SINTESIS TiO_2 DARI $TiCl_4$ MENGGUNAKAN EKSTRAK AKAR *MORINDA CITRIFOLIA* SEBAGAI CETAKAN DAN UJI FOTOKATALISISNYA UNTUK MENGURAIKAN METIL ORANGE

SKRIPSI

Disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains

CAHYA MULIA ARNANTO
3325111333
Program Studi Kimia

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA

2015

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

SINTESIS TiO_2 DARI $TiCl_4$ MENGGUNAKAN EKSTRAK AKAR MORINDA CITRIFOLIA SEBAGAI CETAKAN DAN UJI FOTOKATALISISNYA UNTUK MENGURAIKAN METIL ORANGE

Nama : **Cahya Mulia Arnanto**
Noreg : **3325111333**

	Nama	Tanda Tangan	Tanggal
Penanggung Jawab			
Dekan	: Prof. Dr. Suyono, M.Si. NIP. 19671218 199303 1 005	.....	5/8-2015 .....
Wakil Penanggung Jawab			
Pembantu Dekan I	: Dr. Muktiningsih N, M.Si NIP. 19640511 198903 2 001	.....	5/8-2015 .....
Ketua	: Dr. Maria Paristiowati, M.Si. NIP. 19671020 199203 2 001	.....	3/8-2015 .....
Sekretaris	: Setia Budi, M.Sc. NIP. 19790621 200501 1 001	.....	3/8-2015 .....
Anggota			
Penguji	: Dra. Tritiyatma H, M.Si. NIP. 19611225 198701 2 001	.....	3/8-2015 .....
Pembimbing I	: Dr. Afrizal, M.Si. NIP. 19730416 199903 1 002	.....	3/8-2015 .....
Pembimbing II	: Arif Rahman, M.Sc. NIP. 19790216 200501 1 003	.....	3/8-2015 .....

Dinyatakan lulus ujian skripsi pada tanggal 29 Juli 2015

ABSTRAK

Cahya Mulia Arnanto, Sintesis TiO_2 dari $TiCl_4$ Menggunakan Ekstrak Akar *Morinda citrifolia* sebagai Cetakan dan Uji Fotokatalisisnya untuk Menguraikan Metil Orange. Skripsi. Jakarta : Program Studi Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Jakarta. 2015.

Kristal TiO_2 berukuran nanometer telah berhasil disintesis dari prekursor $TiCl_4$ melalui metode hidrolisis dengan variasi konsentrasi ekstrak akar mengkudu, serta telah aktif sebagai fotokatalis untuk menguraikan metil orange pada sinar UV 365 nm. Kajian terhadap karakteristik TiO_2 hasil sintesis berupa kristalinitas, ukuran dan interaksi dengan gugus zat warna dengan menggunakan difraksi sinar-X dan spektrofotometer infra merah (FT-IR). Difraksi sinar-X menunjukan bahwa hasil sintesis berupa TiO_2 dengan fasa Rutile dan Anatase dengan persentase yang berbeda pada variasi pengenceran. Ukuran kristal TiO_2 dengan pengenceran ekstrak akar mengkudu sebesar 10X, 50X, dan 100X memiliki ukuran rata-rata sebesar 14.98 nm untuk fasa Rutil dan 15.79 nm untuk fasa Anatase. Perbedaan persentase fasa dari TiO_2 hasil sintesis mempengaruhi terhadap aktivitas fotokatalisis pada ketiganya dalam menguraikan metil orange. TiO_2 dengan 100x pengenceran ekstrak mengkudu menunjukan aktivitas fotokatalisis yang paling baik, dengan mampu menguraikan metil orange sebesar 79.07%. Laju Reaksi degradasi metil orange berjalan pada orde 1.

Kata kunci : TiO_2, Sol-gel, Hidrolisis, $TiCl_4$, *Morinda citrifolia*, kristal nano, fotokatalisis, metil orange.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas berkat rahmat dan karunia-Nya sehingga kata demi kata bisa terwujud menjadi rangkaian kalimat dan paragraf, hingga akhirnya bisa menjadi Skripsi yang berjudul **"Sintesis TiO_2 dari $TiCl_4$ Menggunakan Ekstrak Akar *Morinda citrifolia* sebagai Cetakan dan Uji Fotokatalisisnya untuk Menguraikan Metil Orange"**

Tiada sesuatu pun yang terwujud tanpa campur tangan pihak lain, penulis mengucapkan terima kasih kepada,

1. Dr. Afrizal, M.Si., dan Arif Rahman, M.Sc., sebagai dosen pembimbing dengan sabar memberikan bimbingan, saran dan nasihat kepada penulis untuk menyelesaikan Skripsi ini.
2. Dr. Yusmaniar, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia.
3. Dr. Zulmanelis, M.Si selaku Dosen Pembimbing Akademik yang membimbing dan memberikan nasihat selama perkuliahan.
4. Seluruh Dosen dan staff administrasi di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam atas segala ilmu dan bantuan yang telah diberikan hingga selesainya skripsi ini.

Dalam penyusunan skripsi ini, penulis menyadari pengetahuan dan pengalaman masih sangat terbatas. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan adanya kritik dan saran dari berbagai pihak agar makalah skripsi ini dapat lebih baik dan bermanfaaat.

Jakarta, Juli 2015

Cahya Mulia Arnanto

DAFTAR ISI

halaman

ABSTRAK i

KATA PENGANTAR ii

DAFTAR ISI iii

DAFTAR TABEL vi

DAFTAR GAMBAR vii

DAFTAR LAMPIRAN viii

BAB I PENDAHULUAN 1

A. Latar belakang 1

B. Identifikasi Masalah 4

C. Pembatasan Masalah 4

D. Perumusan Masalah 5

E. Tujuan Penelitian 5

F. Manfaat Penelitian 5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA 6

A. Titanium Oksida (TiO_2) 6

B. Karakter sebagai semikonduktor 7

C. Fotokatalisis 8

D. Sintesis Hijau (Green Synthesis) 10

E. Tanaman Mengkudu 12

F. Metode sol-gel 14

G. Metil Orange 16

H. Difraksi Sinar-X 18

I. Fourier Transform Infrared (FTIR) 19

J. Scanning Electron Microscope (SEM) 21
K. Spektrofotometer UV-VIS 22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN 24
A. Tujuan Penelitian 24
B. Tempat dan Waktu Penelitian 24
C. Metode Penelitian 24
D. Sampel 25
E. Variabel 25
F. Alat dan Bahan 25
1. Alat 25
2. Bahan 26
G. Desain Penelitian 26
H. Prosedur Penelitian 27
1. Sintesis nano TiO_2 27
2. Karakterisasi nano TiO_2 28
3. Uji Aktivitas Fotokatalisis 29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 31
A. Sintesis TiO_2 31
B. Karakterisasi TiO_2 33
1. Karakterisasi dengan FTIR 33
2. Karakterisasi dengan SEM 34
3. Karakterisasi dengan XRD 35
C. Pengaruh karakteristik TiO_2 hasil sintesis terhadap fotokatalisis 38
BAB V KESIMPULAN 44
A. Kesimpulan 44

B. Saran..... 44
DAFTAR PUSTAKA..... 45
LAMPIRAN..... 49

DAFTAR TABEL

halaman

Tabel 1. Nama dan struktur kimia kromofor 17
Tabel 2. Warna dan Warna komplementer pada panjang gelombang 23
Tabel 3. Variasi pengenceran ekstrak mengkudu 26
Tabel 4. Uji aktivitas fotokatalis TiO_2 terhadap Metil Orange 27
Tabel 5. Persentase fasa sampel..... 37
Tabel 6. Ukuran rata-rata kristal TiO_2 dari berbagai kondisi sintesis..... 37
Tabel 7. Persentase degradasi MO dan Aktivitas Fotokatalisis 42
Tabel 8. Perbandingan nilai R^2 dari tiap orde reaksi 42
Tabel 9. Hasil perhitungan tetapan laju reaksi metil orange 42
Tabel 10. Usulan hukum kelajuan degradasi metil orange oleh TiO_2 hasil sintesis 43

DAFTAR GAMBAR

halaman

Gambar 1. Unit sel dari (a) rutil, (b) anatase dan (c) brukit. (Abu-abu) Oksigen, (Ungu) Titanium (Khataee & Mansoori, 2012)..... 6
Gambar 2. Diagram energi beberapa semikonduktor (Linsebigler, Lu, & Yates, 1996)..... 7
Gambar 3. Mekanisme fotokatalis (Linsebigler, Lu, & Yates, 1996)..... 9
Gambar 4. Tahapan dalam proses sol-gel (Niederberger & Pinna, 2009) 15
Gambar 5. Struktur Metil Orange..... 18
Gambar 6. Difraktogram kristal anatase dan rutile..... 19
Gambar 7. Regangan asimetris dan simetris..... 20
Gambar 8. Lipat ke dalam bidang dan lipat ke luar bidang..... 20
Gambar 9. Grafik FTIR TiO_2 (Triadi, 2014)..... 21
Gambar 10. Foto morfologi TiO_2..... 22
Gambar 11. Spektrum FTIR TiO_2 hasil sintesis dan TiO_2 standar..... 33
Gambar 12. Hasil karakterisasi SEM pada TiO_2 100x..... 34
Gambar 13. Spektrum hasil karakterisasi dengan XRD..... 35
Gambar 14. Hasil *fitting* menggunakan *software match* 2..... 36
Gambar 15. Spektrum absorbansi metil orange konsentrasi 5 ppm..... 38
Gambar 16. Grafik FTIR sebelum dan sesudah reaksi..... 39
Gambar 17. Kurva hasil fotokatalisis TiO_2 terhadap metil orange..... 40

DAFTAR LAMPIRAN

halaman

Lampiran 1. Bagan Kerja 49
Lampiran 2. Reaktor fotokatalis 50
Lampiran 3. Data FTIR 51
Lampiran 4. Data SEM..... 53
Lampiran 5. Data XRD..... 55
Lampiran 6. Data uji aktivitas fotokatalisis 66

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar belakang

Industri tekstil menghasilkan limbah zat warna dalam jumlah yang besar, dan semakin meningkat kuantitasnya seiring meningkatnya kebutuhan pasar akan sandang. Setengah dari total produksi pewarna tekstil sintetik (7.000.0000 ton per tahun) adalah senyawa azo yang mempunyai gugus kromofor (—N=N—) pada struktur molekulnya. Dalam proses pewarnaan sebanyak 15% dari total produksi tersebut dibuang ke lingkungan sebagai limbah (Zhu, et al., 2012). Hal tersebut memiliki dampak negatif terhadap lingkungan sebab limbah yang dihasilkan tidak dapat diurai secara alami oleh mikroorganisme dan membutuhkan waktu yang lama untuk terdegradasi, serta senyawa azo bersifat toksik sehingga dapat merusak ekosistem.

Pengolahan limbah diperlukan untuk mengurangi sifat toksik pada lingkungan. Salah satu cara yang dapat dilakukan adalah digunakannya fotokatalis heterogen dengan menggunakan semikonduktor seperti Titanium Dioksida (TiO_2) karena kemampuannya mendegradasi limbah pewarna tekstil seperti senyawa azo. TiO_2 memiliki kelebihan antara lain senyawa yang tidak beracun, relatif murah, dan stabilitasnya yang tinggi (Zhang, Wang, Yu, & He, 2010). Proses fotokatalitik terjadi ketika semikonduktor TiO_2 dikenai cahaya sebesar atau lebih besar dari celah

energinya, elektron pada pita valensi akan tereksitasi menuju pita konduksi dan menghasilkan lubang positif (h^+) dan elektron (e^-). Lubang positif (h^+) dan elektron (e^-) yang terbentuk akan bereaksi dengan H_2O menghasilkan radikal hidroksil (●OH) yang sangat reaktif. Radikal hidroksil ini yang digunakan untuk mendegradasi senyawa organik dari pewarna sintetik menjadi CO_2, H_2O dan ion anorganik yang tidak berbahaya bagi lingkungan.

Kemudian, partikel nano TiO_2 dapat disintesis dengan berbagai metode seperti metode sol-gel, hidrotermal, *Direct oxidation*, elektrodeposisi dan hidrolisis (Chen & Mao, 2007). Secara umum metode tersebut membutuhkan energi yang tinggi, dan bahan yang digunakan berharga mahal, serta beracun. Untuk itu diperlukan metode baru yang ramah lingkungan untuk menjawab permasalahan lingkungan dan energi yang sudah menjadi isu global dalam beberapa tahun terakhir ini.

Sintesis hijau merupakan salah satu alternatif untuk mengatasi masalah energi dan lingkungan. Sintesis hijau menawarkan berbagai metode untuk mengurangi bahkan meniadakan penggunaan zat yang berbahaya bagi manusia dan lingkungan. Ekstrak tanaman seperti daun, akar, lateks, dan biji dapat digunakan untuk sintesis nanopartikel logam sebagai pereduksi dan penstabil partikel dalam ukuran nanometer. Sintesis hijau nanopartikel memiliki beberapa keuntungan, antara lain proses yang lebih sederhana, ramah lingkungan, lebih murah, dan cenderung menghasilkan material yang lebih stabil (Kharissova, Dias, Kharisov, Perez, & Perez, 2013). Sintesis hijau dengan menggunakan ekstrak tanaman

dapat dilakukan menggunakan berbagai rute misalnya rute sol-gel dengan metode hidrolisis (K. Das & Marsili, 2011). Metode hidrolisis merupakan metode yang relatif sederhana dan murah jika dibandingkan dengan metode lainnya, karena hanya menggunakan spesies prekursor sebagai bahan dasar dan mengandalkan hidrolisis oleh air untuk mengarahkan prekursor menjadi produk yang dituju. Dalam metode ini penjagaan sistem reaksi perlu dikontrol secara seksama pada kondisi optimumnya seperti pH, konsentrasi, dan suhu. Sintesis serbuk TiO_2 menggunakan prekursor $TiCl_4$ dengan metode hidrolisis telah dilaporkan Sun dan Gao, (2002) yang menghasilkan bentuk morfologi TiO_2 yang seragam dengan fasa anatase namun masih berukuran beberapa mikrometer. Kemudian Sintesis hijau nano TiO_2 dari hidrolisis $TiCl_4$ dengan bantuan ekstrak kayu akar *Morinda citrifolia* telah dilaporkan oleh Taufik menghasilkan kristal nano TiO_2 yang berukuran 15,07 – 125,95 nm. Akan tetapi belum dilakukan pengujian terhadap aktivitas fotokatalitiknya (Triadi, 2014). Informasi ini menarik untuk dikaji, mengingat metode hidrolisis yang mudah dan murah, serta dibantu oleh ekstrak mengkudu sebagai cetakan dalam ukuran nanometer. Hidrolisis $TiCl_4$ secara langsung menghasilkan fasa anatase yang tunggal pada temperatur rendah. Titanium Dioksida fase anatase merupakan oksida yang paling banyak diterapkan sebagai material fotokatalis.

Berdasarkan penjelasan yang telah disebutkan sebelumnya, sintesis TiO_2 dari hidrolisis $TiCl_4$ dengan bantuan ekstrak kayu akar *Morinda citrifolia* (Mengkudu) adalah ide yang ditawarkan dalam penelitian ini. Parameter

yang akan menjadi pertimbangan dalam proses sintesis adalah konsentrasi ekstrak mengkudu yang digunakan. Selanjutnya, TiO_2 yang dihasilkan akan diuji aktivitas fotokatalitiknya pada degradasi pewarna azo. *Methyl Orange* (MO) dipilih sebagai model pewarna tekstil senyawa pewarna azo. *Methyl orange* termasuk ke dalam senyawa azo karena memiliki gugus kromofor (—N=N—) pada struktur molekulnya. Parameter ini diharapkan dapat memberi informasi mengenai pengaruhnya terhadap ukuran kristal, morfologi, kristalinitas, dan aktivitas fotokatalitik terhadap degradasi *Methyl orange* sinar UV.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas. Dapat diidentifikasikan permasalahan sebagai berikut:

a. Bagaimana karakteristik TiO_2 hasil hidrolisis prekursor $TiCl_4$ yang diarahkan oleh ekstrak kayu akar mengkudu?
b. Bagaimana kemampuan aktivitas fotokatalis TiO_2 terhadap degradasi Metil Orange?

C. Pembatasan Masalah

Berdasarkan identifikasi masalah yang telah disebutkan diatas, masalah pada penelitian ini dibatasi pada proses sintesis, karakterisasi TiO_2 dan uji kemampuan aktivitas fotokatalitiknya untuk mendegradasi metil orange pada sinar UV.

D. Perumusan Masalah

Berdasarkan pembatasan masalah yang telah dikemukakan, perumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

Bagaimana karakteristik bubuk TiO_2 dan kemampuan aktivitas fotokatalitiknya untuk mendegradasi Metil Orange?

E. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mensistesis TiO_2 dari prekursor $TiCl_4$ melalui metode hidrolisis dengan ekstrak kulit kayu akar mengkudu sebagai cetakan partikelnya.
2. Menguji kemampuan aktivitas fotokatalitik TiO_2 pada degradasi Metil orange.

F. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi mengenai sintesis dan karakterisasi bubuk TiO_2 dari prekursor $TiCl_4$ dengan bantuan ekstrak kulit akar mengkudu sebagai cetakan partikelnya. Serta uji kemampuan aktivitas fotokatalitik pada degradasi Metil orange. Hal tersebut dapat dimanfaatkan sebagai solusi terhadap polutan pewarna azo dengan metode yang ekonomis dan ramah lingkungan.

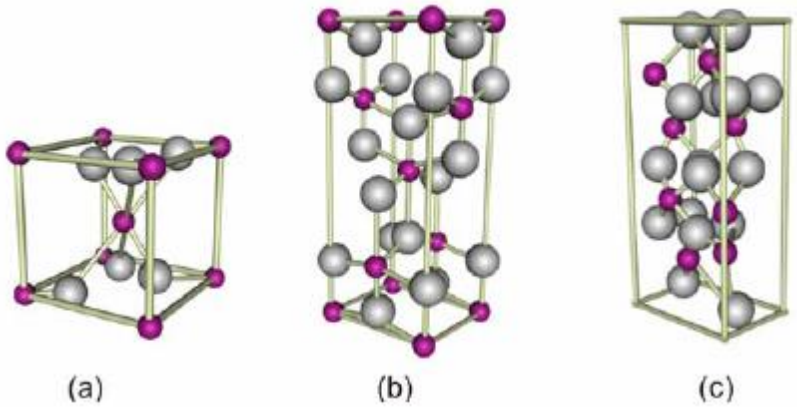
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Titanium Oksida (TiO_2)

Titanium dioksida, yang juga dikenal dengan *titanium (IV) oxide* memiliki massa molekul 79,78 g/mol dan memiliki rumus molekul TiO_2. Titanium dioksida biasa digunakan sebagai pigmen putih (*Titanium White* atau *Pigment White*) (Khataee & Mansoori, 2012).

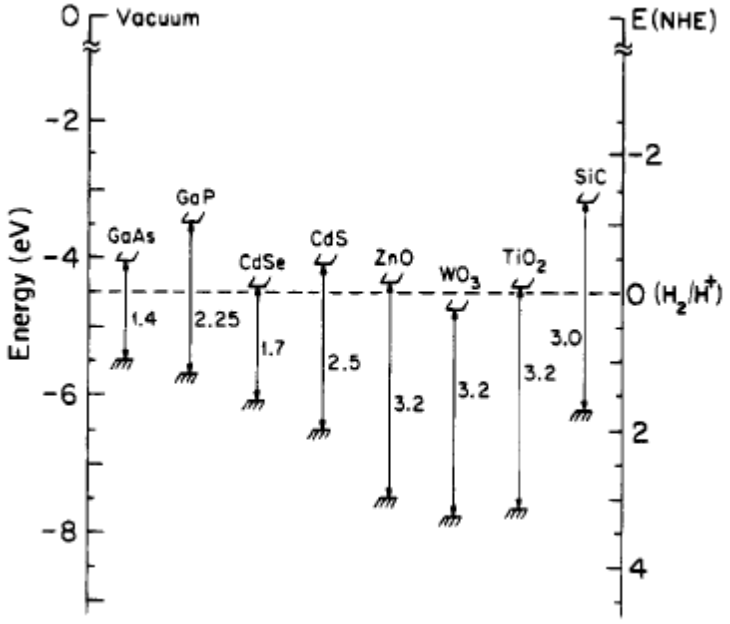
Kristal titanium dioksida terdiri dari 3 tipe, yaitu rutile, anatase dan brukit. Unit sel ditunjukan pada gambar 1. Dari strukturnya, atom titanium dikelilingi oleh 6 atom oksigen dalam distorsi konfigurasi oktahedral. Struktur dasar dari 3 jenis TiO_2 terbentuk dari unit TiO_6 oktahedron dan memiliki susunan yang berbeda.



Gambar 1. Unit sel dari (a) rutil, (b) anatase dan (c) brukit. (Abu-abu) Oksigen, (Ungu) Titanium (Khataee & Mansoori, 2012).

B. Karakter sebagai semikonduktor

Semikonduktor adalah penghantar elektrik tanggung dalam tahanan jenis antara 10^{-2} dan 10^{9} ohm.cm (antara logam dan isolator). Semikonduktor berbeda dengan logam karena elektron bebas semikonduktor sangat sedikit jumlahnya dikarenakan pita-pita energi sama sekali penuh atau sama sekali kosong, kecuali beberapa elektron dan lubang (*hole*) terjadi karena eksitasi termal (semikonduktor instrinsik) atau dengan karena adanya ketidakmurnian (semikonduktor ekstrinsik). Semikonduktor memiliki *band gap* yang dapat dilompati elektron untuk mengalirkan listrik sesuai dengan besar *band gap* tersebut. Banyak oksida logam yang memiliki sifat semikonduktor seperti TiO_2. Diagram band energi dari beberapa semikonduktor ditunjukan pada gambar 2.



Gambar 2. Diagram energi beberapa semikonduktor (Linsebigler, Lu, & Yates, 1996)

Semikonduktor juga memiliki ciri khas dibandingkan konduktor dan superkonduktor karena pada peningkatan suhu maka ada kecenderungan meningkatkan kemampuan kekonduktasiannya atau kemudahannya untuk menghantarkan elektron.

Pada nanopartikel TiO_2 yang merupakan semikondiktor tipe-n memiliki ciri unjuk kerja semikonduktor yang lebih baik dibandingkan ruahan (bulk) TiO_2. Peningkatan ini karena energi *band gap* yang bertambah besar disebabkan oleh penurunan ukuran partikel yang disebut *Quantum Size Effect* (QSE). Quantum Size Effect pada semikonduktor terjadi pada ukuran 10 – 100 nm (Linsebigler, Lu, & Yates, 1996).

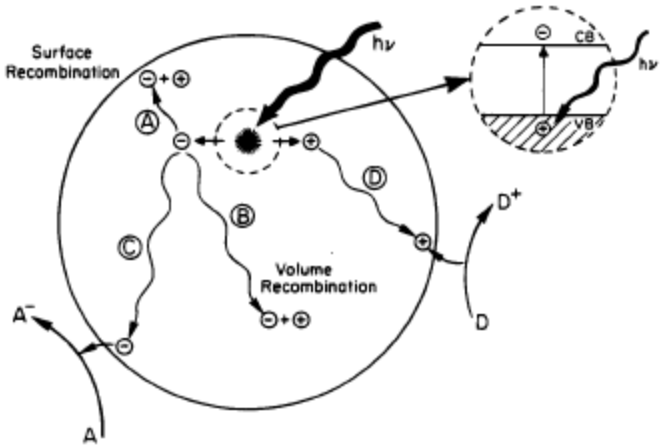
Efek QSE (*Quantum Size Effect*) menyebabkan terjadinya peningkatan energi band gap yang dapat diamati dari beberapa macam karakterisasi. Peningkatan ini dapat terlihat salah satunya dengan DR-UV (*Diffuse Reflectance-Ultra Violet*) dimana terjadi pergeseran panjang gelombang ke panjang gelombang yang lebih rendah (*Blue Shift*). Hal ini membuat partikel tersebut memiliki celah energi lebih besar dan juga luas permukaan yang lebih besar karena pengecilan ukuran partikel.

C. Fotokatalisis

Proses fotokatalisis heterogen secara umum dapat didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh energi cahaya dan katalis padat. Satu atau lebih langkah dalam reaksi ini melibatkan pasangan *electron-hole* pada permukaan bahan semikonduktor. Definisi umum

tersebut mempunyai implikasi bahwa beberapa langkah proses fotokatalisis merupakan reaksi redoks yang melibatkan pasangan elektron dan h^+.

Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya (*hv*) dengan energi yang sebesar atau lebih besar dari celah energinya (*band gap*), maka elektron pada pita valensi (VB) akan tereksitasi menuju pita konduksi (CB). Kepindahan ini akan menghasilkan lubang positif (hole). Hal ini merupakan awal dari proses fotokatalisis. Secara umum, fenomena fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dijelaskan secara sederhana pada gambar 3.



Gambar 3. Mekanisme fotokatalis (Linsebigler, Lu, & Yates, 1996)

TiO_2 memiliki band gap yang cukup besar yaitu 3,2 eV, sehingga cahaya yang digunakan berada dalam daerah panjang gelombang ultraviolet (200-400 nm). Penyinaran TiO_2 dalam air dengan cahaya pada panjang gelombang 385 nm akan menghasilkan elektron (e^-) pada pita konduksi dan *hole* positif pada pita valensi (h^+). Pasangan e^- dan h^+ yang

terbentuk akan digunakan dalam reaksi reduksi oksidasi. Sebagian pasangan e^- dan h^+ yang bertahan sampai pada permukaan semikonduktor (jalur C dan D), dimana h^+ pada pita valensi dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan di lain pihak e^- pada pita konduksi akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada disekitar permukaan semikonduktor. Sementara itu, sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berkombinasi kembali, yaitu tidak saling berinteraksinya e^- dan h^+ yang terbentuk dengan spesi lain melainkan yang terjadi adalah keduanya saling bergabung kembali baik di permukaan (jalur A) atau di dalam bulk partikel (jalur B).

Persamaan reaksi pada proses fotokatalisis dapat dituliskan sebagai berikut:

$TiO_2 + hv \longrightarrow h^+ + e^-$

$e^- + O_2 \longrightarrow O_2^{\bullet -}$

$O_2^{\bullet -} + H^+ \longrightarrow HO_2^{\bullet}$

$2HO_2^{\bullet} \longrightarrow O_2 + H_2O_2$

$e^- + H_2O_2 \longrightarrow OH^{\bullet} + OH^-$

$h^+ + H_2O \longrightarrow OH^{\bullet} + H^+$

$OH^{\bullet} + MO \longrightarrow MO^*$

MO^* (Intermediet) $\longrightarrow CO_2 + H_2O$ + Inorganic Ions

Sumber : (Khanna & Shetty, 2014)

D. Sintesis Hijau (Green Synthesis)

Sintesis hijau merupakan salah satu bidang pada penerapan kimia hijau (*Green Chemistry*). Sintesis hijau merupakan upaya pengurangan atau peniadaan penggunaan zat berbahaya dalam proses kimia atau

pembentukan senyawa yang berbahaya atau beracun dalam produk maupun hasil samping. Hal ini juga termasuk pada penggunaan bahan baku, pereaksi, pelarut, produk dan hasil samping. Ini juga termasuk pada penggunaan bahan mentah dan sumber energi yang digunakan dalam proses (Anastas & Williamson, 1996).

Sejumlah metode telah ditemukan pada beberapa dekade terakhir yang dipicu oleh konsep sintesis hijau. Salah satu metode yang berkembang adalah sintesis nanopartikel logam. Berbagai macam sifat kimia, fisika dan biologis dihasilkan dari metode sintesis nanopartikel yang digunakan, beberapa metode dapat menghasilkan sifat yang baru dan beberapa lainnya sudah cukup umum. Umumnya, ukuran, bentuk dan modifikasi permukaan dari nanopartikel logam merupakan faktor penting yang dapat mempengaruhi sifat kimia atau fisika.

Nanokomposit Au/TiO_2 berhasil dibuat dengan metode *green synthesis* menggunakan ekstrak aqueous dari daun *Cinnamomum tamala*. Kemudian nanokomposit yang dibuat diuji aktivitas fotokatalisnya pada MO. Dengan penambahan konsentrasi ekstrak *C. tamala* menunjukan peningkatan aktivitas katalitik dari Au/TiO2. Hal ini disebabkan dengan penambahan konsentrasi, jumlah *phytoconstituents* dari *C. tamala* bertambah, ini berguna sebagai agen pereduksi dan cetakan pada sintesis emas nanopartikel. Semakin tinggi konsentrasi ekstrak, semakin kuat interaksi antara biomolekul dan nanopartikel. Emas nanopartikel diselimuti

dengan bikonstituen *C. tamala* untuk mencegah terjadinya aglomerasi antar emas nanopartikel (Naik, Parida, & Mishra, 2013).

Metode *green synthesis* juga banyak digunakan dalam sintesis nanopartikel, seperti pembentukan nanopartikel Ag menggunakan ekstrak daun zaitun untuk aktivitas antibakteri (Khalil, Ismail, El-Baghdady, & Mohamed, 2013), sintesis nanopartikel Ag menggunakan ekstrak daun *Bryophyllum* (Jha, Prasad, & Kulkarni, 2009), sintesis nanopartikel Au menggunakan ekstrak *Zingiber officinale* (Kumar, Paul, & Sharma, 2011). Secara umum ekstrak tanaman yang digunakan berfungsi sebagai pereduksi dan cetakan nanopartikel dalam proses sintesis.

E. Tanaman Mengkudu

Mengkudu (*Morinda Citrifolia*) termasuk jenis kopi-kopian. Mengkudu dapat tumbuh di dataran rendah sampai pada ketinggian tanah 1500 meter di atas permukaan laut. Mengkudu merupakan tumbuhan asli dari Indonesia. Tumbuhan ini mempunyai kayu tidak terlalu besar dengan tinggi pohon 3-8 m. Daunnya ter susun berhadapan, panjang daun 20-40 cm dan lebar 7-15 cm. Bunganya berbentuk bunga bongkol yang kecil-kecil dan berwarna putih. Buahnya berwarna hijau mengkilap dan berwujud buah buni berbentuk lonjong dengan variasi trotol-trotol. Bijinya banyak dan kecil-kecil terdapat dalam daging buah. Pada umumnya tumbuhan mengkudu berkembang biak secara liar di hutan-hutan atau dipelihara orang dipinggiran kebun rumah.

Sejak kulit akarnya yang digunakan sebagai pewarna untuk menyamak kain, daun muda atau pucuk kayu untuk sayuran dan obat, dan buah tuanya yang sudah masak sebagai bahan baku pembuatan jus atau sari buah, dengan manfaat obat yang sangat luas dan mujarab. Serangkaian penelitian yang dilakukan oleh banyak laboratorium dan lembaga perguruan tinggi. Kandungan senyawa aktif pada akar terdapat antara senyawa polar hingga non-polar, berbeda dengan daun dan buahnya yang hanya memiliki senyawa non-polar (Zin et al., 2001). Senyawa metabolit sekunder yang terkandung pada akar mengkudu antara lain fenolik, flavonoid dan steroid (Firstandika, 2013).

Ekstrak mengkudu juga dapat digunakan dalam green sintesis nanopartikel, seperti penggunaan ekstrak daun mengkudu dalam sintesis nanopartikel Ag. Ekstrak daun mengkudu yang mengandung senyawa fenolik seperti flavonoid, triterphenoid dapat berperan dalam pereduksi dan agen penstabil partikel Ag dalam skala nano, yakni antara 10 – 60 nm (Sathishkumar, et al., 2012). Ekstrak buah mengkudu juga digunakan dalam sintesis nanopartikel Ag yang kemudian diuji aktivitas anti bakterinya menunjukan hasil yang memuaskan (Alwala, et al., 2014). Selain anti bakteri, degradasi fotokatalisis *methylene blue* menggunakan nanopartikel Ag yang disintesis dengan ekstrak mengkudu telah berhasil dilakukan pada cahaya matahari. Degrasi dilakukan selama 1-72 jam penyinaran. Dan absorbansi maksimum dari *methylen blue* pada panjang gelombang 600 nm dan degradasi maksimum sebesar 95% (Husein & Siddiqi, 2014).

Adapun taxonomi dari tanaman mengkudu adalah sebagai berikut.

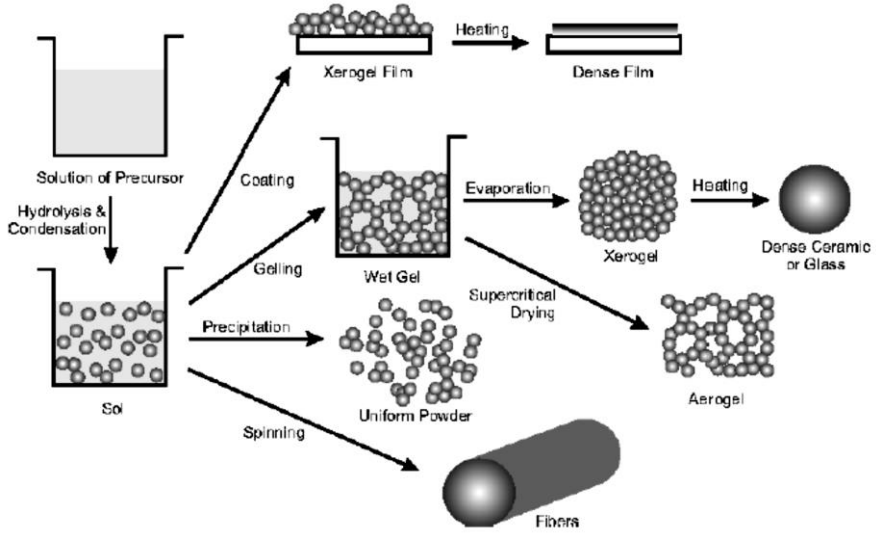
Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Tracheobionta
Superdivision	: Spermatophyta
Division	: Magnoliophyta
Class	: Magnoliosida
Subclass	: Asteridae
Orde	: Rubiales
Family	: Rubiaceae
Genus	: Morinda L.
Species	: Morinda citrifolia L.

F. Metode sol-gel

Sol-gel merupakan salah satu metode yang sukses dalam mempreparasi material oksida logam berukuran nano. Metode sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa larutan menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan terdispersi dalam larutan)dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol).

Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan antara lain tingkat stabilitas termal yang baik, stabilitas mekanik yang tinggi, daya tahan pelarut yang baik, modifikasi permukaan dapat dilakukan dengan berbagai kemungkinan. Prekursor yang digunakan umumnya ialah garam logam anorganik atau senyawa logam organik yang dikelilingi oleh ligan yang

reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_n$), dimana R menunjukkan grup alkil (C_nH_{2n+1}). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air. Metode sintesis menggunakan sol-gel untuk material berbasis oksida berbeda-beda bergantung prekursor dan bentuk produk akhir, baik itu powder, film, aerogel, atau serat.

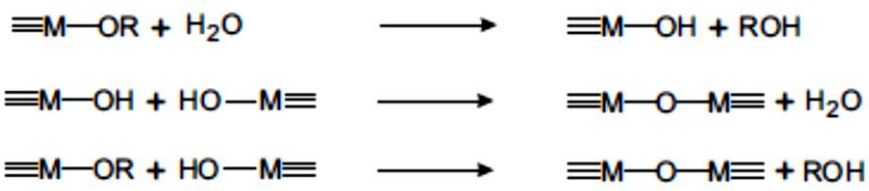


Gambar 4. Tahapan dalam proses sol-gel (Niederberger & Pinna, 2009)

Metode sol-gel meliputi hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*) dan pengeringan. Selama hidrolisis, gugus alkoksida (-OR) diganti melalui serangan nukleofilik oleh atom oksigen dari molekul air / gugus hidroksil (-OH) membentuk logam hidroksida dan pelepasan alkohol. Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jeins katalis asam atau katalis

basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi.

Tahapan berikutnya adalah kondensasi. Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan spesies dengan ikatan M-O-M. Reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air (oxolation) atau alkohol (alkoxolation) (Niederberger & Pinna, 2009).



Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan nama proses *aging.* Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan. Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

G. Metil Orange

Metil Orange (MO) merupakan molekul zat warna dengan rumus molekul $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$ dengan nama IUPAC Sodium 4-[(4-dimethylamino) phenyldiazenyl] benzenesulfonate. MO mempunyai berat

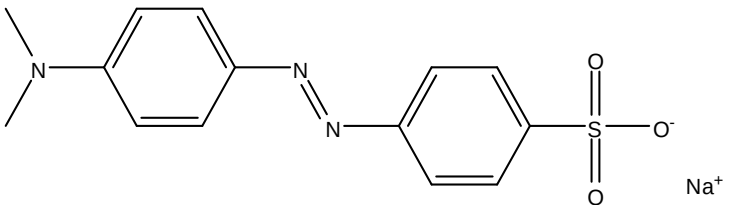
molekul 327,33 g/mol. Panjang gelombang maksimum larutan Metil Orange adalah sekitar 465 nm.

Molekul zat warna terdiri dari dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor dan auksokrom. Gugus kromofor merupakan gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Pada Tabel 1 dapat dilihat beberapa nama gugus kromofor dan struktur kimia kromofor. Sedangkan, auksokrom berperan sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus auksokrom mengandung pasangan elektron bebas yang disebabkan oleh terjadinya mesomeri kromofor. Gugus auksokrom ini adalah substituen, seperti –OH, $-NH_2$, -NHR dan $–NR_2$.

Tabel 1. Nama dan struktur kimia kromofor

Nama Gugus	**Struktur Kimia**
Nitroso	NO atau (-N-OH)
Nitro	NO2 atau (NN-OOH)
Grup Azo	-N=N-
Grup Etilen	-C=C-
Grup Karbonil	-C=O-
Grup Karbon-Nitrogen	-C=NH; CH=N-
Grup Karbon Sulfur	-C=S; -C-S-S-C-

Metil Orange termasuk jenis zat warna azo. Zat warna azo mempunyai sistem kromofor dari gugus azo (-N=N) yang berikatan dengan gugus aromatik. Berikut struktur zat warna Metil Orange*:*



Gambar 5. Struktur Metil Orange

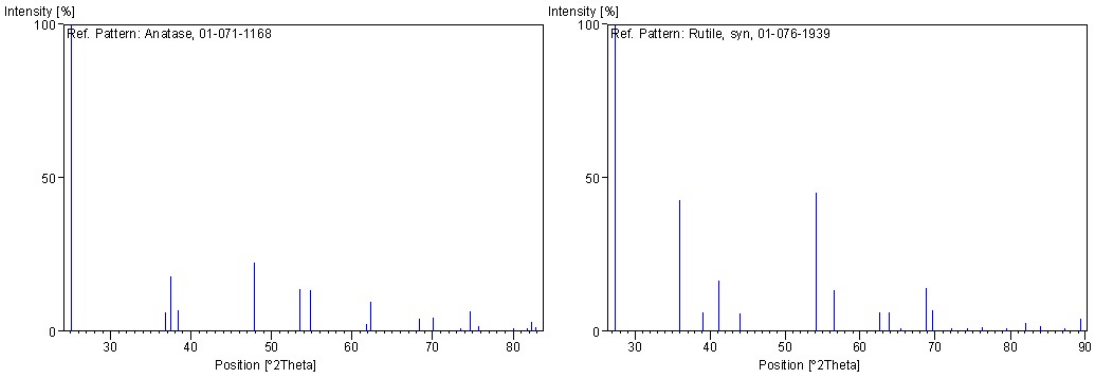
Kegunaan zat warna *Metil Orange* digunakan sebagai pewarna tekstil, dalam industri gelas, dan cat. Sedangkan di laboratorium digunakan sebagai indikator titrasi dengan trayek pH Metil Orange berkisar 3,1 hingga 4,4 (Shevla, 1985).

H. Difraksi Sinar-X

Difraksi sinar-X secara umum digunakan untuk penentuan struktur kristal, identifikasi fasa, analisa fasa secara kuantitatif, analisa tekstur dan tegangan. Prinsip kerja dari XRD adalah difraksi sinar X oleh adanya hubungan fasa tertentu antara dua gelombang atau lebih. Ketika sinar X jatuh pada kristal, terjadi hamburan ke segala arah. Menurut Bragg, didalam kristal terdapat atom-atom yang dapat membentuk susunan bidang datar. Masing-masing bidang datar memiliki jarak karakteristik antara bidang-bidang komponennya yang disebut bidang Bragg. Setiap senyawa memiliki harga d dan intensitas yang berbeda dan spesifik. Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD adalah harga intensitas dan panjang celah pada sudut 2θ. Menurut Hukum Bragg,

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Menurut Lee (1991), umumnya terdapat 2 orientasi kristal untuk titanium dioksida (TiO_2). Kristal anatase memiliki *base peak* pada 2θ=25,209 dan pada kristal rutil memiliki *base peak* pada 2θ=27,380. Difraktogram untuk anatase dan rutil ditampilkan pada gambar 6.



Gambar 6. Difraktogram kristal anatase dan rutile

Ukuran kristal dapat ditentukan dari persamaan Scherrer,

$$D = \frac{k\,\lambda}{\beta \cos\theta}$$

D = ukuran kristal
λ = panjang gelombang
β = pelebaran garis saat intensitas setengah maksimum (FWHM dalam radian)
θ = sudut puncak (°)

I. Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi infra merah merupakan teknik spektroskopi yang biasa digunakan oleh ahli kimia organik dan anorganik. Tujuan utama dari analisis spektroskopi IR untuk menentukan gugus fungsional pada sampel. Gugus fungsional berbeda akan menyerap radiasi IR pada frekuensi tertentu.

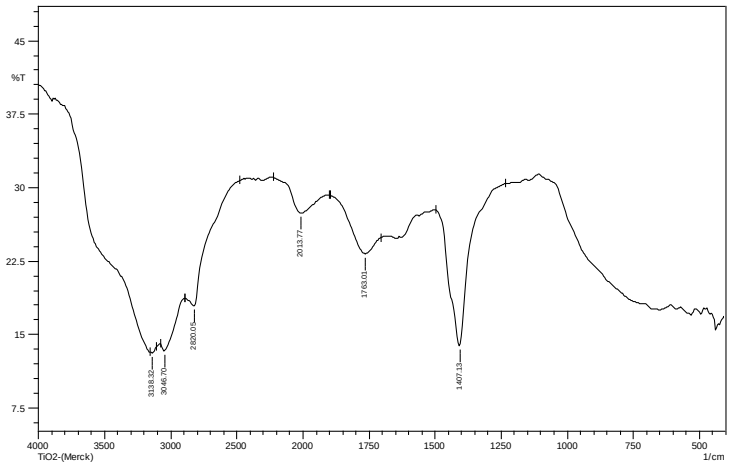
Spektrometer IR dapat digunakan untuk berbagai jenis sampel seperti gas, cairan dan padatan. Spektrometer IR merupakan alat yang penting dan popular untuk menjelaskan struktur dan identifikasi senyawa kimia (Settle, 1997).

Pada suhu diatas nol mutlak, seluruh atom pada senyawa bervibrasi secara terus-menerus dengan saling menyesuaikan satu sama lain. Setiap atom memiliki derajat kebebasan getar, orientasi getaran sesuai dengan koordinat pada diagram kartesius (x,y,z). Jenis utama dari vibrasi molekul adalah regangan dan lipatan, berbagai jenis vibrasi ditunjukkan pada Gambar 7 dan 8. Radiasi infra merah dan energinya diserap serta diubah menjadi sebuah pergerakan. Penyerapan melibatkan spektrum diskrit dan tingkat energi terkuantisasi. Bagaimanapun juga vibrasi atomik biasanya diikuti dengan gerakan berotasi. Hal ini menyebabkan terbentuk pita serap, seringkali terdapat pada bagian tengah spektrum IR (Settle, 1997).

Gambar 7. Regangan asimetris dan simetris

Gambar 8. Lipat ke dalam bidang dan lipat ke luar bidang

Menurut Richard A (1971), oksida logam memiliki rentang adsorbsi pada panjang gelombang 500-1000 cm^{-1}. Pada panjang gelombang tersebut sebagian besar oksida logam memberikan pola adsorbsi yang khas termasuk titanium dioksida (TiO_2) yang memberikan puncak adsorbsi pada panjang gelombang 650 cm^{-1}. Grafik FT-IR untuk titanium dioksida ditampilkan pada gambar 9.

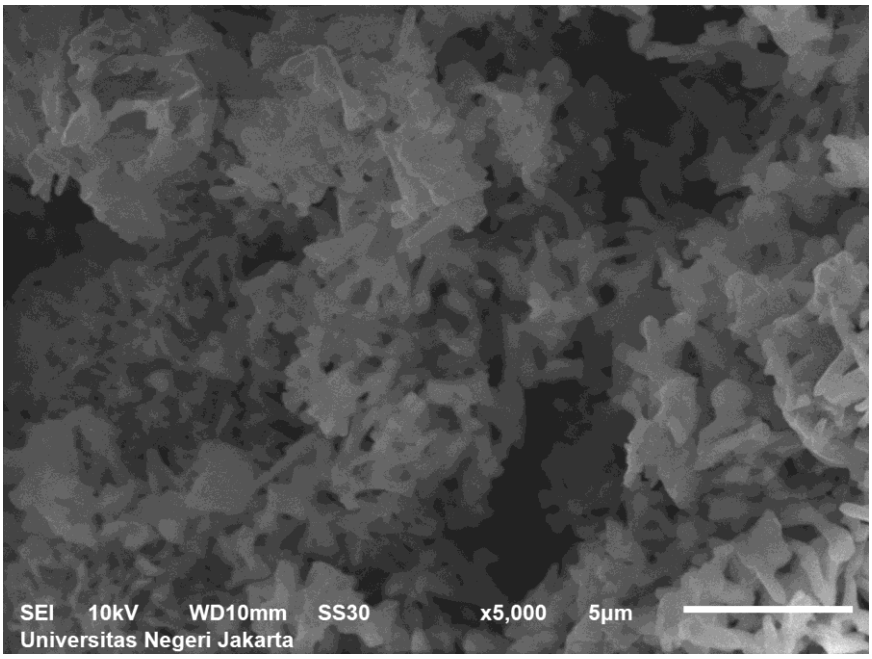


Gambar 9. Grafik FTIR TiO_2 (Triadi, 2014)

J. Scanning Electron Microscope (SEM)

Penggunaan *Scanning Electron Microscope* lebih ditekankan pada penggunaan elektron dibandingkan cahaya dalam membentuk gambar. Instrumen SEM terdiri dari kolom elektron, ruang sampel, detektor EDS, tuts elektronik dan monitor tampilan visual. SEM menggunakan pancaran elektron dengan energi tinggi yang terfokuskan untuk membangkitkan beragam sinyal dari permukaan sampel solid. Sinyal diperoleh dari interaksi antara elektron dan sampel yang memunculkan informasi tentang sampel

meliputi morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, struktur kristalin dan juga orientasi sampel.



Gambar 10. Foto morfologi TiO_2

K. Spektrofotometer UV-VIS

Spektrometer ultraviolet-visibel (UV-Vis) digunakan untuk analisis kimia secara kuantitatif maupun kualitatif spesies kimia. Prinsip kerja spektrofotometer UV-Vis didasarkan pada penyerapan sinar oleh spesi kimia tertentu di daerah ultraviolet dan sinar tampak (visible). Daerah ultraviolet berada di sekitar 100 nm-400 nm, sedangkan spektrum tampak berada pada daerah sekitar 400 nm (ungu) sampai 750 nm (merah) (Fessenden & Fessenden, 1986).

Serapan cahaya oleh molekul dalam daerah spektrum UV-Vis tergantung pada struktur elektronik dari suatu molekul. Spektra UV-Vis dari

senyawa-senyawa organik berkaitan erat dengan transisi diantara tenaga elektronik. Transisi tersebut biasanya terjadi antara orbital ikatan atau orbital pasangan bebas dan orbital non ikatan tak jenuh atau orbital anti ikatan. Panjang gelombang serapan merupakan ukuran dari pemisahan tingkatan-tingkatan energi dari orbital-orbital yang bersangkutan. Serapan suatu senyawa pada suatu panjang gelombang tertentu bertambah dengan banyaknya molekul yang mengalami transisi. Oleh karena itu, serapan atau absorbansi bergantung pada struktur elektronik senyawanya dan juga pada kepekatan sampel dan panjang sel sampel (Fessenden & Fessenden, 1986).

Serapan dinyatakan dengan nilai intensitas absorbsi pada panjang gelombang maksimal. Absortivitas molar diperoleh dari turunan hukum Lambert-Beer dengan persamaaan sebagai berikut :

$$A = e .b. c$$

dengan A adalah intensitas absorbsi; e adalah koefisien molar; b adalah panjang kuvet; c adalah konsentrasi larutan.

Tabel 2. Warna dan Warna komplementer pada panjang gelombang

Panjang Gelombang (nm)	Warna	Warna Komplementer
400 – 435	Violet (ungu)	Hijau kekuningan
435 – 480	Biru	Kuning
480 – 490	Biru kehijauan	Jingga
490 – 500	Hijau kebiruan	Merah
500 – 560	Hijau	Ungu kemerahan
560 – 580	Hijau kekuningan	Ungu
595 – 610	Jingga	Biru kehijauan
610 – 680	Merah	Hijau Kebiruan
680 – 700	Ungu kemerahan	Hijau

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis TiO_2 dari prekursor $TiCl_4$ melalui metode hidrolisis dengan bantuan ekstrak akar *Morinda citrifolia*. Hasil yang didapatkan kemudian dikarakterisasi dan di uji aktivitas fotokatalisnya pada degradasi metil orange.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta dengan waktu penelitian dari Februari 2015 – Juni 2015.

C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah studi literatur dan eksperimen. Dasar teori yang mendukung digunakan untuk konsep dasar preparasi dan karakterisasi TiO_2 dengan proses hidrolisis. Metode eksperimen yang dilakukan yaitu menyiapkan sampel $TiCl_4$ dengan ditambahkan ekstrak akar *Morinda citrifolia* dengan berbagai variasi. Pembuatan nanopartikel TiO_2 melalui proses hidrolisis. Nanopartikel yang

dihasilkan kemudian dikarakterisasi dan diuji aktivitas fotokatalitiknya pada degradasi metil orange.

D. Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO_2 dari hasil proses sintesis $TiCl_4$ dengan ekstrak *Morinda citrifolia*.

E. Variabel

Variabel dalam penelitian ini adalah:

Pada tahap sintesis TiO_2, konsentrasi prekursor $TiCl_4$ sebagai variabel kontrol, konsentrasi ekstrak *Morinda citrifolia* sebagai variabel bebas sedangkan ukuran dan morfologi TiO_2 yang dihasilkan sebagai variabel terikat. Pada uji aktivitas fotokatalitik untuk mendegradasi metil orange, waktu pemaparan cahaya sebagai variabel bebas. Sedangkan nilai absorbansi metil orange sebagai variabel terikat.

F. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven, magnetik stirer, pipet ukur, magnetik bar, botol semprot, alat gelas lainnya seperti tabung reaksi, gelas kimia, labu ukur, gelas ukur, batang pengaduk, erlenmeyer, pipet tetes, botol kaca, corong, cawan petri dan pH meter. Sedangkan, alat yang digunakan untuk tujuan

tertentu adalah XRD GBC tipe EMMA, FT-IR Shimadzu IR-Prestige 21, SEM JSM-651OLA JEOL dan Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu tipe 1240.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi $TiCl_4$, aqua dm, amonium hidroksida (NH_4OH), asam klorida (HCl), ekstrak akar *Morinda citrifolia* dan Metil orange.

G. Desain Penelitian

Desain penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut: Dalam sintesis nanopartikel TiO_2, digunakan variasi konsentrasi ekstrak *Morinda citrifolia* sebagai variabel bebas untuk mengetahui pengaruh ekstrak *Morinda citrifolia* terhadap pengaruh ukuran dan morfologi partikel. Ekstrak mengkudu yang digunakan dalam penelitian ini merupakan ekstrak mengkudu yang dihasilkan dari penelitian sebelumnya (Firstandika, 2013). Variasi pengenceran ekstrak *Morinda citrifolia* dijelaskan pada tabel berikut:

Tabel 3. Variasi pengenceran ekstrak mengkudu

No Sampel	Konsentrasi
1	10X Pengenceran
2	50X Pengenceran
3	100X Pengenceran

Kemudian TiO_2 hasil sintesis dilakukan uji aktivitas fotokatalitiknya terhadap metil orange. Faktor yang digunakan dalam uji aktivitas

fotokatalitik adalah lama nya waktu pemaparan sumber cahaya. Sumber cahaya yang digunakan dalam penelitian ini adalah lampu UV dengan panjang gelombang 365 nm.

Tabel 4. Uji aktivitas fotokatalis TiO_2 terhadap Metil Orange

Menit ke-	Absorbansi				
	Fotolisis MO (tanpa TiO_2)	Adsorpsi TiO2 (tanpa UV)	TiO_2 10X	TiO_2 50X	TiO_2 100X
0					
30					
60					
90					
120					
150					
180					
210					
240					
300					
360					
420					
540					
720					

H. Prosedur Penelitian

1. Sintesis nano TiO_2

a. Preparasi larutan dari $TiCl_4$

Menyiapkan reagen $TiCl_4$ dengan diletakkan di lemari es agar pada saat pengambilan tidak terjadi pengendapan. Setelah itu mengambil 1 mL $TiCl_4$ dengan menggunakan pipet ukur.

b. Preparasi nanopartikel TiO_2 dengan adanya ekstrak mengkudu dan aqua dm menggunakan alat *stirrer*.

Menuangkan aqua dm dan ekstrak mengkudu ke dalam gelas kimia, kemudian gelas kimia tersebut dimasukan ke dalam *ice bath* sehingga suhu menjadi dibawah 5^{o}C dan dicampurkan dengan Titanium tetraklorida ($TiCl_4$) secara perlahan-lahan ke dalam gelas kimia dan diaduk selama 20 menit.

c. Koloid yang terbentuk didiamkan pada temperatur kamar selama 8-12 jam.
d. Penambahan NH_4OH 1 M sebanyak 5 mL perlahan-lahan ke dalam larutan dan diaduk dengan bantuan magnetik stirer.
e. Dipanaskan selama 2 jam pada suhu 50^{o}C.
f. Didiamkan pada temperatur kamar selama 48 jam.
g. *Disentrifuge* pada kecepatan 6000 rpm selama 15 menit dan didekantasi.
h. Endapan yang didapat dicuci menggunakan aqua dm hingga bebas ion Cl dan pH netral.
i. Endapan dikeringkan untuk menghasilkan bubuk TiO_2.

2. Karakterisasi nano TiO_2

Karakterisasi yang dilakukan pada nanopartikel TiO_2 hasil sintesis adalah:

a. *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) digunakan untuk menganalisis gugus fungsi TiO_2.

b. *X-Ray Difraktometer* (XRD) digunakan untuk menganalisis sifat kristal dari nanopartikel TiO_2.

c. *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk melihat morfologi dari TiO_2 hasil sintesis.

3. Uji Aktivitas Fotokatalisis

a. Pembuatan larutan uji.

Pembuatan larutan standar metil orange dengan konsentrasi 2, 4, 6, 8, 10 ppm dalam HCl 0,0001 M dengan cara:

- Menimbang serbuk metil orange sebanyak 0,02 gram dan melarutkannya ke dalam 200 mL HCl 0,0001 M hingga didapatkan larutan metil orange dalam HCl 0,0001 M dengan konsentrasi 100 ppm.
- Mengencerkan larutan metil orange dalam HCl 0,0001 M dengan konsentrasi 100 ppm hingga diperoleh konsentrasi sebesar 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm dalam HCl 0,0001 M.
- Menentukan panjang gelombang maksimum larutan standar tersebut menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

b. Proses Degradasi Larutan Uji Metil Orange

Larutan metil orange sebanyak 75 mL dengan konsentrasi 5 ppm ditempatkan didalam beaker glass diberikan perlakuan:

- Diiradiasi sinar UV

- Ditambahkan 0,075 gram TiO_2 tanpa iradiasi sinar UV
- Ditambahkan 0,075 gram TiO_2 10X dengan iradiasi sinar UV
- Ditambahkan 0,075 gram TiO_2 50X dengan iradiasi sinar UV
- Ditambahkan 0,075 gram TiO2 100X dengan iradiasi sinar UV

Sebelum diiradiasi, dihomogenkan terlebih dahulu dengan distirrer 300 rpm selama 20 menit. Selama iradiasi sinar UV berlangsung, Pengambilan larutan dilakukan sebanyak 5 mL tiap 30 menit selama 4 jam dan pada jam ke- 5, 6, 7, 9 dan 12. Kemudian disentrifugasi 6000 rpm selama 15 menit dan absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Sintesis TiO_2

TiO_2 yang digunakan dalam penelitian ini disintesis menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa larutan menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan terdispersi dalam larutan) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol).

Proses hidrolisis dilakukan pada temperatur rendah yaitu di bawah 5^oC untuk proses pertukaran ligan ion klorida dengan ion hidroksida. Proses ini bertujuan agar prekursor $TiCl_4$ terubah menjadi $Ti(OH)_4$ sehingga mudah diarahkan ke proses pembentukan sol-gel yang selanjutnya diarahkan untuk membentuk partikel TiO_2 pada skala nano. Kontrol suhu dilakukan agar reaksi hidrolisis berjalan lambat akibat energi yang tersedia kurang dari energi aktivasi hidrolisis $TiCl_4$. Proses hidrolisis $TiCl_4$ oleh gugus hidroksida sebagai penukar ion klorida ditunjukan pada persamaan berikut.

$$TiCl_4 + 4\ H_2O \rightarrow Ti(OH)_4 + 4\ HCl$$

Cara yang dilakukan menjaga agar reaksi hidrolisis tidak terlalu cepat, reaksi pertukaran ligan tersebut dilakukan pada temperatur rendah menggunakan *ice bath*. Partikel nano TiO_2 pada fasa sol-gel merupakan

bentuk kondensasi O–Ti–O yang terbentuk dari prekursor. Proses kondensasi dipengaruhi oleh laju hidrolisis yang dipengaruhi oleh temperatur sistem. Kondensasi O–Ti–O yang terlalu cepat dapat membentuk inti kristal yang terlalu besar. Selain temperatur hidrolisis, penambahan amonium hidroksida digunakan untuk menyesuaikan pH sistem yang tepat untuk proses kondensasi dan mengarahkan pada pembentukan O-Ti-O dengan pembentukan *cluster* misel. Ukuran *cluster* misel bergantung jumlah mol yang ditambahkan ke dalam koloid dan pada penelitian ini ditambahkan amonium hidroksida sebanyak 5 mmol (Triadi, 2014).

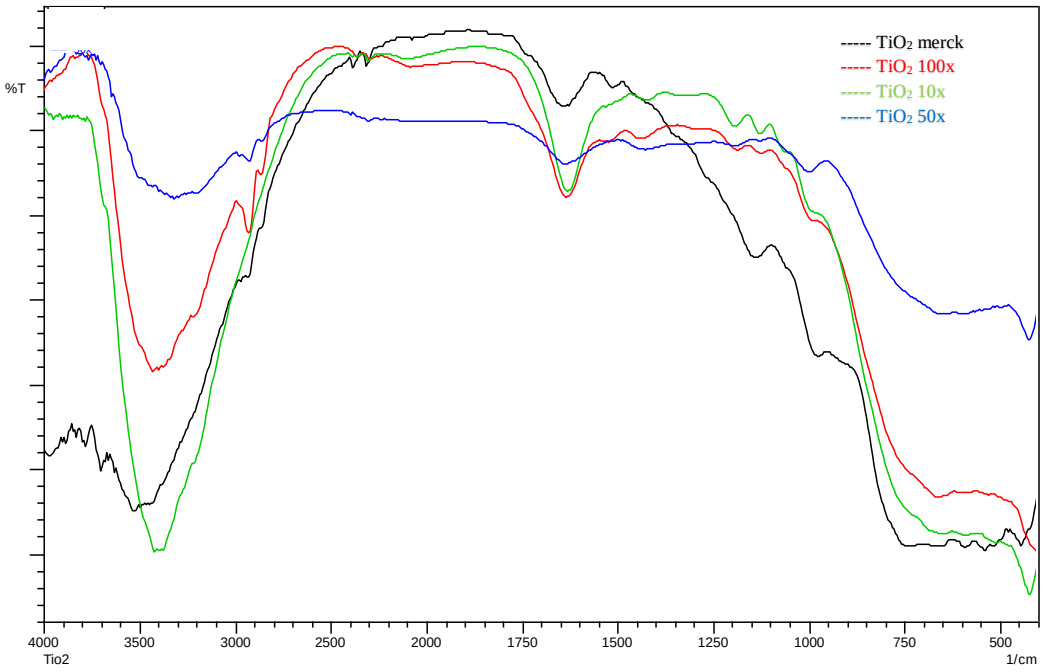
Selanjutnya koloid dipanaskan pada suhu 50^{o}C untuk memberikan energi yang tepat pada proses kondensasi agar membentuk susunan kristal yang diinginkan. Partikel berukuran nanometer merupakan partikel dalam bentuk koloid, sehingga partikel TiO_2 yang terdispersi pada air memiliki karakteristik larutan koloid.

Proses sintesis ini juga dilakukan dengan penambahan ekstrak kayu akar mengkudu. *Stock Solution* ekstrak diperoleh dengan melarutkan bubuk ekstrak kayu akar mengkudu yang diperoleh dari penelitian sebelumnya (Firstandika, 2013) dengan aqua dm hingga jenuh. Kemudian dibuat berbagai variasi konsentrasi pengenceran yaitu 10x, 50x dan 100x pengenceran. Adanya zat warna dalam koloid dapat meningkatkan kestabilan dengan membentuk struktur misel (Taleb, 1997). Pembentukan struktur misel pada koloid diyakini dapat menstabilkan partikel pada proses

aging, sehingga diharapkan partikel yang dihasilkan tersusun dengan stabil dan homogen. Selain itu, struktur misel juga dapat berperan sebagai agen pencetak molekul yang kemudian akan berkaitan dengan morfologi dan ukuran partikel yang diharapkan.

B. Karakterisasi TiO_2

1. Karakterisasi dengan FTIR

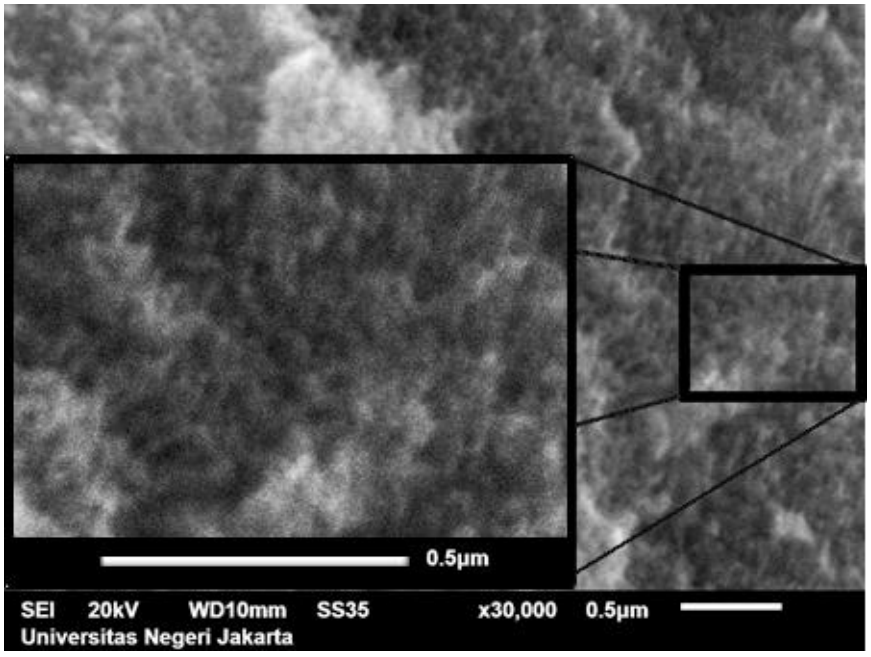


Gambar 11. Spektrum FTIR TiO_2 hasil sintesis dan TiO_2 standar

Spektra infra merah dari TiO_2 hasil sintesis (TiO_2 10x, 50x dan 100x pengenceran ekstrak mengkudu) dan TiO_2 standar dari Merck memberikan puncak-puncak yang mirip di daerah bilangan gelombang sekitar 3000-3500 cm^{-1}, 1600-1650 cm^{-1} dan pada daerah sidik jari di bawah 800 cm^{-1}. Puncak lebar yang terdapat pada bilangan gelombang 3000-3500 cm^{-1} dan

puncak di bilangan gelombang 1600-1650 menunjukan adanya vibrasi dari gugus hidroksil (-OH). Hal ini mengindikasikan adanya gugus fungsi –OH yang berinteraksi dengan sampel TiO_2 yang berasal dari air yang terserap pada permukaan TiO_2 karena tidak dilakukannya kalsinasi dalam proses sintesis. Pada bilangan gelombang 650-750 cm^{-1} terdapat kemiripan puncak yang merupakan vibrasi dari O-Ti-O (Nyquist & Kagel, 1971). Jika dibandingkan dengan TiO_2 standar dari Merck, spektrum TiO_2 hasil sintesis ditemukan adanya puncak baru di daerah 2900 cm^{-1} yang merupakan vibrasi C-H. Hal tersebut mengindikasi adanya gugus organik dari ekstrak akar mengkudu yang terjebak dalam TiO_2.

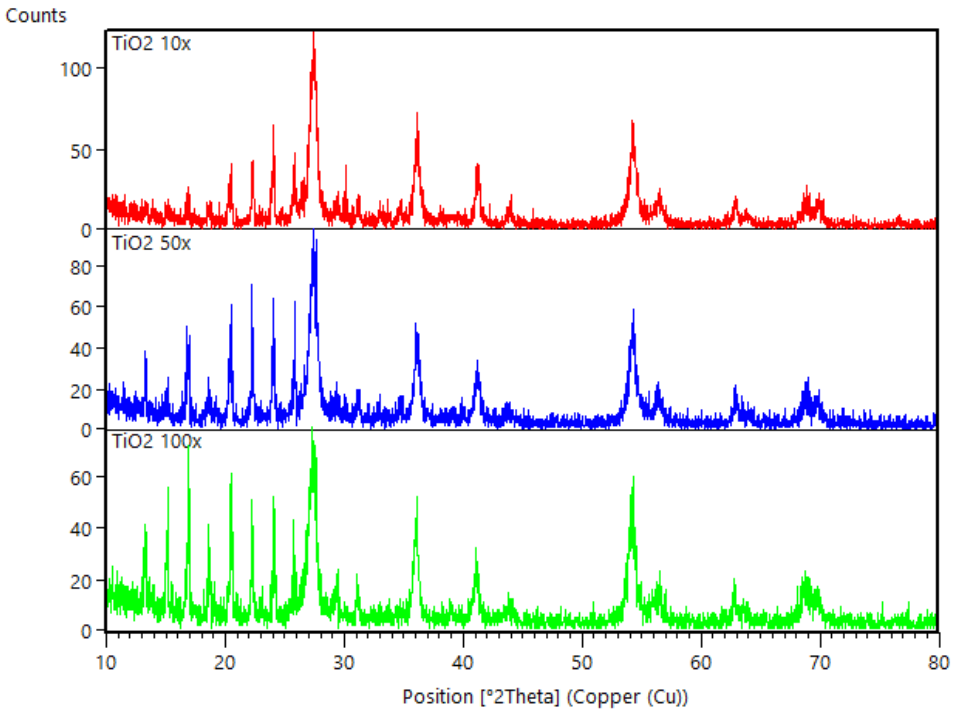
2. Karakterisasi dengan SEM



Gambar 12. Hasil karakterisasi SEM pada TiO_2 100x

Gambar 12. memberikan informasi mengenai morfologi dan ukuran dari TiO_2 yang disintesis dengan 100x pengenceran ekstrak akar kayu mengkudu. Dari hasil yang diperoleh menunjukan bahwa morfologi partikel TiO_2 yang berbentuk bulat memanjang dan saling berdekatan akibat telah teraglomerasi dengan membentuk ruang-ruang yang terlihat seperti *porous*. Terjadinya aglomerasi dimungkinkan oleh pengaruh suhu saat pengeringan sampel.

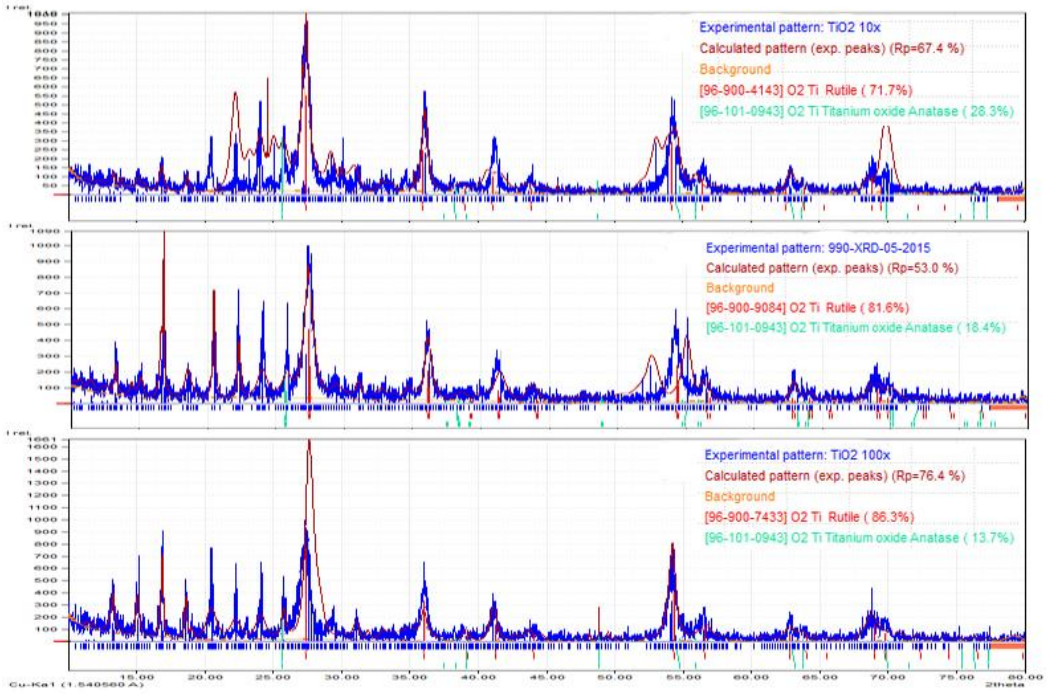
3. Karakterisasi dengan XRD



Gambar 13. Spektrum hasil karakterisasi dengan XRD

Hasil karakterisasi sampel menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) menunjukan pola difraksi yang khas pada sampel yang diuji. Semua

sampel yang diuji memberikan pola difraksi dengan puncak yang tinggi dan melebar. Hal ini menunjukan bahwa semua sampel yang diuji merupakan fasa kristalin dengan ukuran di daerah nanometer. Untuk mengetahui fasa kristal yang terbentuk dilakukan *fitting* menggunakan *software match 2*. Dari hasil fitting diketahui bahwa hasil sampel memiliki 2 fasa, yakni rutil dan anatase dengan persentase yang berbeda-beda tiap sampelnya. Pada ketiga spektrum adanya kemiripan puncak pada 2θ = 27.5^o, 36.1^o, 41.4^o, 56.4^o dan 62.9 yang merupakan puncak khas dari rutil. Dan puncak anatase muncul pada 2θ = 25.8^o, dan 48,7^o.



Gambar 14. Hasil fitting menggunakan software match 2

Persentase fase rutil dan anatase pada TiO_2 hasil sintesis ditampilkan pada tabel 5. Terbentuknya 2 fasa ini disebabkan tidak dilakukannya kalsinasi pada proses sintesis. Dalam penelitian Jing Sun dan

Liang Gao (2002), TiO_2 yang disintesis dari prekursor $TiCl_4$ menghasilkan 2 fasa, yakni rutil dan anatase. Kemudian fasa TiO_2 akan berubah menjadi 100% rutil setelah dikalsinasi pada suhu di atas 600^oC (Sun & Gao, 2002).

Tabel 5. Persentase fasa sampel

Sampel	Fasa Anatase (%)	Fasa Rutil (%)
TiO_2 10x	28.3	71.7
TiO_2 50x	18.4	81.6
TiO_2 100x	13.7	86.3

Ukuran kristal yang dihasilkan kemudian diukur dengan menggunakan persamaan scherrer. Hasil perhitungan ukuran kristal ditampilkan pada tabel 6.

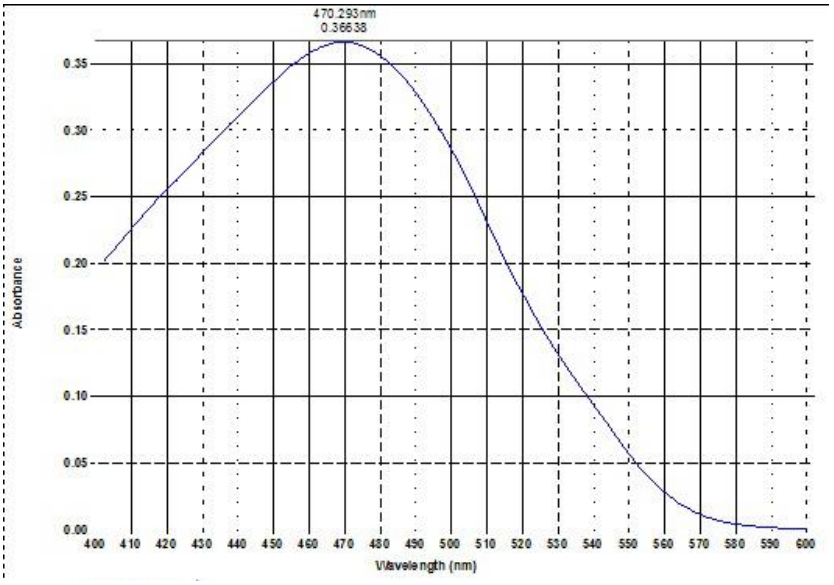
Tabel 6. Ukuran rata-rata kristal TiO_2 dari berbagai kondisi sintesis

Sampel	Anatase (nm)	Rutil (nm)
TiO_2 10x	14.45116	15.45528
TiO_2 50x	15.38961	15.23391
TiO_2 100x	17.52924	14.24708

Berdasarkan data-data di atas dapat disimpulkan bahwa, telah berhasil disintesis kristal TiO_2 dengan ukuran rata-rata sebesar 14.98 nm untuk dan 15.79 nm untuk fasa anatase menggunakan teknik hidrolisis dengan berbagai ligan dan variasi pengenceran ekstrak akar *Morinda citrifolia*. Dengan adanya perbedaan fasa dan ukuran kristal ini akan berpengaruh terhadap respon TiO_2 dalam aktivitas fotokatalisis untuk menguraikan metil orange (Lv, et al., 2010).

C. Pengaruh karakteristik TiO_2 hasil sintesis terhadap fotokatalisis

Dalam penelitian ini, TiO_2 hasil sintesis diuji aktivitas fotokalisisnya untuk mendegradasi metil orange. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu UV dengan panjang gelombang 365 nm (UV-A). Larutan standar metil orange yang digunakan adalah 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm dalam larutan HCl 0,0001 M. Dari larutan standar tersebut dapat ditentukan panjang gelombang maksimum yang akan digunakan dalam pengujian aktivitas fotokatalisis. Panjang gelombang maksimum larutan metil orange berdasarkan pengukuran adalah 470 nm.

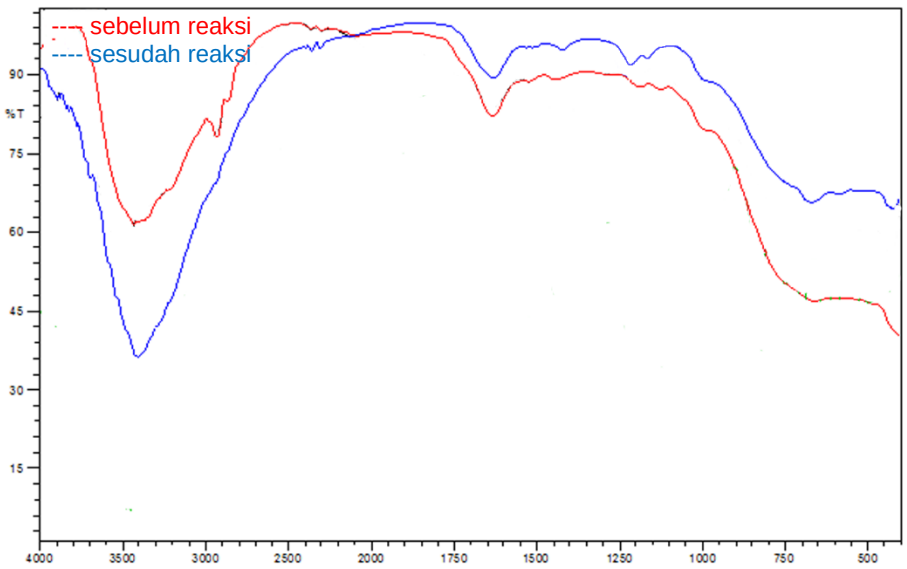


Gambar 15. Spektrum absorbansi metil orange konsentrasi 5 ppm

Selanjutnya, uji aktivitas fotokatalisis dilakukan dengan menggunakan larutan metil orange konsentrasi 5 ppm sebagai larutan uji. Metil orange merupakan senyawa azo yang dicirikan memiliki ikatan rangkap Nitrogen (-N=N-) dengan trayek pH asam. Dalam penelitian Rauf

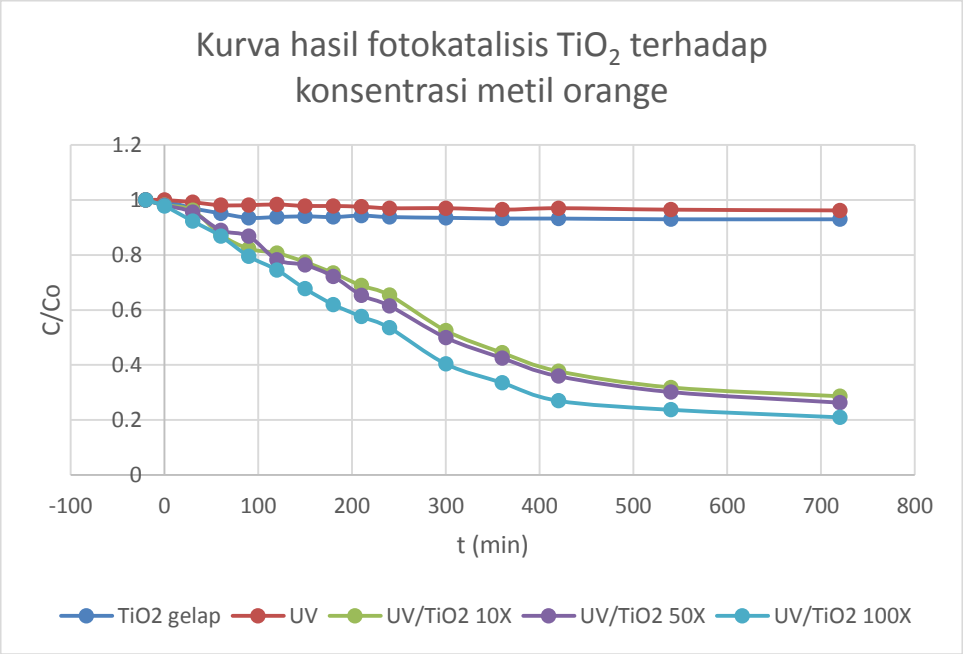
(2011), Degradasi metil orange oleh TiO_2 optimum pada pH 4. Pada kondisi asam, permukaan dari TiO_2 bermuatan positif. Dengan bermuatan positif TiO_2 bertindak sebagai asam lewis kuat. Di sisi lain, metil orange terdiri dari cincin aromatik dan memiliki ikatan azo yang kaya akan elektron pada ikatan π terkonjugasi. Dengan demikian metil orange bermuatan negatif dan bertindak sebagai basa lewis. Perbedaan muatan tersebut yang menyebabkan metil orange mudah teradsorb pada permukaan fotokatalis.

Untuk mengetahui TiO_2 yang diuji telah aktif sebagai fotokatalis diperlukan kontrol percobaan dengan 2 kondisi, yakni pemaparan larutan metil orange dengan sinar UV tanpa kehadiran TiO_2 yang bertujuan untuk mengetahui apakah metil orange dapat terdegradasi apabila terpapar sinar UV (fotolisis). Dan kondisi berikutnya adalah larutan metil orange yang ditambahkan TiO_2 dengan kondisi gelap tanpa paparan sinar UV. Hal tersebut bertujuan untuk mengetahui gejala adsorpsi pada sistem.



Gambar 16. Grafik FTIR sebelum dan sesudah reaksi

Spektrum FTIR sebelum dan sesudah reaksi fotokatalisis ditampilkan pada gambar 16. Dari spektrum TiO_2 sesudah proses fotokatalisis tidak terdapat adanya puncak baru yang muncul jika dibandingkan dengan sebelum reaksi. Hal ini memberikan informasi bahwa adsorpsi yang terjadi selama reaksi fotokatalisis adalah adsorpsi fisika, yakni gaya yang bekerja dalam proses adsorpsi ialah gaya van der walls dan gaya elektrostatik antara TiO_2 dengan metil orange. Selanjutnya hasil aktivitas fotokatalisis TiO_2 untuk mendegradasi metil orange disajikan pada gambar 15.



Gambar 17. Kurva hasil fotokatalisis TiO_2 terhadap metil orange

Dari hasil di atas menunjukan bahwa TiO_2 hasil sintesis telah aktif sebagai fotokatalis untuk mendegradasi metil orange. Hal tersebut terlihat dari penurunan konsentrasi metil orange yang signifikan pada kondisi digunakannya TiO_2 dalam larutan dan pemaparan sinar UV pada sistem jika

dibandingkan dengan kondisi gelap dan fotolisis. Persentase degradasi disajikan pada tabel 7. Untuk mengetahui persentase aktivitas fotokatalisis, persentase hasil degradasi UV / TiO_2 dikurangi oleh persentase degradasi pada kondisi gelap. Dengan asumsi setelah adsorpsi terlampaui, degradasi MO selanjutnya terjadi karena adanya aktivitas fotokatalis dari TiO_2.

Pada tabel 5 diketahui bahwa TiO_2 hasil sintesis memiliki 2 fasa dengan persentase yang berbeda-beda yaitu rutil dan anatase. Perbedaan fasa tersebut akan mempengaruhi aktivitas fotokatalisis ketiganya. Dalam kasus ini, fasa rutil lebih reaktif dalam menghasilkan pasangan elektron-*hole* untuk reaksi redoks sebab memiliki nilai bandgap yang lebih rendah dibandingkan dengan anatase (rutil : 3.02 eV dan anatase : 3.2 eV). Namun rutil bersifat *direct band gap* sedangkan anatase bersifat *indirect band gap*. Semikonduktor dengan *direct band gap* memiliki *charge carrier life times* yang lebih cepat jika dibandingkan dengan material dengan *indirect gap* karena lebih mudah terjadinya rekombinasi elektron dan *h*+ (Luttrel, et al., 2014). Dengan adanya fasa anatase dapat membantu mempertahankan pasangan *electron-hole* dengan mencegah terjadinya rekombinasi sehingga pasangan *electron-hole* yang terbentuk dapat dimanfaatkan untuk membentuk radikal ●OH yang digunakan untuk mendegradasi metil orange. Aktivitas fotokatalisis TiO_2 100x lebih baik jika dibandingkan dengan TiO_2 50x dan 10x pengenceran ekstrak mengkudu dengan persentase aktivitas fotokatalisis sebesar 72.052%.

Tabel 7. Persentase degradasi MO dan Aktivitas Fotokatalisis

Sampel	% Degradasi MO	% Aktivitas fotokatalisis
Fotolisis MO	3.789	-
TiO_2 gelap	7.018	-
UV / TiO_2 10x	71.409	64.391
UV / TiO_2 50x	73.728	66.710
UV / TiO_2 100x	79.070	72.052

Selanjutnya data konsentrasi metil orange saat waktu *t* menit digunakan untuk penentuan orde reaksi. Penentuan orde reaksi dilakukan dengan memilih linearitas (R^2) tertinggi yang diperoleh dari plot data pada setiap orde reaksi. Perbandingan nilai R^2 dari tiap orde reaksi disajikan pada tabel 8.

Tabel 8. Perbandingan nilai R^2 dari tiap orde reaksi

Sampel	R^2			
	Orde 1	Orde 2	Pseudo orde 1	Pseudo orde 2
10X	0.9671	0.9617	0.9493	0.4386
50X	0.9712	0.9683	0.9379	0.4424
100X	0.9562	0.9517	0.9485	0.7347

Dari nilai R^2 yang diperoleh dari tiap orde reaksi menunjukan bahwa reaksi degradasi metil orange oleh TiO_2 hasil sintesis berlangsung pada orde 1. Tetapan laju reaksi didapat dari *slope* dari persamaan garis yang terbentuk.

Tabel 9. Hasil perhitungan tetapan laju reaksi metil orange

Sampel	k' (ppm/menit)
MO + TiO_2 10x + UV	0.0019
MO + TiO_2 50x + UV	0.0021
MO + TiO_2 100x + UV	0.0025

Dengan mengetahui orde reaksi dan nilai tetapan laju reaksi kita dapat mengusulkan persamaan laju reaksi dari TiO_2 hasil sintesis sebagai berikut:

Tabel 10. Usulan hukum kelajuan degradasi metil orange oleh TiO_2 hasil sintesis

Sampel	**Hukum kelajuan**
TiO_2 10x	v = 0.0019 [MO]
TiO_2 50x	v = 0.0021 [MO]
TiO_2 100x	v = 0.0025 [MO]

BAB V

KESIMPULAN

A. Kesimpulan

Hasil penelitian dan pengkajian melalui karakterisasi FT-IR dan XRD mengenai sintesis ramah lingkungan nano TiO_2 dari prekursor $TiCl_4$ serta uji aktivitas fotokatalisis untuk menguraikan metil orange dapat diambil kesimpulan :

1. Telah berhasil disintesis TiO_2 dari $TiCl_4$ menggunakan metode hidrolisis dengan ekstak mengkudu (*Morinda citrifolia*) yang menghasilkan kristal TiO_2 berukuran di wilayah nanometer.
2. TiO_2 hasil sintesis memiliki 2 fasa kristal, yakni rutil dan anatase dengan persentase yang berbeda pada variasi pengenceran ekstrak mengkudu.
3. TiO_2 hasil sintesis telah menunjukan aktivitas fotokatalisis yang ditandai dengan penurunan konsentrasi dari metil orange yang diverifikasi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

B. Saran

Diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai aktivitas fotokatalisis TiO_2 terhadap pengaruh konsentrasi katalis dan zat warna. Serta dilakukannya modifikasi TiO_2, seperti penambahan *sensitizer* logam ataupun zat organik untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisisnya untuk mendegradasi zat warna.

DAFTAR PUSTAKA

Alwala, J., Manisha, D., Mandla, V. K., Bojja, S., Chittamuru, S., Nalvothula, R., & Rudra, M. P. (2014). Interpretative in vitro Phytochemical, TLC, Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Antibacterial Screening of Aqueous and Ethanolic Extracts of Morinda Citrifolia (Noni) Fruit and Their Comparative Study. *World Journal of Pharmaceutical Research, 3*(6), 989-1007.

Anastas, P. T., & Williamson, T. C. (1996). *Green Chemistry : Designing Chemistry for the Environment.* Washington: American Chemical Society.

Atkins, P., & Paula, J. d. (2006). *Atkins' Physical Chemistry* (8 th ed.). New York: W.H. Freeman and Company.

Chen, X., & Mao, S. (2007). Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 2891-2959.

Fatimah, I., Wang, S., & Wulandari, D. (2011). ZnO/montmorillonite for photocatalytic and photochemical degradation of methylen blue. *Applied Clay Science, 53*, 553-560.

Fessenden, R., & Fessenden, J. (1986). *Organic Chemistry* (3rd ed.). (A. H. Pudjaatmaka, Penerj.) Jakarta: Erlangga.

Firstandika, L. (2013). *Aplikasi dan Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Kayu Akar Mengkudu (Morinda citrifolia) Sebagai Pewarna Batik Tulis.* Jakarta: Kimia F-MIPA UNJ.

He, C., Yu, Y., Hu, X., & Larbot, A. (2002). Influence of silver doping on the photocatalytic activity of titania films. *Applied Surface Science, 200*(1-4), 239-247.

Hirakawa, T., & Kamat, P. V. (2005). Charge Separation and Catalytic Activity of Ag@TiO_2 Core-Shell Composite Clusters Under UV-Irradiation. *Journal of the American Chemical Society*, 3928-2934.

Husein, A., & Siddiqi, K. S. (2014). Phytosynthesis of nanoparticles: concept, controversy and application. *Nanoscale Research Letters, 9*(1), 2-29.

Jha, A. K., Prasad, K., & Kulkarni, A. (2009). Plant system: Nature's nanofactory. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 73*, 219-223.

K. Das, S., & Marsili, E. (2011). *Bioinspired Metal Nanoparticles : Synthesis, Properties and Application.* Dublin: Intech Nanomaterials.

Khalil, M. M., Ismail, E. H., El-Baghdady, K. Z., & Mohamed, D. (2013). Green synthesis of silver nanoparticles using olive leaf extract and its antibacterial activity. *Arabian Journal of Chemistry*.

Khanna, A., & Shetty, V. (2014). Solar light induced photocatalytic degradation of Reactive Blue 220 (RB-220) dye with highly efficient Ag@TiO_2 core–shell nanoparticles: A comparison with UV photocatalysis. *Solar Energy vol.99*, 67-76.

Kharissova, O., Dias, R., Kharisov, B., Perez, B. O., & Perez, V. J. (2013). The Greener Synthesis of Nanoparticles - Review. *Trends in Biotechnology*, 240-248.

Khataee, A., & Mansoori, G. (2012). *Nanostructured Titanium Dioxide Materials Properties, Preparation and Application.* Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.

Kumar, P., Paul, W., & Sharma, C. P. (2011). Green synthesis of gold nanoparticles with Zingiber officinale extract: Characterization and blood compatibility. *Process Biochemistry, 46*, 2007-2013.

Lee, J. D. (1991). *Concise Inorganic Chemistry* (4th ed.). London: Chapman & Hall.

Linsebigler, A. L., Lu, G., & Yates, J. T. (1996). Photocatalysis on TiOn Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Review, 96*, 735-758.

Luttrel, T., Halpegamage, S., Too, J., Kramer, A., Sutter, E., & Batzill, M. (2014). Why is anatase a better photocatalyst than rutile? - Model studies on epitaxial TiO2 films. *Scientific Reports, 4*, 40-48. doi:10.1038/srep04043

Lv, K., Li, X., Deng, K., Sun, J., Li, X., & Li, M. (2010). Effect of phase structures on the photocatalytic activity of surface fluorinated TiO2. *Applied Catalysis B: Environmental, 95*, 383-392.

N, G., & H, A. A. (2005). Photocatalytic oxidation of methyl orange in presence of titanium dioxide in aqueous suspension. Part II: kinetics study. *Desalination, 185*, 439-448.

Naik, G. K., Parida, K., & Mishra, P. M. (2013). Green synthesis of Au/TiO_2 for effective dye degradation in aqueous system. *Chemical Engineering Journal, 229*, 492-497.

Nainani, R., Thakur, P., & Chaskar, M. (2012). Synthesis of Silver Doped TiO_2 Nanoparticles for the Improved Photocatalytic Degradation of Methyl Orange. *Journal of Material Science and Engineering, 2*(1), 52-58.

Niederberger, M., & Pinna, N. (2009). *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents: Synthesis, Formation, Assembly and Application (Engineering Material and Processes).* Springer.

Nyquist, R., & Kagel, R. (1971). *Infrared Spectra of Inorganic Compounds.* London: Academic Press.

Rauf, M., Meetani, M., & Hisaindee, S. (2011). An overview on the photocatalytic degradation of azo dyes in the presence of TiO_2 doped with selective transition metals. *Desalination, 276*, 13-27.

Sathishkumar, G., Gobinath, C., Karpagam, K., Hemamalini, V., Premkumar, K., & Sivaramakrishnan, S. (2012). Phyto-synthesis of silver nanoscale particles using Morinda citrifolia L. and its inhibitory activity against human pathogens. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 235-240.

Settle, F. (1997). *Handbook of Instrumental techniques for Analytical Chemistry.* New Jersey: A Simon & Schuster Company.

Shevla, G. (1985). *Buku teks analisis anorganik kualitatif makro dan semimikro* (5th ed.). (L. Setiono, & H. Pudjaatmaka, Penerj.) Jakarta: PT. Kalman Media Pusaka.

Sun, J., & Gao, L. (2002). pH Effect on Titania-Phase Transformation of Precipitates from Titanium Tetrachloride Solutions. *Communications of the American Ceramic Society vol. 85*, 2382-2384.

Supriadi, H. (2013). *Sintesis dan Karakterisasi TiO_2 dari $TiCl_4$ dan Penerapan sebagai Agen Pemutih Kain dengan Kitosan sebagai bahan Pendukung.* Jakarta: Kimia FMIPA UNJ.

Taleb. (1997). Synthesis of Highly Monodisperse Silver Nanoparticles from AOT reverse Micelles: A Way to 2D and 3D Self-Organization. *Chemistry of Materials, 9*, 950-959.

Tauc, Grigovici, & Vancu. (1966). Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. *Physical Status Solid, 15*, 627-637.

Triadi, T. (2014). *Sintesis Hijau (Green Chemistry) Kristal Nano TiO_2 dari Hidrolisis $TiCl_4$ Menggunakan Ekstrak Kayu Akar Mengkudu (Morinda citrifolia) serta Pendoposisiannya pada Kain Katun.* Jakarta: Kimia F-MIPA UNJ.

Y, O., T, R., T, O., M, Y., Y, K., A, N., & K, O. (2012). Kinetics study for photodegradation of methylene blue dye by titanium dioxide powder prepared by selective leaching method. *Journal of Physics and Chemistry of Solids, 73*, 343-349.

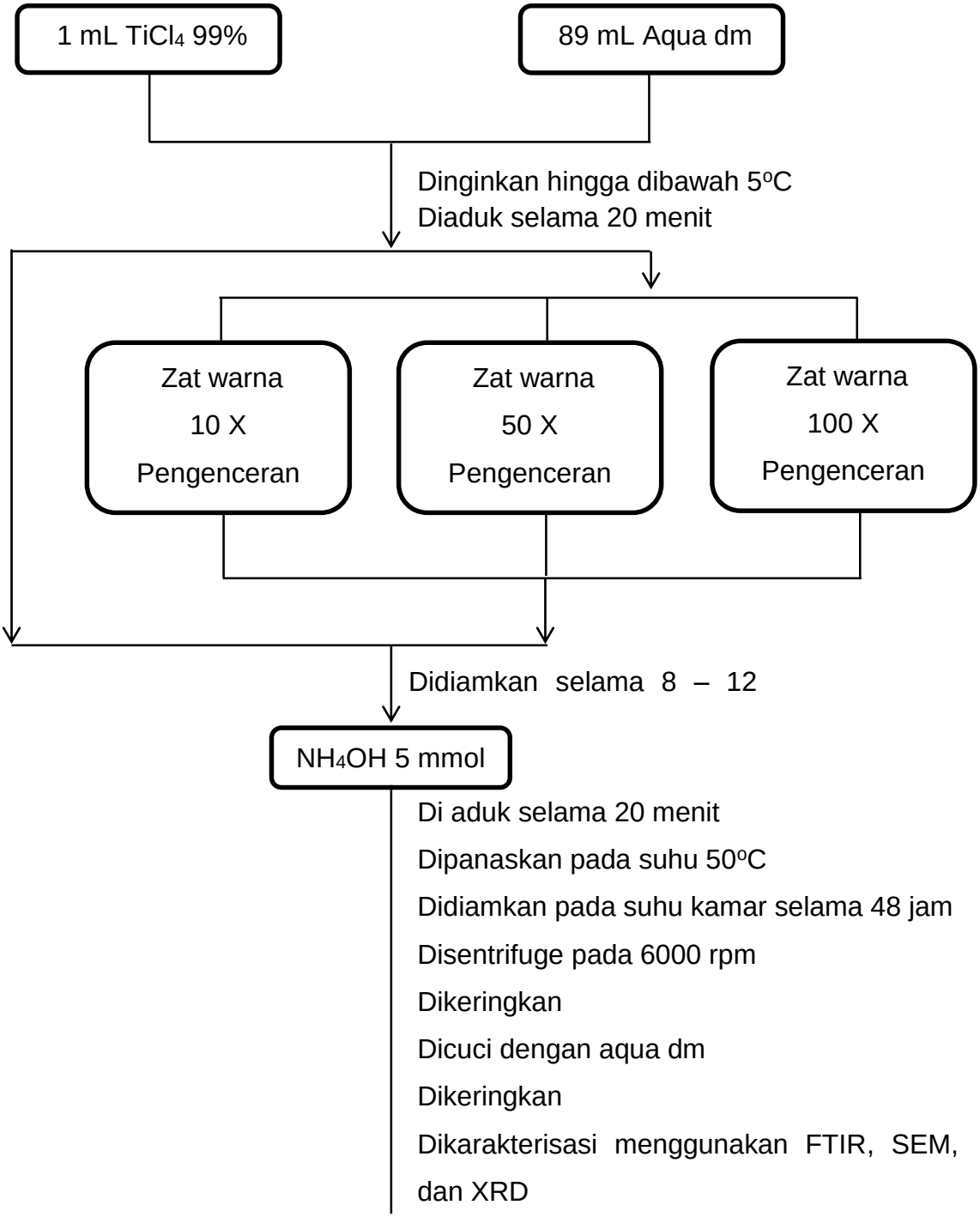
Zhang, W., Wang, K., Yu, Y., & He, H. (2010). TiO_2/HZSM-5 nano-composite photocatalyst: HCl treatment of NaZSM-5. *Chemical Engineering Journal, 163*, 62-67.

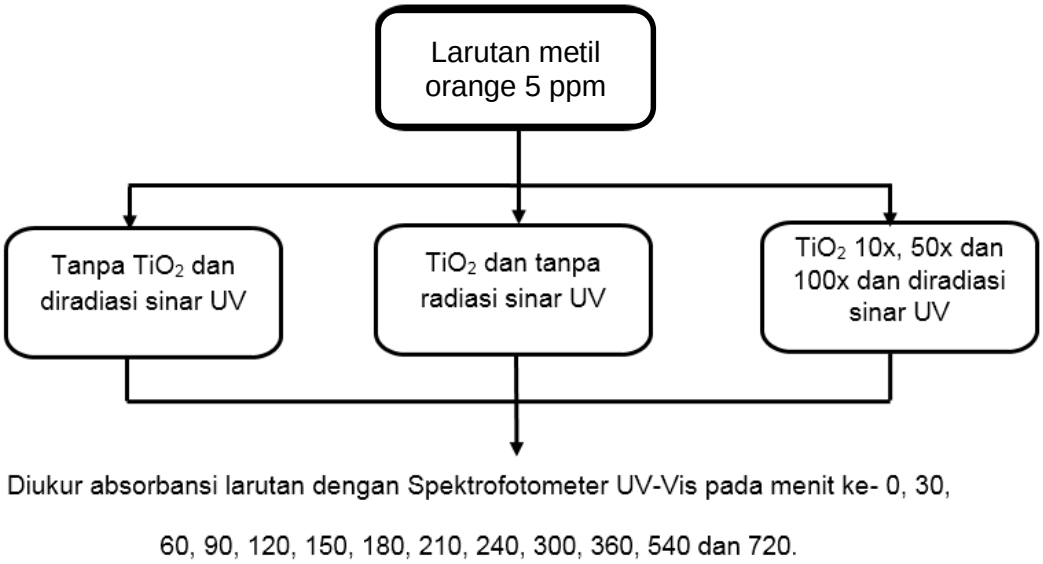
Zhao, J., Wu, T., Wu, K., Oikawa, K., Hidaka, H., & Serpone, N. (1998). Photoassisted Degradation of Dye Pollutants. 3. Degradation of the Cationic Dye Rhodamine B in Aqueous Anionic Surfactant/TiO2 Dispersions under Visible Light Irradiation: Evidence for the Need of Substrate Adsorption on TiO2 Particles. *Environmental Science & Technology*, 2394-2400.

Zhu, H., Jiang, R., Fu, Y., Yao, J., Xiao, L., & Zeng, G. (2012). Effective photocatalytic decolorization of methyl orange utilizing TiO2/ZnO/chitosan nanocomposite films under simulated solar irradiation. *Desalination, 286*, 41-48.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Kerja



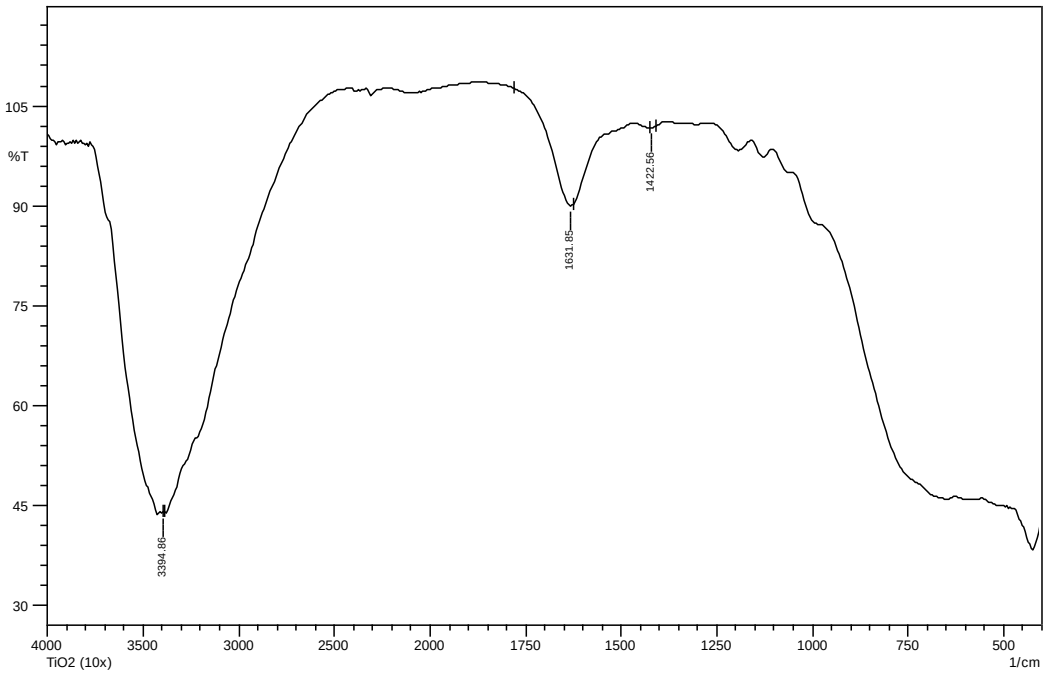


Lampiran 2. Reaktor fotokatalis

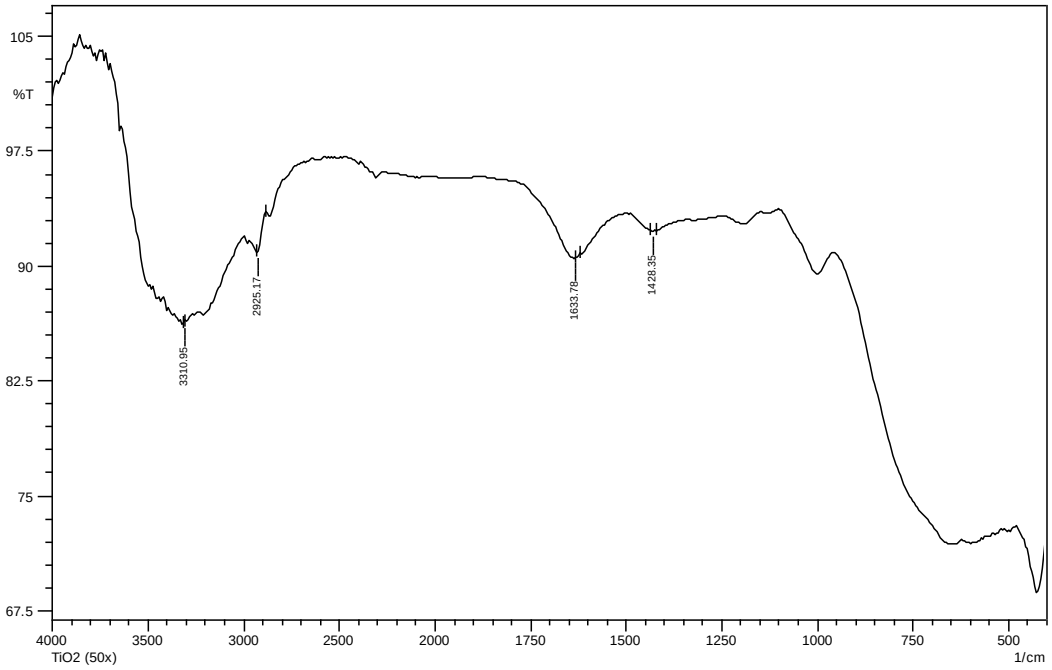
- Gambar Reaktor fotokatalisis

Lampiran 3. Data FTIR

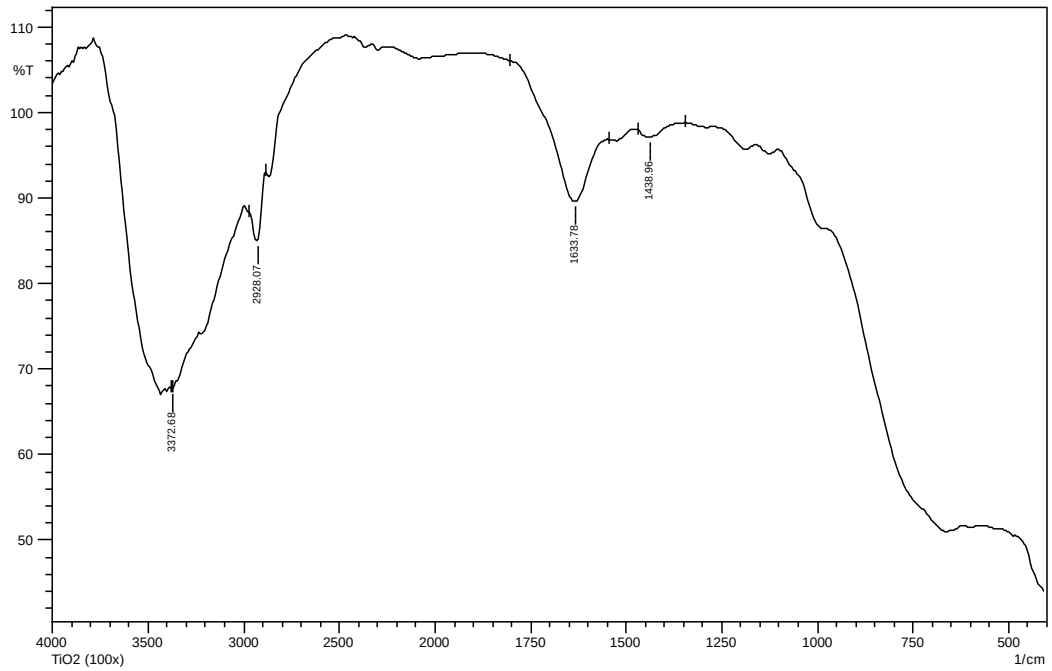
- Grafik Data FTIR TiO_2 10x



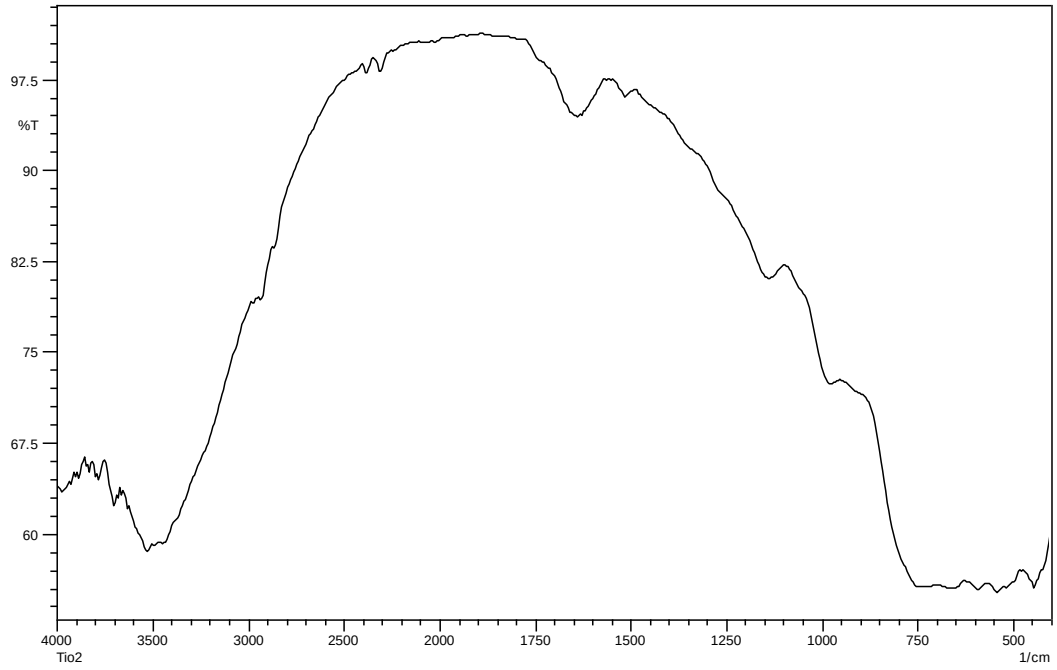
- Grafik Data FTIR TiO_2 50x



- Grafik Data FTIR TiO_2 100x

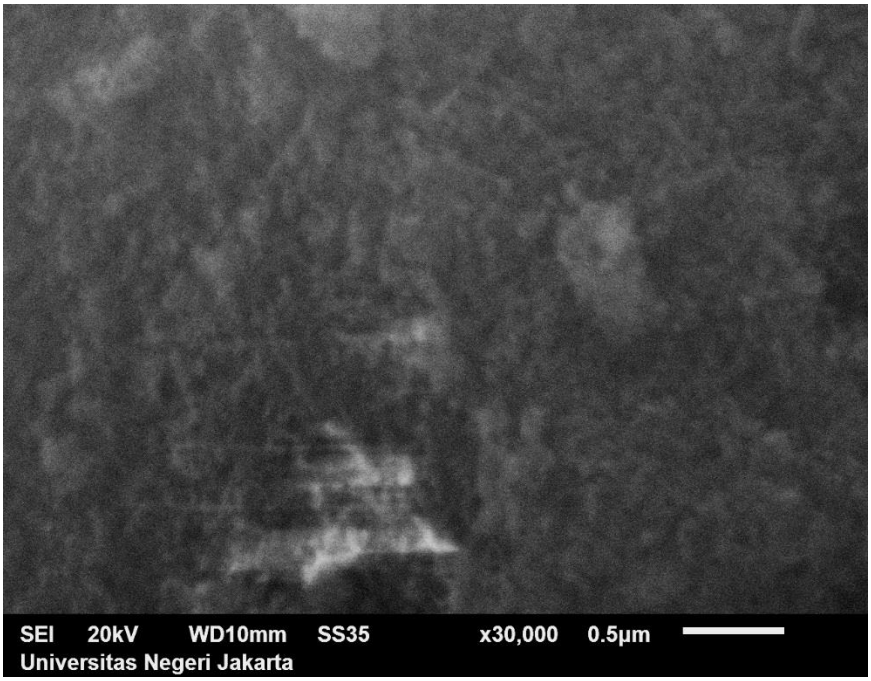


- Grafik data FTIR TiO_2 merck

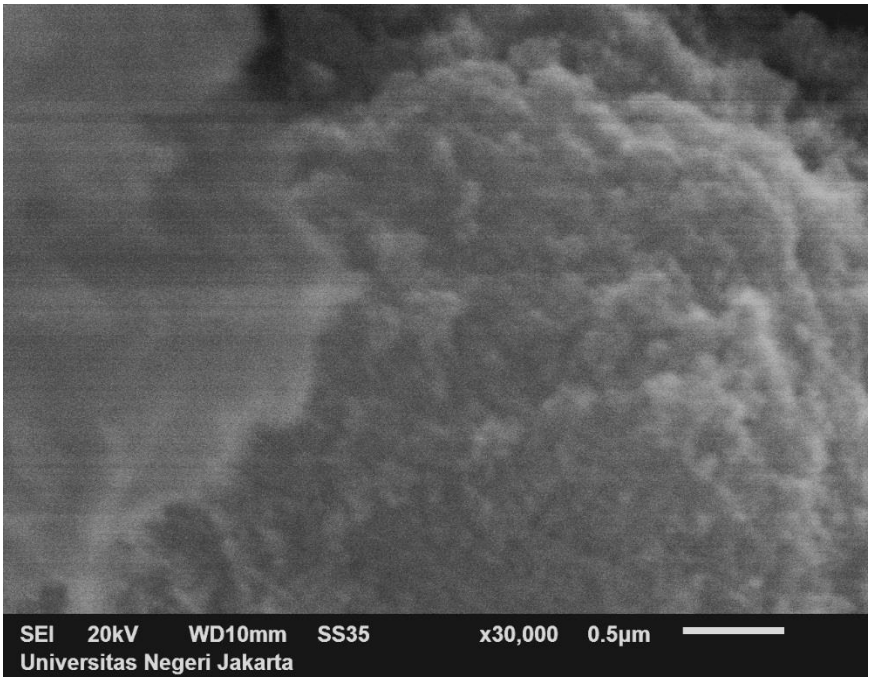


Lampiran 4. Data SEM

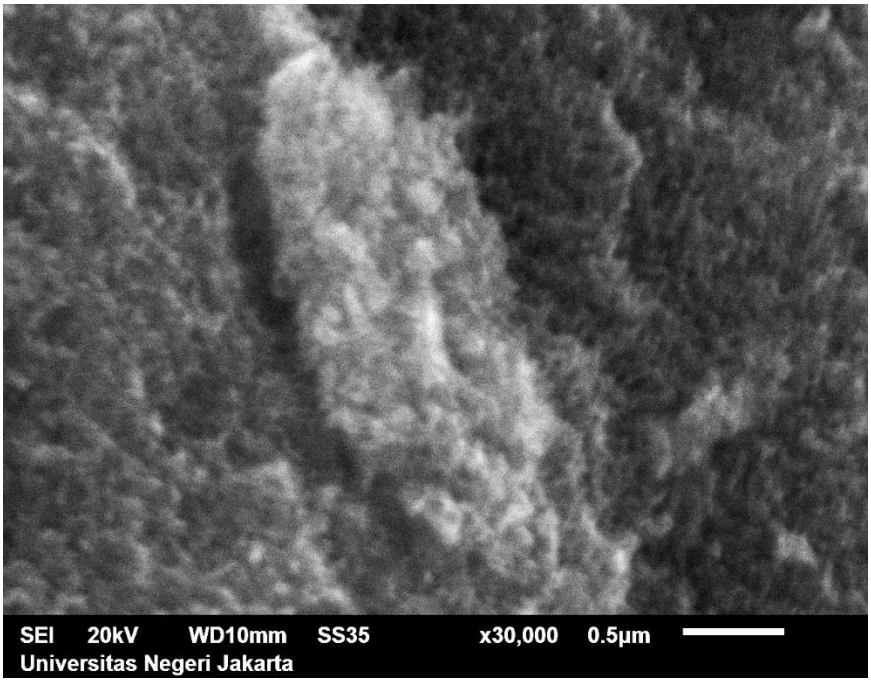
- Hasil SEM TiO_2 10x. Pembesaran 30.000x



- Hasil SEM TiO_2 50x. Pembesaran 30.000x



- Hasil SEM TiO_2 100x. Pembesaran 30.000x



Lampiran 5. Data XRD

- Data Base Rutile

Entry # 96-900-9084

Phase classification

Name		
Mineral Name		Rutile
Formula		O_2Ti
I/Icor		3.850000
Sample Name		9009083
Quality		C (calculated)

References

Publication

Bibliography		Wyckoff R. W. G., "Second edition. Interscience Publishers, New York, New York", Crystal Structures **1**, 239-444 (1963)

Origin of data

Source of entry		COD (Crystallography Open Database)
Link to orig. entry		9009083

Crystal structure

Crystallographic data

Space group		P 42/m n m (136)
Crystal system		tetragonal
Cell parameters		a= 4.5937 Å c= 2.9581 Å
Atom coordinates		

Element	Oxid.	*x*	*y*	*z*	Bi	Focc
Ti		0.000	0.000	0.000	1.000000	1.000000
O		0.305	0.305	0.000	1.000000	1.000000

Diffraction data

Diffraction lines

d [Å]	Int.	h	k	l	Mult.
3.2483	1000.0	1	1	0	4
2.4871	442.0	1	0	1	8
2.2969	65.6	2	0	0	4
2.1871	178.7	1	1	1	8
2.0544	64.2	1	2	0	8
1.6874	515.0	2	1	1	16
1.6241	151.4	2	2	0	4
1.4791	70.1	0	0	2	2
1.4527	70.1	1	3	0	8
1.4237	5.4	2	2	1	8
1.3599	172.3	3	0	1	8
1.3461	83.9	1	1	2	8

1.3039	9.2	3	1	1	16
1.2741	1.9	2	3	0	8
1.2435	17.4	2	0	2	8
1.2003	9.8	2	1	2	16
1.1702	33.8	3	2	1	16
1.1484	22.9	4	0	0	4
1.1141	8.2	1	4	0	8
1.0936	54.8	2	2	2	8
1.0828	29.9	3	3	0	4
1.0426	51.4	4	1	1	16
1.0364	38.8	3	1	2	16
1.0272	22.7	2	4	0	8
1.0168	0.4	3	3	1	8

- ***Data Base Anatase***

Entry # 96-101-0943

Phase classification		
Name		Titanium oxide
Mineral Name		Anatase
Formula		O_2Ti
I/Icor		5.670000
Sample Name		1010942
Quality		C (calculated)

References

Publication		
Bibliography		Parker R L, "Zur Kristallstruktur von Anastas und Rutil. (II. Teil. Die Anastasstruktur).", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977) **59**, 1-54 (1924)
Origin of data		
Source of entry		COD (Crystallography Open Database)
Link to orig. entry		1010942

Crystal structure

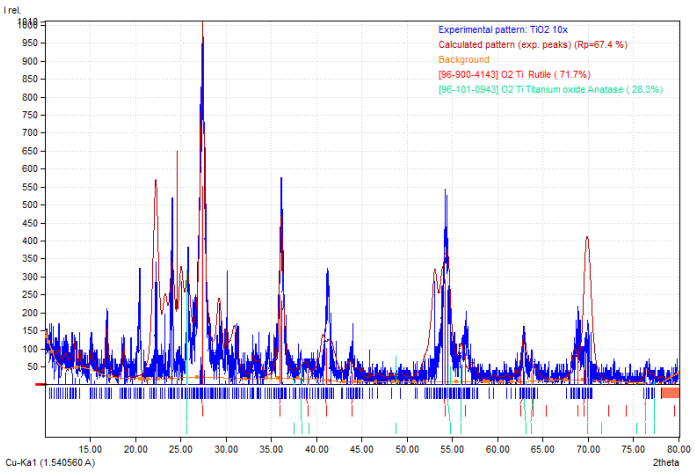
Crystallographic data		
Space group		I 41/a m d (141)
Crystal system		Tetragonal
Cell parameters		a= 3.7300 Å c= 9.3700 Å
Z		4
Atom coordinates		**Element** **Oxid.** ***x*** ***y*** ***z*** **Bi** **Focc** Ti 4.0 0.000 0.000 0.000 1.000000 1.000000 O -2.0 0.000 0.000 0.200 1.000000 1.000000

Diffraction data

Diffraction lines

d [Å]	Int.	h	k	l	Mult.
3.4655	1000.0	0	1	1	8
2.3947	42.2	0	1	3	8
2.3425	150.3	0	0	4	2
2.2983	75.7	1	1	2	8
1.8650	247.4	0	2	0	4
1.6745	158.0	0	1	5	8
1.6423	157.6	1	2	1	16
1.4714	19.2	1	2	3	16
1.4591	94.9	0	2	4	8
1.3438	66.0	1	1	6	8
1.3188	53.9	2	2	0	4
1.2599	5.5	0	1	7	8
1.2460	83.4	1	2	5	16
1.2325	22.6	0	3	1	8
1.1712	2.1	0	0	8	2
1.1552	4.1	0	3	3	8
1.1492	33.8	2	2	4	8
1.1438	15.7	1	3	2	16
1.0440	6.0	1	2	7	16
1.0360	20.2	0	3	5	8
1.0283	23.1	2	3	1	16

- *Data Hasil Fitting TiO_2 10x*



File name : 989-XRD-05-2015 .CPI
File path : E:/CAHYA/KULIAH/PENELITIAN/Data Karakterisasi/XRD
Data collected: 07-06-2015
Data range : 10.000 to 80.000 degr.
No. of points : 3501
Step size : 0.020
Radiation : X-rays

Wavelength : 1.540560 A

********** Matched Phases **********

Index	Amount	Name	Formula sum
A	71.7	Rutile	O2 Ti
B	28.3	Titanium oxide Anatase	O2 Ti
	47.2	Unidentified peak area	

A: Rutile (71.7 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-900-4143
FoM : 0.731052
No. of peaks : 25
Peaks in range : 15
Peaks matched : 15
Int. scale fct : 0.55
Space group : P 42/m n m
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 4.6030 A c = 2.9660 A
I/Icor : 3.86
Calc. density : 4.221
Reference : Meagher E. P., Lager G. A., "Polyhedral thermal expansion in the TiO2 polymorphs: Refinement of the crystal structure of rutile and brookite at high temperature Sample at 300 degrees C", The Canadian Mineralogist 17, 77-85 (1979)

B: Titanium oxide Anatase (28.3 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-101-0943
FoM : 0.672171
No. of peaks : 21
Peaks in range : 14
Peaks matched : 14
Int. scale fct : 0.32
Space group : I 41/a m d
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 3.7300 A c = 9.3700 A
I/Icor : 5.67
Calc. density : 4.068
Reference : Parker R L, "Zur Kristallstruktur von Anastas und Rutil. (II. Teil. Die Anastasstruktur).", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977) 59, 1-54 (1924)

********** Search-Match **********

Settings:

Reference database used : COD-Inorg REV140301 2015.07.06
Automatic zeropoint adaptation? : Yes
Minimum figure-of-merit (FoM) : 0.60
2theta window for peak corr. : 0.29 deg.
Min. rel. int. for peak corr. : 1

Parameter/influence 2theta : 0.50
Parameter/influence intensities : 0.50
Parameter multiple/single phase(s): 0.50

********** Peak List **********

Wavelength used for calculation of 2theta values: lambda = 1.540560 A

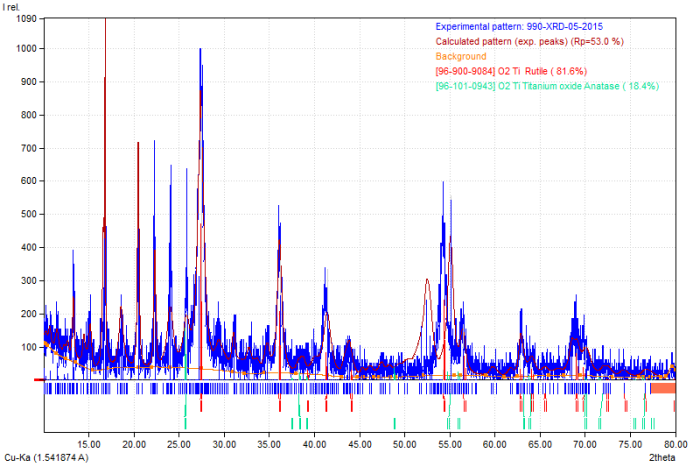
No.	2theta[degr.]	d[A]	I/I0	FWHM	Matched
67	25.8023	3.4500	255.28	0.6800	B
78	27.3600	3.2570	604.65	1.3930	A
126	36.1049	2.4857	161.79	0.3960	A
137	38.2691	2.3499	67.58	1.5885	B
140	38.8551	2.3158	24.52	0.5600	A
150	40.9810	2.2005	89.59	1.6685	A
163	43.9826	2.0570	27.00	0.7200	A
191	54.0800	1.6944	257.03	1.6400	A
195	54.5200	1.6817	313.62	0.7200	B
206	56.0400	1.6397	106.03	0.7200	B
226	62.8667	1.4770	90.50	0.7286	A
227	62.9928	1.4744	44.57	0.5136	B
233	63.8947	1.4557	91.18	1.2775	A,B
248	69.6253	1.3493	91.68	0.6400	A
250	69.9255	1.3442	149.55	0.6400	B
256	76.4600	1.2448	44.10	0.6800	A,B
261	77.3051	1.2332	16.09	0.8995	B

********** Integrated Profile Areas **********

(Based on calculated profile)

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	30096	100.00%
Background radiation	7312	24.29%
Diffraction peaks	22784	75.71%
Peak area belonging to selected phases	9617	31.95%
Peak area of phase A (Rutile)	7123	23.67%
Peak area of phase B (Titanium oxide Anatase)	2494	8.29%
Unidentified peak area	14217	47.24%

- *Data Hasil Fitting TiO_2 50x*



File name : 990-XRD-05-2015 .txt
File path : E:/CAHYA/KULIAH/PENELITIAN/Data Karakterisasi/XRD
Data collected : Jul 8, 2015 09:31:43
Data range : 10.000 to 80.000 degr.
No. of points : 3501
Step size : 0.020
Radiation : X-rays
Wavelength : 1.541874 A

********** Matched Phases **********

Index	Amount	Name	Formula sum
A	81.6	Rutile	O2 Ti
B	18.4	Titanium oxide Anatase	O2 Ti
	47.0	Unidentified peak area	

A: Rutile (81.6 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-900-9084
FoM : 0.748041
No. of peaks : 50
Peaks in range : 30
Peaks matched : 30
Int. scale fct : 0.47
Space group : P 42/m n m
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 4.5937 A c = 2.9581 A
I/Icor : 3.85
Calc. density : 4.250
Reference : Wyckoff R. W. G., "Second edition. Interscience Publishers, New York, New York", Crystal Structures 1, 239-444 (1963)

B: Titanium oxide Anatase (18.4 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-101-0943
FoM : 0.608446

No. of peaks : 42
Peaks in range : 26
Peaks matched : 26
Int. scale fct : 0.16
Space group : I 41/a m d
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 3.7300 A c = 9.3700 A
I/Icor : 5.67
Calc. density : 4.068
Reference : Parker R L, "Zur Kristallstruktur von Anastas und Rutil. (II. Teil. Die Anastasstruktur).", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977) 59, 1-54 (1924)

********** Search-Match **********
Settings:

Reference database used : COD-Inorg REV140301 2015.07.06
Automatic zeropoint adaptation? : Yes
Minimum figure-of-merit (FoM) : 0.60
2theta window for peak corr. : 0.29 deg.
Min. rel. int. for peak corr. : 1
Parameter/influence 2theta : 0.50
Parameter/influence intensities : 0.50
Parameter multiple/single phase(s): 0.50

********** Peak List **********

Wavelength used for calculation of 2theta values: lambda = 1.541874 A

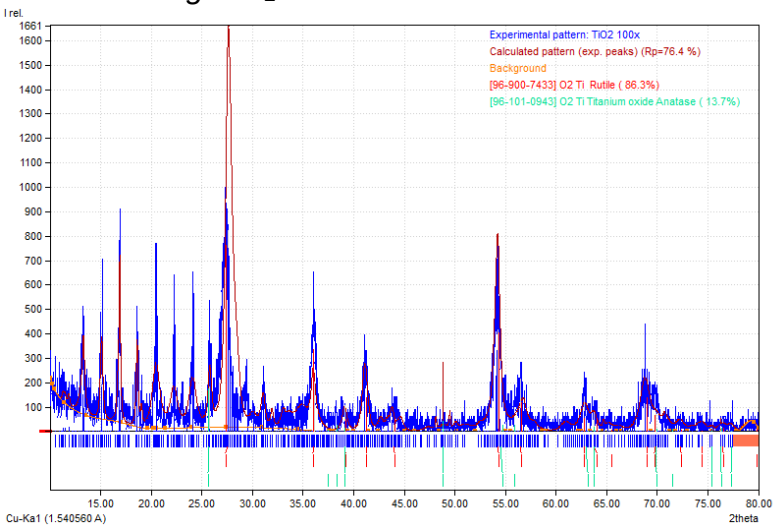
No.	2theta[degr.]	d[A]	I/I0	FWHM	Matched
68	25.8090	3.4521	202.12	0.8000	B
81	27.4716	3.2468	825.82	0.8000	A
125	36.0742	2.4898	100.80	0.3714	A
126	36.1909	2.4821	361.48	0.7007	A
137	38.2813	2.3512	32.85	0.6000	B
154	41.4240	2.1798	333.24	0.9512	A
168	43.9977	2.0581	10.87	0.9288	A
169	44.2126	2.0486	17.96	0.6152	A
204	55.0865	1.6672	556.72	0.7200	B
212	56.4477	1.6302	166.73	0.7200	A
228	62.8382	1.4789	75.23	0.4156	A
230	63.1328	1.4727	66.46	0.7200	B
234	64.0400	1.4540	54.03	0.7200	A,B
236	64.2933	1.4489	25.80	0.8464	A
239	65.5582	1.4240	37.56	0.8989	A
251	69.1047	1.3593	94.91	0.7200	A
257	70.0663	1.3430	104.78	1.2096	A,B
258	70.2049	1.3407	65.63	1.0362	B
262	71.9569	1.3123	15.08	0.5825	B
264	72.3898	1.3055	15.99	0.8295	A
265	72.5856	1.3025	12.17	0.8604	A
267	74.2944	1.2767	37.40	1.0252	A
268	76.6655	1.2430	33.84	0.9715	A,B
269	77.2429	1.2351	17.35	0.9028	

********** Integrated Profile Areas **********

(Based on calculated profile)

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	28854	100.00%
Background radiation	7836	27.16%
Diffraction peaks	21018	72.84%
Peak area belonging to selected phases	8189	28.38%
Peak area of phase A (Rutile)	6635	22.99%
Peak area of phase B (Titanium oxide Anatase)	1555	5.39%
Unidentified peak area	13561	47.00%

- *Hasil Data Fitting TiO_2 100x*



File name : 991-XRD-05-2015 .CPI
File path : E:/CAHYA/KULIAH/PENELITIAN/Data Karakterisasi/XRD
Data collected : 07-06-2015
Data range : 10.000 to 80.000 degr.
No. of points : 3501
Step size : 0.020
Radiation : X-rays
Wavelength : 1.540560 A

********** Matched Phases **********

Index	Amount	Name	Formula sum
A	86.3	Rutile	O2 Ti
B	13.7	Titanium oxide Anatase	O2 Ti
	61.4	Unidentified peak area	

A: Rutile (86.3 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-900-7433

FoM : 0.776688
No. of peaks : 25
Peaks in range : 15
Peaks matched : 15
Int. scale fct : 0.76
Space group : P 42/m n m
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 4.5940 A c = 2.9590 A
I/Icor : 3.92
Calc. density : 4.248
Reference : Baur W. H., "Uber die verfeinerung der kristallstrukturbestimmung einiger vertreter des rutiltyps: TiO2, SnO2, GeO2 und MgF2", Acta Crystallographica 9, 515-520 (1956)

B: Titanium oxide Anatase (13.7 %)

Formula sum : O2 Ti
Entry number : 96-101-0943
FoM : 0.680150
No. of peaks : 21
Peaks in range : 14
Peaks matched : 14
Int. scale fct : 0.17
Space group : I 41/a m d
Crystal system : tetragonal
Unit cell : a = 3.7300 A c = 9.3700 A
I/Icor : 5.67
Calc. density : 4.068
Reference : Parker R L, "Zur Kristallstruktur von Anastas und Rutil. (II. Teil. Die Anastasstruktur).", Zeitschrift fuer Kristallographie, Kristallgeometrie, Kristallphysik, Kristallchemie (-144,1977) 59, 1-54 (1924)

********** Search-Match **********

Settings:

Reference database used : COD-Inorg REV140301 2015.07.06
Automatic zeropoint adaptation? : Yes
Minimum figure-of-merit (FoM) : 0.60
2theta window for peak corr. : 0.29 deg.
Min. rel. int. for peak corr. : 1
Parameter/influence 2theta : 0.50
Parameter/influence intensities : 0.50
Parameter multiple/single phase(s): 0.50

********** Peak List **********

Wavelength used for calculation of 2theta values: lambda = 1.540560 A

No.	2theta[degr.]	d[A]	I/I0	FWHM	Matched
82	25.8000	3.4503	182.73	0.4014	B
95	27.5783	3.2317	820.84	0.6000	A
147	36.1009	2.4859	201.33	1.2597	A
166	39.1114	2.3012	108.32	0.5600	A,B
181	41.2589	2.1863	81.64	0.5600	A

199	43.9417	2.0588	27.66	0.5600	A
219	48.8600	1.8625	2.80	0.0056	B
239	54.2732	1.6888	417.55	0.3986	A
240	54.4200	1.6846	49.01	0.6400	
241	54.5400	1.6812	6.48	0.0515	B
253	56.4712	1.6282	214.63	1.5792	A
280	62.7812	1.4788	142.41	0.9600	A
281	62.9403	1.4755	71.12	0.9600	B
286	63.7662	1.4583	76.51	0.6169	A,B
309	68.9913	1.3601	24.06	0.9600	A
315	69.9000	1.3446	79.53	0.9585	A,B
326	72.2471	1.3066	81.78	0.9600	A
334	74.3844	1.2743	72.66	0.9600	A
336	75.4004	1.2596	13.63	0.4500	B
337	76.2850	1.2472	2.07	0.0431	B
338	76.4793	1.2445	51.03	0.8464	A
342	77.4056	1.2319	25.53	0.9600	B

********** Integrated Profile Areas **********

(Based on calculated profile)

Profile area	Counts	Amount
Overall diffraction profile	25322	100.00%
Background radiation	3843	15.18%
Diffraction peaks	21479	84.82%
Peak area belonging to selected phases	6260	24.72%
Peak area of phase A (Rutile)	5518	21.79%
Peak area of phase B (Titanium oxide Anatase)	743	2.93%
Unidentified peak area	15547	61.40%

- *Perhitungan ukuran kristal*

Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan Scherrer :

$$D = \frac{k\,\lambda}{\beta \cos\theta}$$

D = ukuran kristal
λ = panjang gelombang
β = pelebaran garis saat intensitas setengah maksimum (FWHM dalam radian)
θ = sudut puncak (^{o})

10x												
No	2theta	d	I/I0	FWHM	Matched	K	Lamda	B	Theta	K*Lamda	B*cos theta	D
67	25.8023	3.4500	255.28	0.6800	B	0.9000	0.3450	0.0119	12.9012	0.3105	0.0116	26.7695
78	27.3600	3.2570	604.65	1.3930	A	0.9000	0.3257	0.0243	13.6800	0.2931	0.0236	12.4155
126	36.1049	2.4857	161.79	0.3960	A	0.9000	0.2486	0.0069	18.0525	0.2237	0.0066	34.1026
137	38.2691	2.3499	67.58	1.5885	B	0.9000	0.2350	0.0277	19.1346	0.2115	0.0262	8.0817
140	38.8551	2.3158	24.52	0.5600	A	0.9000	0.2316	0.0098	19.4276	0.2084	0.0092	22.5516
150	40.9810	2.2005	89.59	1.6685	A	0.9000	0.2201	0.0291	20.4905	0.1980	0.0273	7.2656
163	43.9826	2.0570	27.00	0.7200	A	0.9000	0.2057	0.0126	21.9913	0.1851	0.0117	15.8461
191	54.0800	1.6944	257.03	1.6400	A	0.9000	0.1694	0.0286	27.0400	0.1525	0.0255	5.9866
195	54.5200	1.6817	313.62	0.7200	B	0.9000	0.1682	0.0126	27.2600	0.1514	0.0112	13.5137
206	56.0400	1.6397	106.03	0.7200	B	0.9000	0.1640	0.0126	28.0200	0.1476	0.0111	13.2674
226	62.8667	1.4770	90.50	0.7286	A	0.9000	0.1477	0.0127	31.4334	0.1329	0.0108	12.2674
227	62.9928	1.4744	44.57	0.5136	B	0.9000	0.1474	0.0090	31.4964	0.1327	0.0077	17.2916
233	63.8947	1.4557	91.18	1.2775	A,B	0.9000	0.1456	0.0223	31.9474	0.1310	0.0189	6.9238
248	69.6253	1.3493	91.68	0.6400	A	0.9000	0.1349	0.0112	34.8127	0.1214	0.0092	13.2069
250	69.9255	1.3442	149.55	0.6400	B	0.9000	0.1344	0.0112	34.9628	0.1210	0.0092	13.1813
256	76.4600	1.2448	44.10	0.6800	A,B	0.9000	0.1245	0.0119	38.2300	0.1120	0.0093	11.9859
261	77.3051	1.2332	16.09	0.8995	B	0.9000	0.1233	0.0157	38.6526	0.1110	0.0123	9.0529

50x												
No	2theta	d	I/I0	FWHM	Matched	K	Lamda	B	Theta	K*Lamda	B*cos theta	D
68	25.8090	3.4521	202.12	0.8000	B	0.9000	0.3452	0.0140	12.9045	0.3107	0.0136	22.7678
81	27.4716	3.2468	825.82	0.8000	A	0.9000	0.3247	0.0140	13.7358	0.2922	0.0136	21.4878
125	36.0742	2.4898	100.80	0.3714	A	0.9000	0.2490	0.0065	18.0371	0.2241	0.0062	36.2592
126	36.1909	2.4821	361.48	0.7007	A	0.9000	0.2482	0.0122	18.0955	0.2234	0.0116	19.2643
137	38.2813	2.3512	32.85	0.6000	B	0.9000	0.2351	0.0105	19.1407	0.2116	0.0099	21.3336
154	41.4240	2.1798	333.24	0.9512	A	0.9000	0.2180	0.0166	20.7120	0.1962	0.0155	12.6349
168	43.9977	2.0581	10.87	0.9288	A	0.9000	0.2058	0.0162	21.9989	0.1852	0.0150	12.3322
169	44.2126	2.0486	17.96	0.6152	A	0.9000	0.2049	0.0107	22.1063	0.1844	0.0099	18.5992
204	55.0865	1.6672	556.72	0.7200	B	0.9000	0.1667	0.0126	27.5433	0.1500	0.0112	13.4319
212	56.4477	1.6302	166.73	0.7200	A	0.9000	0.1630	0.0126	28.2239	0.1467	0.0111	13.2166
228	62.8382	1.4789	75.23	0.4156	A	0.9000	0.1479	0.0072	31.4191	0.1331	0.0061	21.6636
230	63.1328	1.4727	66.46	0.7200	B	0.9000	0.1473	0.0126	31.5664	0.1325	0.0107	12.3468
234	64.0400	1.4540	54.03	0.7200	A,B	0.9000	0.1454	0.0126	32.0200	0.1309	0.0107	12.2494
236	64.2933	1.4489	25.80	0.8464	A	0.9000	0.1449	0.0148	32.1467	0.1304	0.0125	10.4071
239	65.5582	1.4240	37.56	0.8989	A	0.9000	0.1424	0.0157	32.7791	0.1282	0.0132	9.7098
251	69.1047	1.3593	94.91	0.7200	A	0.9000	0.1359	0.0126	34.5524	0.1223	0.0104	11.7892
257	70.0663	1.3430	104.78	1.2096	A,B	0.9000	0.1343	0.0211	35.0332	0.1209	0.0173	6.9960
258	70.2049	1.3407	65.63	1.0362	B	0.9000	0.1341	0.0181	35.1025	0.1207	0.0148	8.1485
262	71.9569	1.3123	15.08	0.5825	B	0.9000	0.1312	0.0102	35.9785	0.1181	0.0083	14.3091
264	72.3898	1.3055	15.99	0.8295	A	0.9000	0.1306	0.0145	36.1949	0.1175	0.0117	10.0414
265	72.5856	1.3025	12.17	0.8604	A	0.9000	0.1303	0.0150	36.2928	0.1172	0.0150	7.8155
267	74.2944	1.2767	37.40	1.0252	A	0.9000	0.1277	0.0179	37.1472	0.1149	0.0143	8.0538
269	76.6655	1.2430	33.84	0.9715	A,B	0.9000	0.1243	0.0169	38.3328	0.1119	0.0133	8.4392

100x												
No	2theta	d	I/I0	FWHM	Matched	K	Lamda	B	Theta	K*Lamda	B*cos theta	D
82	25.8000	3.4503	182.73	0.4014	B	0.9000	0.3450	0.0070	12.9000	0.3105	0.0068	45.5118
95	27.5783	3.2317	820.84	0.6000	A	0.9000	0.3232	0.0105	13.7892	0.2909	0.0102	28.5234
147	36.1009	2.4859	201.33	1.2597	A	0.9000	0.2486	0.0220	18.0505	0.2237	0.0209	10.6961
166	39.1114	2.3012	108.32	0.5600	A,B	0.9000	0.2301	0.0098	19.5557	0.2071	0.0092	22.4288
181	41.2589	2.1863	81.64	0.5600	A	0.9000	0.2186	0.0098	20.6295	0.1968	0.0092	21.4553
199	43.9417	2.0588	27.66	0.5600	A	0.9000	0.2059	0.0098	21.9709	0.1853	0.0091	20.3886
239	54.2732	1.6888	417.55	0.3986	A	0.9000	0.1689	0.0070	27.1366	0.1520	0.0062	24.4007
241	54.5400	1.6812	6.48	0.0515	B	0.9000	0.1681	0.0009	27.2700	0.1513	0.0245	6.1650
253	56.4712	1.6282	214.63	1.5792	A	0.9000	0.1628	0.0275	28.2356	0.1465	0.0242	6.0485
280	62.7812	1.4788	142.41	0.9600	A	0.9000	0.1479	0.0167	31.3906	0.1331	0.0143	9.3365
281	62.9403	1.4755	71.12	0.9600	B	0.9000	0.1476	0.0167	31.4702	0.1328	0.0142	9.3235
286	63.7662	1.4583	76.51	0.6169	A,B	0.9000	0.1458	0.0108	31.8831	0.1312	0.0092	14.3126
309	68.9913	1.3601	24.06	0.9600	A	0.9000	0.1360	0.0167	34.4957	0.1224	0.0138	8.8941
315	69.9000	1.3446	79.53	0.9585	A,B	0.9000	0.1345	0.0167	34.9500	0.1210	0.0137	8.8409
326	72.2471	1.3066	81.78	0.9600	A	0.9000	0.1307	0.0167	36.1236	0.1176	0.0135	8.7178
334	74.3844	1.2743	72.66	0.9600	A	0.9000	0.1274	0.0167	37.1922	0.1147	0.0133	8.6211
336	75.4004	1.2596	13.63	0.4500	B	0.9000	0.1260	0.0079	37.7002	0.1134	0.0063	18.1382
338	76.4793	1.2445	51.03	0.8464	A	0.9000	0.1245	0.0148	38.2397	0.1120	0.0116	9.6357
342	77.4056	1.2319	25.53	0.9600	B	0.9000	0.1232	0.0167	38.7028	0.1109	0.0130	8.5076

Lampiran 6. Data uji aktivitas fotokatalisis

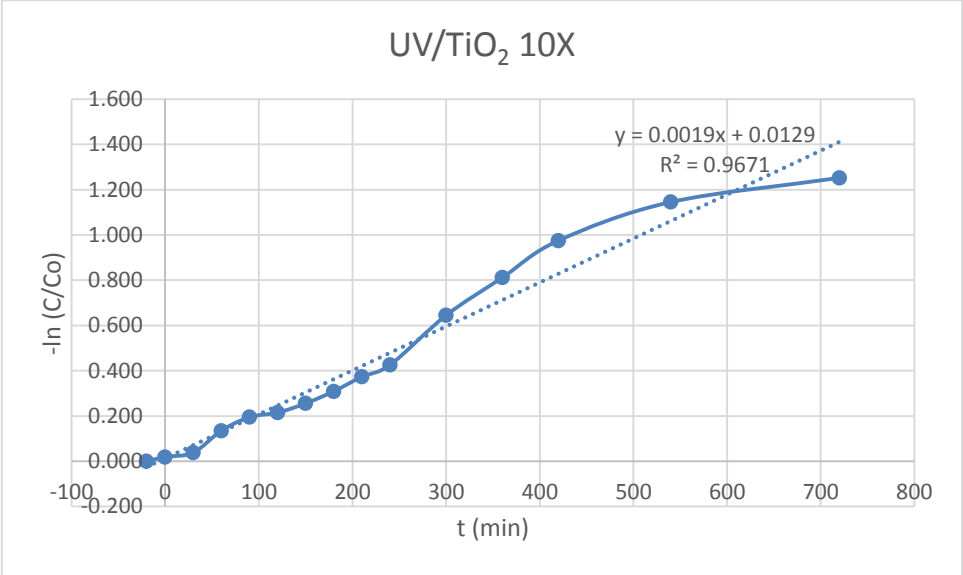
- *Perhitungan orde reaksi*

Perlakuan	Menit ke-	ABS	Konsentrasi (ppm)	C/Co	Ln(C/Co)	(- ln(C/Co))
TiO2 gelap	-20	0.377	5.061	1	0.000	0.000
	0	0.376	5.048	0.997	-0.003	0.003
	30	0.366	4.911	0.970	-0.030	0.030
	60	0.359	4.816	0.951	-0.050	0.050
	90	0.353	4.734	0.935	-0.067	0.067
	120	0.354	4.747	0.938	-0.064	0.064
	150	0.355	4.761	0.941	-0.061	0.061
	180	0.354	4.747	0.938	-0.064	0.064
	210	0.356	4.775	0.943	-0.058	0.058
	240	0.354	4.747	0.938	-0.064	0.064
	300	0.353	4.734	0.935	-0.067	0.067
	360	0.352	4.720	0.933	-0.070	0.070
	420	0.352	4.720	0.933	-0.070	0.070
	540	0.351	4.706	0.930	-0.073	0.073
	720	0.351	4.706	0.930	-0.073	0.073
UV	-20	0.376	5.048	1.000	0.000	0.000
	0	0.376	5.048	1.000	0.000	0.000
	30	0.373	5.007	0.992	-0.008	0.008

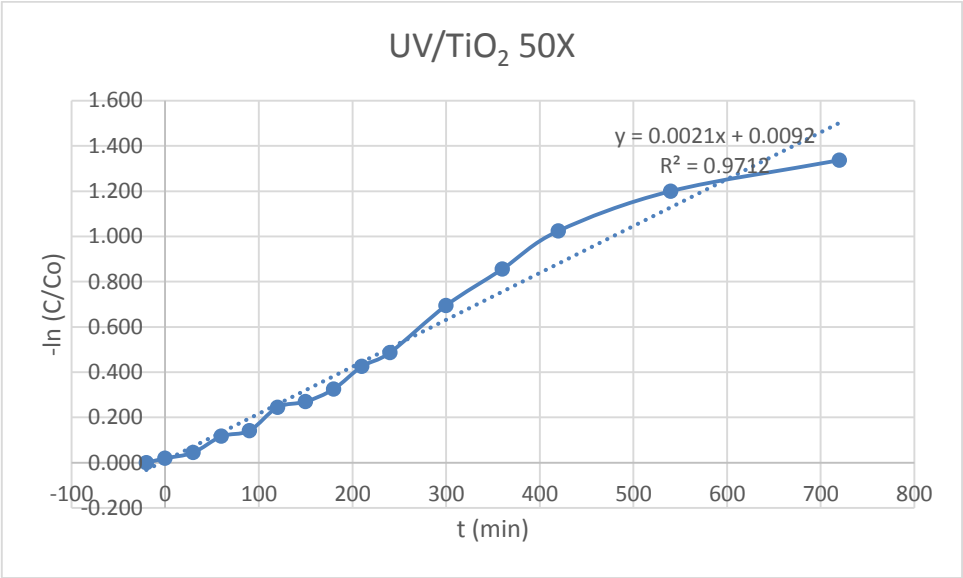
	60	0.369	4.952	0.981	-0.019	0.019
	90	0.369	4.952	0.981	-0.019	0.019
	120	0.37	4.966	0.984	-0.016	0.016
	150	0.368	4.939	0.978	-0.022	0.022
	180	0.368	4.939	0.978	-0.022	0.022
	210	0.367	4.925	0.976	-0.025	0.025
	240	0.365	4.898	0.970	-0.030	0.030
	300	0.365	4.898	0.970	-0.030	0.030
	360	0.363	4.870	0.965	-0.036	0.036
	420	0.365	4.898	0.970	-0.030	0.030
	540	0.363	4.870	0.965	-0.036	0.036
	720	0.362	4.857	0.962	-0.039	0.039
UV/TiO2 10X	-20	0.379	5.089	1.000	0.000	0.000
	0	0.372	4.993	0.981	-0.019	0.019
	30	0.365	4.898	0.962	-0.038	0.038
	60	0.332	4.447	0.874	-0.135	0.135
	90	0.313	4.187	0.823	-0.195	0.195
	120	0.307	4.105	0.807	-0.215	0.215
	150	0.295	3.941	0.774	-0.256	0.256
	180	0.28	3.736	0.734	-0.309	0.309
	210	0.263	3.504	0.689	-0.373	0.373
	240	0.25	3.327	0.654	-0.425	0.425
	300	0.202	2.671	0.525	-0.645	0.645
	360	0.172	2.261	0.444	-0.811	0.811
	420	0.147	1.919	0.377	-0.975	0.975
	540	0.125	1.619	0.318	-1.145	1.145
	720	0.113	1.455	0.286	-1.252	1.252
UV/TiO2 50X	-20	0.37	4.966	1.000	0.000	0.000
	0	0.363	4.870	0.981	-0.019	0.019
	30	0.354	4.747	0.956	-0.045	0.045
	60	0.33	4.419	0.890	-0.117	0.117
	90	0.322	4.310	0.868	-0.142	0.142
	120	0.291	3.887	0.783	-0.245	0.245
	150	0.284	3.791	0.763	-0.270	0.270
	180	0.269	3.586	0.722	-0.326	0.326
	210	0.244	3.245	0.653	-0.426	0.426
	240	0.23	3.053	0.615	-0.486	0.486
	300	0.188	2.480	0.499	-0.695	0.695
	360	0.161	2.111	0.425	-0.856	0.856
	420	0.137	1.783	0.359	-1.024	1.024
	540	0.116	1.496	0.301	-1.200	1.200
	720	0.102	1.305	0.263	-1.337	1.337
UV/TiO2 100X	-20	0.372	4.993	1.000	0.000	0.000
	0	0.364	4.884	0.978	-0.022	0.022
	30	0.344	4.611	0.923	-0.080	0.080
	60	0.324	4.337	0.869	-0.141	0.141

	90	0.297	3.969	0.795	-0.230	0.230
	120	0.279	3.723	0.746	-0.294	0.294
	150	0.254	3.381	0.677	-0.390	0.390
	180	0.233	3.094	0.620	-0.479	0.479
	210	0.217	2.876	0.576	-0.552	0.552
	240	0.202	2.671	0.535	-0.626	0.626
	300	0.154	2.015	0.404	-0.907	0.907
	360	0.129	1.673	0.335	-1.093	1.093
	420	0.105	1.346	0.269	-1.311	1.311
	540	0.093	1.182	0.237	-1.441	1.441
	720	0.083	1.045	0.209	-1.564	1.564

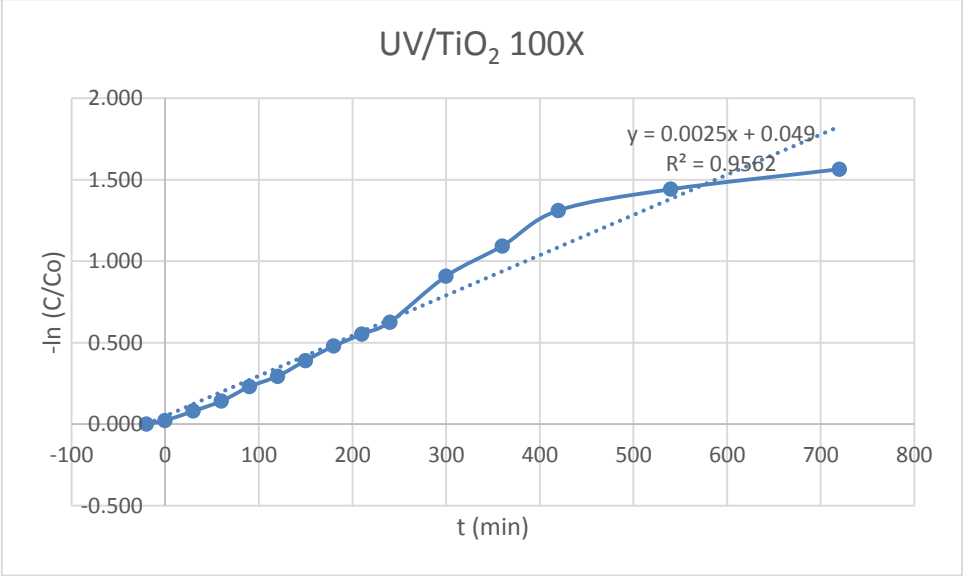
- *Grafik orde 1 TiO_2 10x*



- *Grafik orde 1 TiO2 50x*



- *Grafik orde 1 TiO_2 100x*



DAFTAR RIWAYAT HIDUP

Cahya Mulia Arnanto lahir di Jakarta pada tanggal 28 Maret 1993. Penulis merupakan putra dari pasangan Arwanto dan Sri Maryani dan merupakan anak kedua dari dua bersaudara. Saat ini penulis bertempat tinggal di Jalan Tarumanegara Atas No.37, Jatisampurna, Bekasi 17432

Penulis menyelesaikan pendidikan formal di SD Negeri Jatimurni III (1999–2005), SMP Negeri 81 Jakarta (2005–2008), SMA Negeri 61 Jakarta (2008–2011), dan berkuliah sebagai mahasiswa Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta melalui jalur SNMPTN Tertulis pada tahun 2011.

Selama menempuh pendidikan tinggi pernah menjadi Asisten Dosen untuk mata kuliah Praktikum Kimia Dasar I dan Praktikum Kinetika Kimia. Aktif dalam organisasi di Badan Eksekutif Mahasiswa Jurusan (BEMJ) Kimia sebagai staff Departemen Pengembangan Sumber Daya Mahasiswa (PSDM) pada periode 2012/2013 dan 2013/2014, kemudian staff Departemen Kaderisasi Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas (BEMF) MIPA pada periode 2014/2015.

Selain keorganisasian, di jurusan kimia penulis juga terlibat dalam kepanitiaan beberapa acara diantaranya, Chemistry is FUN (CIF), Kunjungan Industri, Pelatihan Kepemimpinan Mahasiswa Jurusan (PKMJ), Ketua pelaksana Masa Pengenalan Akademik (MPA) tingkat jurusan dan Ketua pelaksana Temu Kimia (TEKIM) UNJ XVII. Di fakultas terlibat dalam kepanitiaan Masa Pengenalan Akademik (MPA) tingkat fakultas sebagai Koor. Kedisiplinan. Di luar Universitas, penulis terlibat sebagai *volunteer* dalam acara SEA Games XXVI 2011, dan *Student Volunteer* dalam acara *3rd International Conference on Advanced Material dan Practical Nanotechnology* (ICAMPN) 2014.