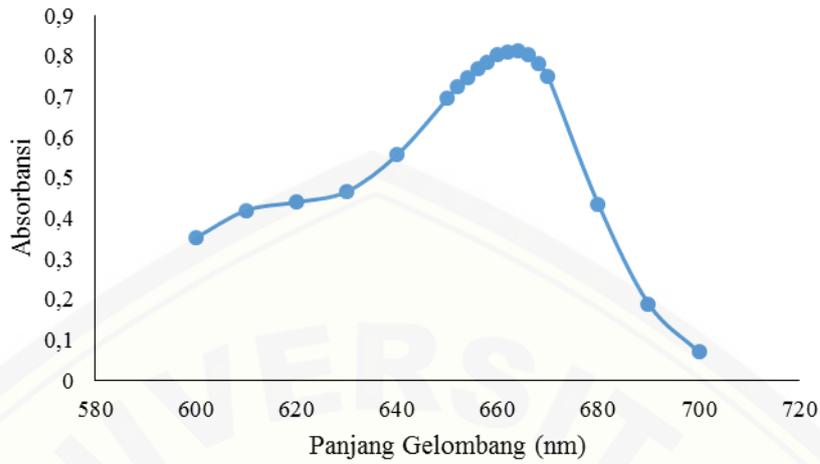
Rasio mol (Na ₂ CO ₃ : TiO ₂ rutil)	Rata-rata ukuran partikel (nm)	
	Denatriasi penukar ion	Denatriasi asam
2:1	398,89	370,31
3:1	273,56	565,27
4:1	266,33	478,00

Lampiran 3.4.8 Aktivitas Fotokatalis TiO₂ anatase

A. Scanning Panjang Gelombang Menggunakan Larutan Metilen Biru 4 ppm

Panjang Gelombang	Absorbansi			Rata- rata	Standart Deviasi
	I	II	III		
600	0,347	0,356	0,354	0,352	0,004
610	0,417	0,423	0,418	0,419	0,003
620	0,437	0,443	0,439	0,439	0,003
630	0,463	0,472	0,462	0,465	0,005
640	0,552	0,56	0,556	0,556	0,004
650	0,693	0,703	0,688	0,694	0,007
652	0,72	0,727	0,724	0,723	0,003
654	0,744	0,748	0,744	0,745	0,002
656	0,766	0,773	0,768	0,769	0,003
658	0,781	0,787	0,788	0,785	0,003
660	0,798	0,807	0,808	0,804	0,005
662	0,806	0,815	0,811	0,810	0,004
664	0,807	0,817	0,813	0,812	0,005
666	0,799	0,81	0,804	0,804	0,005
668	0,776	0,786	0,782	0,781	0,005
670	0,74	0,755	0,754	0,749	0,008
680	0,431	0,441	0,434	0,435	0,005
690	0,207	0,172	0,189	0,189	0,017
700	0,076	0,069	0,066	0,070	0,005

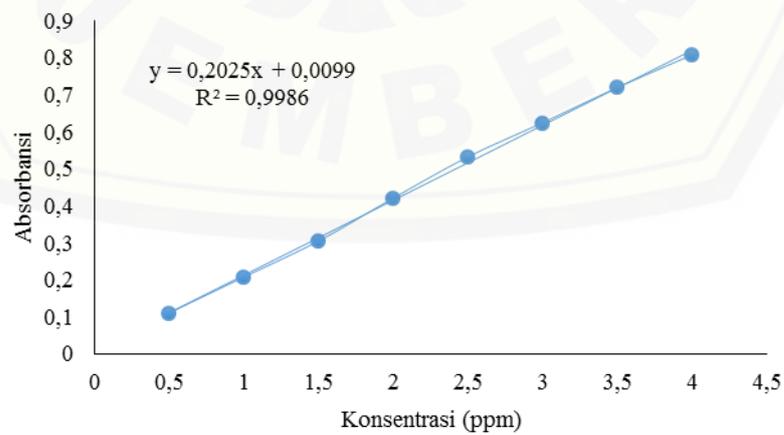
Kurva Scanning Larutan Metilen Biru



B. Kurva Kalibrasi Larutan Metilen Biru

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi			Rata-rata	Standart Deviasi
	I	II	III		
0,5	0,111	0,11	0,11	0,110	0,0005
1	0,204	0,208	0,21	0,207	0,0030
1,5	0,304	0,306	0,303	0,304	0,0015
2	0,417	0,42	0,424	0,420	0,0035
2,5	0,529	0,531	0,535	0,531	0,0030
3	0,608	0,631	0,633	0,624	0,0138
3,5	0,714	0,721	0,722	0,719	0,0043
4	0,8	0,815	0,806	0,807	0,0075

Kurva Kalibrasi Larutan Metilen Biru



C. Fotokatalis Larutan Metilen Biru

Sampel	Abs. Sebelum fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi	Abs. Setelah fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
Tanpa katalis	0,820	0,822	0,821	0,821	0,001	0,770	0,782	0,788	0,780	0,009
TiO ₂ rutil	0,818	0,818	0,822	0,819	0,002	0,365	0,341	0,343	0,349	0,013

Sampel	Konsentrasi awal (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi	Konsentrasi ke-t (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
Tanpa katalis	4,000	4,010	4,005	4,005	0,005	3,75	3,81	3,84	3,80	0,045
TiO ₂ rutil	3,990	3,990	4,010	3,996	0,011	1,753	1,635	1,645	1,677	0,065

• Metode Denatriasi Penukar Ion

Sampel	Abs. Sebelum fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi	Abs. Setelah fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
2:1	0,802	0,804	0,809	0,805	0,003	0,162	0,157	0,128	0,149	0,018
3:1	0,818	0,819	0,820	0,819	0,001	0,292	0,316	0,297	0,301	0,012
4:1	0,820	0,815	0,822	0,819	0,003	0,275	0,257	0,270	0,267	0,009

Sampel	Konsentrasi awal (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi	Konsentrasi ke-t (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
2:1	3,912	3,921	3,946	3,926	0,017	0,751	0,726	0,583	0,686	0,090
3:1	3,990	3,995	4,000	3,995	0,005	1,393	1,512	1,417	1,441	0,062
4:1	4,000	3,976	4,010	3,995	0,017	1,309	1,220	1,284	1,271	0,045

• Metode Denatriasi Asam

Sampel	Abs. Sebelum fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi	Abs. Setelah fotokatalis			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
2:1	0,812	0,806	0,813	0,810	0,003	0,136	0,108	0,110	0,118	0,015
3:1	0,810	0,800	0,814	0,808	0,007	0,065	0,057	0,051	0,058	0,007
4:1	0,807	0,805	0,817	0,809	0,006	0,077	0,051	0,057	0,062	0,013

Sampel	Konsentrasi awal (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi	Konsentrasi ke-t (ppm)			Rata-rata	Standar Deviasi
	I	II	III			I	II	III		
2:1	3,960	3,931	3,965	3,952	0,018	0,623	0,484	0,494	0,533	0,077
3:1	3,951	3,901	3,971	3,941	0,036	0,277	0,232	0,203	0,237	0,037
4:1	3,936	3,926	3,986	3,949	0,032	0,331	0,203	0,232	0,255	0,067

Lampiran 3.4.9 Persentase Degradasi Metilen Biru

pengulangan	Persen Degradasi (%)			Rata-rata	Standart Deviasi
	I	II	III		
Tanpa katalis	6,25	4,98	4,12	5,12	1,071
TiO ₂ rutil	56,065	59,022	58,977	58,021	1,694
D.PI 2:1	80,803	81,484	85,225	82,504	2,380
D.PI 3:1	65,088	62,153	64,575	63,938	1,567
D.PI 4:1	67,275	69,316	67,98	68,190	1,036
D.Asam 2:1	84,267	87,687	87,541	86,498	1,933
D.Asam 3:1	92,989	94,053	94,888	93,977	0,951
D.Asam 4:1	91,59	94,829	94,179	93,533	1,713

- Contoh Perhitungan Konsentrasi Metilen Biru Awal dan Sisa serta Persentase Degradasinya

Perhitungan Konsentrasi Metilen Biru Awal dan Sisa

Perhitungan ini menggunakan persamaan $y = 0,2025x + 0,0099$, dimana $y =$ absorbansi, $x =$ [Metilen Biru] (ppm)

- a. Konsentrasi Awal Metilen Biru

$$y = 0,2025x + 0,0099$$

$$0,814 = 0,2025x + 0,0099$$

$$0,814 - 0,0099 = 0,2025x$$

$$x = 3,971 \text{ ppm}$$

- b. Konsentrasi Sisa Metilen Biru

$$y = 0,2025x + 0,0099$$

$$0,051 = 0,2025x + 0,0099$$

$$0,051 - 0,0099 = 0,2025x$$

$$x = 0,203 \text{ ppm}$$

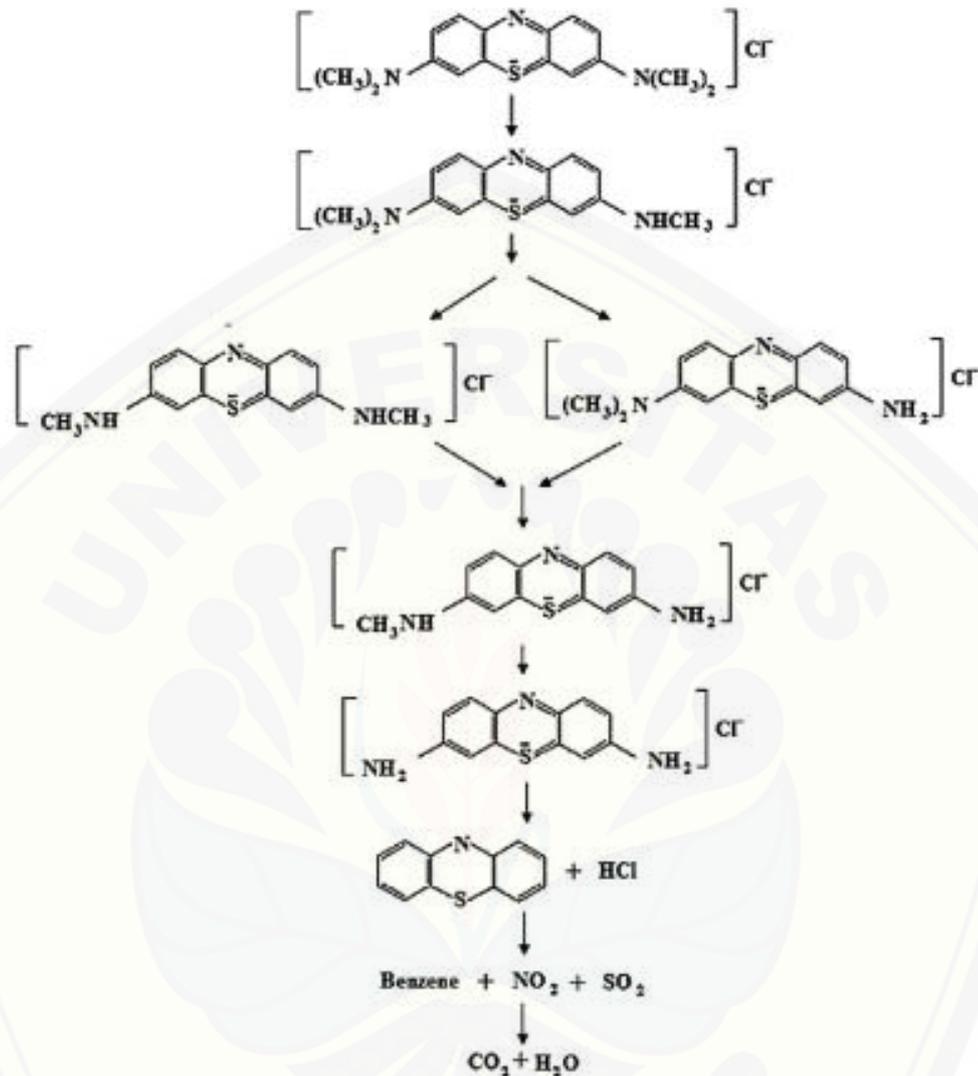
Perhitungan Persentase Degradasi Metilen Biru

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_o - C_T}{C_o} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{3,971 \text{ ppm} - 0,203 \text{ ppm}}{3,971} \times 100\%$$

$$\% \text{ Degradasi} = 94,888 \%$$

- Mekanisme Reaksi Degradasi Metilen Biru



(Dariani *et al.*, 2016).

Lampiran 3.4.10 Pembuatan Larutan

a. Larutan HNO_3 2 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{Mr} \times \frac{\rho}{m}$$

$$M = \frac{65 \text{ g}}{63 \text{ g/mol}} \times \frac{1,42 \text{ g/mL}}{100 \text{ g}}$$

$$M = 14,65 \text{ mol/mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,65 \text{ M}}$$

$$V_1 = 68,25 \text{ mL}$$

b. Larutan HCl 2 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{M_r} \times \frac{\rho}{m}$$

$$M = \frac{37 \text{ g}}{36,50 \text{ g/mol}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{100 \text{ g}}$$

$$M = 12 \text{ mol/mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{2 \text{ M} \times 250 \text{ mL}}{12 \text{ M}}$$

$$V_1 = 41,67 \text{ mL}$$

c. Larutan HCl 1 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\text{massa}}{M_r} \times \frac{\rho}{m}$$

$$M = \frac{37 \text{ g}}{36,50 \text{ g/mol}} \times \frac{1,19 \text{ g/mL}}{100 \text{ g}}$$

$$M = 12 \text{ mol/mL}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12 \text{ M}}$$

$$M_1 = 8,3 \text{ mL}$$

d. Larutan Na_2SO_4 0,25 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$m = M \times V \times M_r$$

$$m = 0,25 \text{ M} \times 0,25 \text{ L} \times 142 \text{ g/mol}$$

$$m = 8,875 \text{ gram}$$

e. Larutan NaOH 0,05 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$m = M \times V \times M_r$$

$$m = 0,05 \text{ M} \times 0,25 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$m = 0,5 \text{ gram}$$

f. Larutan Asam oksalat 0,05 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\left(\frac{m}{M_r}\right)}{V}$$

$$m = M \times V \times M_r$$

$$m = 0,05 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \times 126,07 \text{ g/mol}$$

$$m = 0,63 \text{ gram}$$

g. Larutan metilen biru 50 ppm

$$\text{MB } 50 \text{ ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 250 \text{ mL}$$

$$= \frac{50 \text{ mg}}{4}$$

$$= 12,5 \text{ mg}$$

$$= 0,0125 \text{ g}$$

- h. Larutan metilen biru 0,5 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

- i. Larutan metilen biru 1,0 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{1,0 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

- j. Larutan metilen biru 1,5 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{1,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 0,75 \text{ mL}$$

- k. Larutan metilen biru 2,0 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{2,0 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

- l. Larutan metilen biru 2,5 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{2,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

- m. Larutan metilen biru 3,0 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{3,0 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1,5 \text{ mL}$$

- n. Larutan metilen biru 3,5 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{3,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1,75 \text{ mL}$$

- o. Larutan metilen biru 4,0 ppm dari 50 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{M_2 \times V_2}{M_1}$$

$$V_1 = \frac{4,0 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{50 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$