

**SINTESIS TiO<sub>2</sub> NANOPARTIKEL NON HIDROLISIS UNTUK  
FOTODEGRADASI ZAT WARNA METILEN BIRU**

**Skripsi**

**Untuk memenuhi sebagian persyaratan  
mencapai derajat sarjana S-1**

**Program Studi Kimia**



Diajukan Oleh

**Abdullah**  
(NIM:08630012)

**Kepada**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA  
YOGYAKARTA**

**2012**



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Abdullah  
NIM : 08630012  
Judul Skripsi : Sintesis  $\text{TiO}_2$  Nanopartikel Nonhidrolisis untuk Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang kimia.

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Yogyakarta, 31 Oktober 2012

Pembimbing,

Imelda Fajriati, M.Si

NIP. 19750725 20003 2 001



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Nota Dinas Konsultan Skripsi

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Abdullah  
NIM : 08630012  
Judul Skripsi : Sintesis  $\text{TiO}_2$  Nanopartikel Nonhidrolisis untuk Fotodegradasi  
Zat Warna Metilen Biru

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang kimia.

Yogyakarta, 31 Oktober 2012

Konsultan,

Pedy Artsanti, M.Sc



**SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Hal : Nota Dinas Konsultan Skripsi

Lamp : -

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi

UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta

di Yogyakarta

*Assalamu'alaikum wr. wb.*

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku konsultan berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Abdullah  
NIM : 08630012  
Judul Skripsi : Sintesis TiO<sub>2</sub> Nanopartikel Nonhidrolisis untuk Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang kimia.

Yogyakarta, 31 Oktober 2012

Konsultan,

Karmanto, M.Si

NIP. 19820504 200912 1 005



**PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR**

Nomor : UIN.02/D.ST/PP.01.1/3610/2012

Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Sintesis  $\text{TiO}_2$  Nanopartikel Non Hidrolisis Untuk Fotodegradasi  
Zat Warna Metilen Biru

Yang dipersiapkan dan disusun oleh :  
Nama : Abdullah  
NIM : 08630012  
Telah dimunaqasyahkan pada : 22 Oktober 2012  
Nilai Munaqasyah : A / B

Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

**TIM MUNAQASYAH :**

Ketua Sidang

Imelda Fajriati, M.Si  
NIP.19750725 200003 2 001

Penguji I

Pedy Artsanti, M.Sc

Penguji II

Karmanto, M.Sc  
NIP.19820504 200912 1 005

Yogyakarta, 31 Oktober 2012  
UIN Sunan Kalijaga  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Dekan



Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, M.A, Ph.D  
NIP. 19580919 198603 1 002

## SURAT PERNYATAAN KEASLIAN

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Abdullah

NIM : 08630012

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi


Menyatakan dengan sesungguhnya dan sejujurnya, bahwa skripsi saya yang berjudul :

**SINTESIS TiO<sub>2</sub> NANOPARTIKEL NONHIDROLISIS UNTUK  
FOTODEGRADASI ZAT WARNA METILEN BIRU**

Adalah asli hasil penelitian saya sendiri dan bukan plagiasi hasil karya orang lain.

Yogyakarta, 24 september 2012

Yang menyatakan

  
Abdullah  
NIM. 08630012

MOTTO

***Tinta yang Digoreskan dengan KETULUSAN***

***Hati Nurani***

***Lebih Tajam dari Pedang***

***(Abdullah)***

***Nikmatilah...!!!***

***(Ewo El-Scoudinger)***

***Hanya sedikit yang PAHAM, dari sekian yang paham  
hanya sedikit yang SADAR, dari sekian yang sadar hanya  
sedikit yang BERGERAK, dari sedikit yang bergerak  
hanya sedikit yang BERTAHAN***

***(Emakku "Anisa")***

## **PERSEMBAHAN**

*Karya ini didedikasikan kepada:*

*Emakku*

*Kakak-kakakku dan Sahabat-sahabatku*

*Serta*

*Untuk Almamaterku Tercinta*

*Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi*

*Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta*



## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Segala puji bagi Allah SWT tuhan semesta alam. Hanya kepada-Nya kami memohon dan meminta pertolongan. “KUN FAYAKUN” apa yang Ia kehendaki pastilah terjadi. Shalawat dan salam selalu tercurahkan kepada nabi akhir zaman Muhammad SAW yang telah membimbing kami dari jalan yang gelap menuju jalan yang terang disisi-Nya.

Skripsi dengan judul “Sintesis  $\text{TiO}_2$  Nanopartikel Non Hidrolisis untuk Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru”, disusun sebagai syarat kelulusan tingkat sarjana strata satu jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Sunan Kalijaga Yogyakarta. Dalam penyusunan skripsi ini, baik pada saat persiapan dan pelaksanaan penelitian, penulis menyadari bahwa banyak pihak yang telah memberikan kontribusi, baik berupa bantuan, dukungan, bimbingan maupun kritik yang membangun. Untuk itu dalam kesempatan ini, dengan penuh kerandahan hati penulis ingin memberikan ucapan terimakasih sekaligus permohonan maaf kepada:

1. Prof. Drs. H. Akh. Minhaji, MA, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Esti Wahyu Widowati, M. Si. M. Biotech., selaku ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
3. Imelda Fajriati, M.Si., dosen pembimbing yang dengan ikhlas dan sabar dalam membantu dan membimbing dalam penyusunan skripsi ini.
4. Dosen-dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang ikut membantu.

5. A. Wijayanto, S.Si., Indra Nafiyanto, S.Si., dan Isni Gustanti, S.Si. selaku laboran Laboratorium Kimia UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah memberikan pengarahan dan dorongan selama melakukan penelitian.
6. Seluruh Staf Karyawan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu urusan administrasi dengan baik.
7. Ibu dan Kakak-kakakku tercinta, yang tak henti-hentinya mendoakanku dan dengan ikhlas memberikan motivasi, nasihat, serta dukungan.
8. Titik Purwaningsih yang selalu membantu, menjaga semangatku dengan nasehat dan perhatiannya.
9. Bere, Elfa, Elvin, Awan, Rifat dan Avan rekan yang membuatku selalu terhibur dengan pertemuan yang rutin di akhir pekan.
10. Teman-teman kimia angkatan 2008 Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga.
11. Tentunya semua pihak yang tidak bisa kami sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan-kekurangan, walaupun penulis sudah berusaha semaksimal mungkin untuk membuat yang terbaik. Untuk itu dengan segala kerendahan hati dan dengan tangan terbuka kami mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak demi perbaikan penulisan selanjutnya. Semoga penulisan skripsi ini bermanfaat bagi penulis khususnya dan bagi pembaca umumnya, Amiiin ya Rabbal Alamiin!!!.

**DAFTAR ISI**

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN</b> .....	vi
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	vii
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	viii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiv
<b>ABSTRAK</b> .....	xv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang .....	1
B. Batasan masalah .....	4
C. Rumusan Masalah .....	4
D. Tujuan Penelitian .....	5
E. Manfaat Penelitian .....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI</b>	
A. Tinjauan Pustaka .....	6
B. Dasar Teori .....	8
1. Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	8
2. Fotokatalis .....	10

3. Mekanisme Fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	12
4. Sintesis Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	15
5. Metilen Biru .....	16
6. Difraksi Sinar X (XRD) .....	18
7. Spektrofotometri Inframerah (FTIR) .....	19
8. Spektrofotometri UV-Vis .....	20
 <b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
A. Waktu dan Tempat .....	23
B. Alat dan Bahan .....	23
C. Prosedur Penelitian .....	24
1. Sintesis Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	24
2. Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	24
3. Studi Degradasi Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) Terhadap Metilen Biru .....	25
 <b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
A. Sintesis Nanopartikel TiO <sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel Non Hidrolisis .....	28
B. Karakterisasi Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG .....	30
C. Uji Aktifitas Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Terhadap Metilen Biru .....	35
 <b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
A. Kesimpulan .....	45
B. Saran .....	46
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	47

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Tiga Bentuk Kristal Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	10
Gambar 2. Skema Mekanisme Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	13
Gambar 3. Difraksi Sinar X .....	18
Gambar 4. Skema Spektrofotometer .....	21
Gambar 5. Spektra Difraksi Sinar X (XRD) Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG .....	30
Gambar 6. Perbandingan Spektra Difraksi Sinar X (XRD) Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG, TiO <sub>2</sub> P25 Degussa, TiO <sub>2</sub> Anatase JCPDS dan TiO <sub>2</sub> Rutil JCPDS .....	32
Gambar 7. Spektra Inframerah (FT-IR) Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG .....	33
Gambar 8. Perbandingan Spektra Inframerah (FT-IR) TiO <sub>2</sub> P25 Degussa (a) dan Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG (b) ...	34
Gambar 9. Kurva Hubungan Antara Absorbansi dengan Konsentrasi Metilen Biru 5 ppm .....	35
Gambar 10. Kurva Larutan Standar Metilen Biru .....	36
Gambar 11. Perbandingan Aktifitas Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG dengan dan Tanpa Paparan Sinar UV .	38
Gambar 12. Hasil fotodegradasi Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Berbagai Konsentrasi Metilen Biru .....	40
Gambar 13. Hasil fotodegradasi Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Berbagai Konsentrasi Metilen Biru .....	42
Gambar 14. Hasil fotodegradasi Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG A. dengan Regenerasi B. Tanpa Regenerasi .....	43

**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1: Diffaktogram XRD Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG .....	51
Lampiran 2: Spektra IR Nanopartikel TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode NSG .....	53
Lampiran 3: Panjang Gelombang Maksimun Larutan Metilen Biru .....	54
Lampiran 4: Kurva Standar Larutan Metilen Biru .....	55
Lampiran 5: Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan TiO <sub>2</sub> Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Variasi Waktu.....	56
Lampiran 6: Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan TiO <sub>2</sub> Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Variasi Konsentrasi Larutan Metilen Biru .....	57
Lampiran 7: Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan TiO <sub>2</sub> Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Variasi pH Larutan Metilen Biru .....	58
Lampiran 8: Regenerasi TiO <sub>2</sub> untuk Pemakaian Kembali .....	59
Lampiran 9: Dokumentasi Proses Penelitian .....	60
Lampiran 10: Data JCPDS Kristal TiO <sub>2</sub> Anatase .....	61
Lampiran 11: data JCPDS Kristal TiO <sub>2</sub> rutile .....	62
Lampiran 12: Perhitungan Fotodegradasi .....	63
Lampiran 13: Perhitungan Ukuran Kristal .....	64
Lampiran 14: Perhitungan Komposisi Anatase dan Rutile .....	65

## INTISARI

### SINTESIS TiO<sub>2</sub> NANOPARTIKEL NON HIDROLISIS UNTUK FOTODEGRADASI ZAT WARNA METILEN BIRU

Oleh:

Abdullah  
NIM 08630012

Pembimbing:

Imelda Fajriati. M. Si.  
NIP 19750725 200003 2 001

---

Telah dilakukan sintesis titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) nanopartikel dari prekursor TiCl<sub>4</sub> dan etanol dengan metode *nonhidrolisis sol-gel* (NSG) untuk fotodegradasi zat warna metilen biru (MB). Karakterisasi fasa kristalin, ukuran partikel dilakukan dengan difraksi sinar X (XRD) sedangkan gugus-gugus fungsi TiO<sub>2</sub> dilakukan dengan spektrofotometri inframerah (FT-IR).

Uji aktifitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> terhadap degradasi zat warna metilen biru dilakukan dengan bantuan cahaya *ultraviolet black light* (UV-BL) dengan panjang 250-370. Berdasarkan data hasil percobaan, diketahui bahwa kondisi optimum degradasi zat warna metilen biru menggunakan fotokatalis TiO<sub>2</sub> adalah 24 jam dengan konsentrasi optimum 30 ppm dan pH larutan zat warna metilen biru adalah 10.

---

Kata kunci: Nanopartikel TiO<sub>2</sub>, fotodegradasi dan Metilen Biru

# BAB I

## PENDAHULUAN

### A. Latar Belakang Masalah

Air merupakan sumber kehidupan, oleh karena itu air menjadi senyawa paling penting bagi seluruh makhluk hidup. Air mempunyai rumus kimia  $H_2O$  dengan satu molekul air tersusun dari dua atom hidrogen dan satu atom oksigen yang terikat secara kovalen. Air merupakan suatu pelarut yang penting, sifat ini mengakibatkan air dapat melarutkan berbagai zat tak terkecuali buangan industri. Hal inilah yang menyebabkan air tidak memenuhi standar mutu air dan sangat berbahaya bagi kehidupan.

Perkembangan industri di Indonesia tidak bisa dihindari, sebagaimana dua mata uang. Industri membuat manusia semakin mudah dan meningkatkan kualitas hidupnya, namun disisi lain berbagai zat yang mencemari perairan dapat merugikan manusia itu sendiri. Bahan pencemar dapat berasal dari senyawa organik maupun anorganik, adapun salah satu senyawa organik yang dapat mencemari lingkungan yang akibat aktivitas industri adalah zat warna yang terdapat dalam limbah industri tekstil. Pembuangan zat warna ke dalam air menyebabkan rusaknya kualitas air itu sendiri, akibat sifat toksik dan karsinogenik dari zat warna tersebut.

Brown (1999) mengemukakan bahwa untuk pengolahan limbah berwawasan lingkungan harus mengikuti prinsip empat – r yaitu *reduce* (minimisasi), *reuse* (pemakaian kembali), *recycle* (daur ulang) dan *recovery*



(perolehan kembali) akan tetapi kebanyakan industri di Indonesia belum dapat mengikuti empat prinsip di atas, sehingga banyak industri yang tidak dapat memanfaatkan limbahnya kembali.

Akhir-akhir ini hasil buangan industri, khususnya yang membahayakan kehidupan telah mendapatkan perhatian lebih dari kalangan ilmuwan, berbagai metode telah dilakukan, mulai dari metode konvensional sampai modern. Beberapa metode pengolahan limbah konvensional adalah koagulasi, flokulasi, oksidasi reduksi, dan filtrasi. Selama ini metode konvensional dalam menangani limbah kurang maksimal, karena pada dasarnya metode konvensional hanya menciptakan suatu kondisi dimana terdapat polutan yang lebih terkonsentrasi. Pada metode penanganan limbah yang lain seperti metode biodegradasi, klorinasi, dan ozonisasi telah banyak dilakukan, metode ini memberikan hasil yang memuaskan, tetapi relatif memerlukan biaya operasional yang mahal, sehingga menjadi kurang efektif (Yulianingsih, 2006).

Salah satu metode baru yang banyak digunakan adalah metode fotodegradasi limbah, yaitu penanganan limbah yang di dasarkan oleh degradasi limbah akibat bantuan cahaya. Teknik ini menggunakan bahan fotokatalis oksida logam transisi yang memiliki struktur elektronik semi konduktor seperti  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$  dan  $\text{CdO}$ . titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) adalah salah satu bahan semi konduktor yang banyak digunakan. titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) banyak digunakan karena mempunyai aktivitas fotokatalis tinggi, memiliki energi *band gap* ( $E_g$ ) relatif besar, mudah didapat serta mempunyai kestabilan kimia dan ketahanan fotokorosi yang baik dalam semua kondisi. Salah satu cara untuk meningkatkan

efektifitas suatu semi konduktor antara lain dengan menyiapkan bahan fotokatalis yang berukuran lebih kecil. Semakin kecil ukuran partikel fotokatalis, maka makin besar aktifitasnya dalam memfotodegradasi. Hal ini disebabkan karena fotokatalis yang berukuran lebih kecil mempunyai luas permukaan yang lebih besar sehingga interaksi antara fotokatalis dengan zat warna semakin sering (Ekimav dkk., 1985).

Oleh karena semikonduktor  $\text{TiO}_2$  memiliki energi *band gap* ( $E_g$ ) yang relatif besar dan ukuran fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dapat meningkatkan aktifitas fotokataliknya, maka penelitian yang diusulkan ini melakukan sintesis nanopartikel titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), yang diaplikasikan untuk mendegradasi zat warna Metilen Biru. Sintesis dilakukan dengan metode *nonhidrolisis sol-gel* (NSG) yang diikuti kalsinasi  $500^\circ\text{C}$ . Diharapkan titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) berukuran nano yang terbentuk menjadi semakin efektif dalam mendegradasi zat warna Metilen Biru.

## B. Rumusan Masalah

Untuk mempermudah pembahasan, maka dapat dibuat rumusan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana karakterisasi titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) nanopartikel metode NSG menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR)?
2. Bagaimana kondisi optimum dalam fotodegradasi zat warna Metilen Biru oleh fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang meliputi, variasi waktu kontak optimum antara zat warna dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , konsentrasi Metilen Biru dan pH larutan?
3. Bagaimana penggunaan kembali fotokatalis  $\text{TiO}_2$  setelah diregenerasi

## C. Batasan Masalah

Agar penelitian dapat dilakukan dengan tepat dan terarah maka pembatasan masalah yang perlu dibuat sebagai berikut :

1. Karakterisasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  nanopartikel menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR).
2. Prekursor yang digunakan dalam sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  nanopartikel dengan metode NSG adalah titanium tetraklorida ( $\text{TiCl}_4$ ).
3. Metode yang digunakan dalam sintesis titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) nanopartikel adalah metode *nonhidrolisis sol-gel* (NSG).

#### **D. Tujuan Penelitian**

Mengacu terhadap rumusan masalah, maka penelitian ini memiliki tujuan sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui karakterisasi titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) nanopartikel nonhidrolisis hasil sintesis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra Red* (FT-IR).
2. Untuk mengetahui kondisi optimum fotodegradasi zat warna Metilen Biru menggunakan fotokatalis  $\text{TiO}_2$  nanopartikel yang meliputi, variasi waktu kontak optimum antara zat warna dengan fotokatalis  $\text{TiO}_2$ , konsentrasi Metilen Biru dan pH larutan.
3. Untuk mengetahui regenerasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  untuk pemakaian kembali.

#### **E. Manfaat**

1. Penelitian ini nantinya diharapkan dapat bermanfaat dan membantu menangani masalah yang berbasis dengan limbah khususnya limbah zat warna Metilen Biru sehingga diperoleh limbah yang tidak berbahaya untuk dibuang ke dalam perairan.
2. Mengetahui efisiensi kristal titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) dalam ukuran nano untuk dijadikan fotodegradasi zat warna Metilen Biru.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN dan SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1.  $\text{TiO}_2$  yang disintesis menggunakan metode sol-gel memiliki komposisi anatase diatas 80% dibuktikan dengan spektra difraksi sinar X dengan tiga puncak tertinggi pada  $2\theta = 25,5212; 48,3003$  dan  $23,0300^\circ$  dengan nilai jarak antar bidang  $d = 3,48745; 1,88278$  dan  $3,85875\text{\AA}$  yang merupakan puncak khas dari struktur  $\text{TiO}_2$  anatase dan spektra FI-IR pada bilangan gelombang antara  $400\text{-}900\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan vibrasi dan tekuk dari  $\text{TiO}_2$ .
2. Prosentase fotodegradasi Metilen Biru terbesar diperoleh sebesar 99% dengan:
  - a. Waktu optimum 24 jam
  - b. Konsentrasi terdegradasi optimum 30 ppm
  - c. pH optimum 10.
3. Pemakaian kembali fotokatalis  $\text{TiO}_2$  hasil regenerasi mengalami peningkatan aktifitas sebesar 5,38%.

**B. Saran**

1. Perlu dilakukan penentuan kondisi optimum yang lain seperti variasi berat fotokatalis dan intensitas sinar lampu UV.
2. Perlu dilakukan penelitian fotodegradasi metilen biru dengan campuran dua katalis, seperti katalis  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ .
3. Perlu dilakukan penelitian fotodegradasi metilen biru dengan  $\text{TiO}_2$  yang diembankan atau dijadikan komposit.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, dan khairurrijal, 2008, Review: *Sintesis Nanomaterial*, J. Nano Saintek., 1, 2, 33-57
- Andronic, L, Carcel, R, A., and Duta, A., 2009, *Cd<sup>2+</sup> Modified TiO<sub>2</sub> For Methyl Orange Photodegradation*, *Revue Roumaine De Chimie*, 54(4), 309-312
- Attia, A. J., Kadhim, S. H., and Hussein, F. H., 2007, *Photocatalytic Degradation of Textile Dyeing Wastewater Using Titanium Dioxide and Zinc Oxide*, E-J. Chem., 5 (2) : 219–223
- Brown, D.T., 1999, *The 4 Rs – A Framework for Responsible Waste Management*, <http://www.brocku.ca/epi/cief/fours.htm>
- Chen, Y.W., Samuel, 2007, *Preparation of Titania Particles by Thermal Hydrolysis of TiCl<sub>4</sub> in n-propanol solution*, *Materials Chemistry and Physics*, 78, 739–745.
- Cotton, F.A., Wilkinson, G., Murillo, C. A., dan Bochmann, M., 1999, *Advanced Inorganic Chemistry, 6th ed.*, John Willey and Sons Inc., Van Couver
- Corrent, S., Cosa, G., Scaiano, J.C., Galletero, M.S., Alvaro, M., Garcia, H., 1999, *Chem. Mater.*, 13, 715-722
- Correntet, Schichtorl., Lagemaat, V. D., Cheng., Mascarenhas., and Frank., 1999, *Dye-Sensitized TiO<sub>2</sub> Solar Cell: Structural and Photoelectrochemical Characterization of Nanocrystalline Electrodes Formed from Hydrolysis of TiCl<sub>4</sub>*, *Journal Physic Chemistry*, American Chemical Society.
- Ding, Z., 2000, *Syntesis and Karakterisation And Application Of Supported TiO<sub>2</sub> Photocatalytic Oxidation Of Phenol In Water*, PhD thesis, the University of queesland, Australia
- Ekimav, A.I., Efros, A.I.I and Anuchenko, A.A., 1985, *Quantum Size Effect In Semikonduktor Microserystals; Solid State Communication*, 5611, 921-1524.
- Farrel, K. A., 2001., *Synthesis Effects on Grain Size and Phase Content in the Anatase-Rutile TiO<sub>2</sub> System*. Worcester Polytechnic Institute.
- Febrian, 2008, *Hydrothermal Synthesis of Nanocrystalline And Mesoporous Titania From Aqueous Complex Titanyl Oxalate Acid Solutions*. *Chemical Physics Letters*; 388: 411-415
- Fessenden, R.J dan Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik*, Edisi ketiga. Jakarta: Erlangga.

- Gunlazuardi, J., Thahjanto, T.R., 2001, *Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan aktivitas Fotokatalis*, Makara, Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, Vol 5, 2, Seri Sains, Desember, 81-91
- Hamdaoui, O. and Chiha, M., 2006, *Removal of Methylene Blue from Aqueous Solutions by Wheat Bran*, Acta Chim. 54 : 407-418
- Hoffmann, M.R., Martin, S.T., Choi, W., and Bahneman, D.W., 1995, *Environmental Application Of Semiconductor Photo Katalysis*, J. Chem.. rev., 69-96
- Houas, A., Lachhed, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., and Herman, J., 2001, *Photocatalytic Degradation Pathway Of Methylene Blue In Water.*, Appl. Catal. B: Environ., 39, 75-90
- Jarnuzi, 2001. Physical chemistry of semiconductor-liquid interface. J Phys Chem; 100: 13061 – 13078
- Jiang, Bessekhoud, Y. Robert, D., Weber, J.V. 2003. *Preparation of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles By Sol-Gel Route*. International Journal of Photoenergy, 05, St-Avold, France
- Kartini, I., 2004, *Synthesis And Characterization Of Mesostructured Titania For Photoelectrochemical Solar Cells*, PhD thesis, the University of Queensland, Australia.
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Alih bahasa: A. Saptorahardjo. Jakarta: UI-press
- Lachheb, H., Puzenat, E., Houas, A., Ksibi, M., Elalouai, E., guillard, C, and Herman, J. M., 2002, *Photocatalytic Degradation Of Various Types Of Dyes in water by UV-Irradiated Titania*, Appl. Catal. B: environ., 31, 145-157.
- Linsebinger, A.L., Lu, G. dan Yates, J.T., 1995, *Photocatalysis On TiO<sub>2</sub> Surface: Principles, Mechanism And Selected Results*, J. Chem.. rev., 95, 735-758.
- Lowell, S., and Shields, J.E., 1984, *Powder Surface Area and Porosity*, 2<sup>nd</sup> ed., Chapman and Hall Ltd., London.
- Leofanti, G., Tozzola, G., Padovan, M., Petrini, G., Bordiga, S. and Zecchina, A. (1997b). Catal. Today. 34: 329-352
- Niederberger N, Pinna N., *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvent, Synthesis, Assembly and Application*: Chapter 2. Aqueous and Nonaqueous Sol-Gel Chemistry, Spinger, 2009
- Peiro, A.m., Antinio, J., and Domenech, X., 2000, *TiO<sub>2</sub>-Photocatalyzed Degradation Of Phenol And Ortho Phenolic Compounds*, J. Appl. Catal. B, Environ., 359-373.



- Purwitasari, L., 2008, *Immobilisasi TiO<sub>2</sub> Pada Resin Sebagai Fotokatalis Pada Fotoreduksi Ion Ag(I)*, Fakultas MIPA Universitas Gajah Mada.
- Qourzal, S., Tamimi, M., Assabbane, A., and Ait-Ichou, Y., 2009, *Photodegradation of 2-Naphthol Using Nanocrystalline TiO<sub>2</sub>*, M.J. Condensed Mater, 11(2) : 55–59
- Retyantoro, P., 2011, *Sintesis TiO<sub>2</sub> Mesopori Dengan Metode Hidrotermal Dan Aplikasinya Untuk Fotodegradasi Zat Warna Metilen Biru*, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta.
- Sastrohamidjodjo, H, Dr. 2001, *Spektroskopi*. Liberty :Yogyakarta.
- Su Haijia, Li Qiang, TianWei Tan. 2008. *Synthesis of Ion-Imprinted Chitosan-TiO<sub>2</sub> Adsorbent With Immobilization of Nano-TiO<sub>2</sub>*, *J.Chem. Technol Biotechnol.* 81: 1797-1802.
- Tan, K.H., 1991, *Dasar-Dasar Kimia Tanah*, Yogyakarta:UGMPress.
- West, A. R., 1984, *Solid State Chemistry and It's Application*, John Willey and Sons, New York.
- Widihati, I. A. G., Diantariani, N. P., Nikmah, Y. F., 2011, *Fotodegradasi Metilen Biru Dengan Sinar Uv Dan Katalis TiO<sub>2</sub>*. Jurnal kimia. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran.
- Yulianingsih, H., 2006, *Preparasi TiO<sub>2</sub>/Zeolit dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis untuk Degradasi Methyl Orange*, Fakultas MIPA Universitas Gajah Mada
- Zhu, J., Yang, J., Bian, Z.H., Ren, J., Liu, Y.M, Cao, Y., Li, H.X., He, Y.H., Fan, K.F.2007. *Nanocrystalline Anatase TiO<sub>2</sub> Photocatalys Prepared Via A Facile Low Temperature Nonhidrolytic Sol-Gel Reaction Of TiCl<sub>4</sub> And Benzyl Alcohol*. Journal Chemical Environment vol. 76: 82-92, Shanghai.
- <http://aguspur.wordpress.com/2008/10/17/synthesis-nanopartikel-metode-sol-gel/>  
(Diakses pada tanggal 25 November 2011, pada jam 06:30)
- [http://eco-cleanse.net/index.php?p=1\\_8\\_Titanium-Dioxide-](http://eco-cleanse.net/index.php?p=1_8_Titanium-Dioxide-) (Diakses pada tanggal 25 November 2011, pada jam 05:00)
- <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html> (Diakses pada tanggal 25 november 2011, pada jam 05:15)
- <http://www.curvatech.com/2009/09/25/titanium-dioxida-tio2-fotokatalis-photocatalist-yang-potensial/> (Diakses pada tanggal 25 November 2011, pada jam 03:30)

<http://www.websters-online-dictionary.org/definitions/Methylene%20Blue> (Diakses pada tanggal 25 November 20011, pada jam 04:00)

## LAMPIRAN

### 1. Diffaktogram XRD Nanopartikel TiO<sub>2</sub> hasil sintesis menggunakan metode NSG

\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group name : Data 2011  
 Data name : Imelda 4  
 File name : Imelda 4. PKR  
 Sample nam : Abdullah  
 Comment : Abdullah

#### # Strongest 3 Peaks

no.	Peak No.	2Theta (deg)	d (A)	I/II	FWHM (deg)	Intensity (counts)	Integrated int (Counts)
1	4	25.5212	3.48745	100	0.43670	811	18685
2	12	48.3003	1.88278	29	0.50470	233	5640
3	2	23.0300	3.85875	25	0.40760	205	5069

#### # peak data list

Peak No.	2Theta (deg)	d (A)	I/II	FWHM (deg)	Intensity (counts)	Integrated int (Counts)
1	10.8300	8.16264	3	0.90000	24	2938
2	23.0300	3.85875	25	0.40760	205	5069
3	24.8800	3.57585	5	0.32000	38	1469
4	25.5212	3.48745	100	0.43670	811	18685
5	26.2400	3.39352	4	0.16000	33	645
6	34.2450	2.61637	5	0.37000	38	1254
7	37.2125	2.41426	6	0.49500	48	1233
8	38.0208	2.36477	19	0.47440	153	3660
9	38.7800	2.32021	6	0.46000	52	1496
10	43.3406	2.08604	8	0.37470	62	1597
11	47.8800	1.89832	6	0.23340	45	779
12	48.3003	1.88278	29	0.50470	233	5640
13	48.9200	1.86037	3	0.22000	24	502
14	49.5233	1.83911	4	0.44670	33	651
15	54.1210	1.69322	14	0.54200	114	3463
16	55.2893	1.66018	15	0.55470	119	4379
17	62.2200	1.49086	4	0.37340	29	1078
18	62.4600	1.48570	5	0.00000	44	0
19	62.8610	1.47719	12	0.61800	99	3360
20	68.9725	1.36045	4	0.61500	30	1199
21	70.4616	1.33531	5	0.50330	38	1189
22	75.2900	1.26120	6	0.58000	51	2125

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

## # Data Information

Group Name : Data 2012  
Data Name : Imelda  
File Name : Imelda. RAW  
Sample Name : Abdullah  
Comment : Abdullah  
Data & time : 05-15-2012 14:25:36

## # Measurement Condition

## X-ray tube

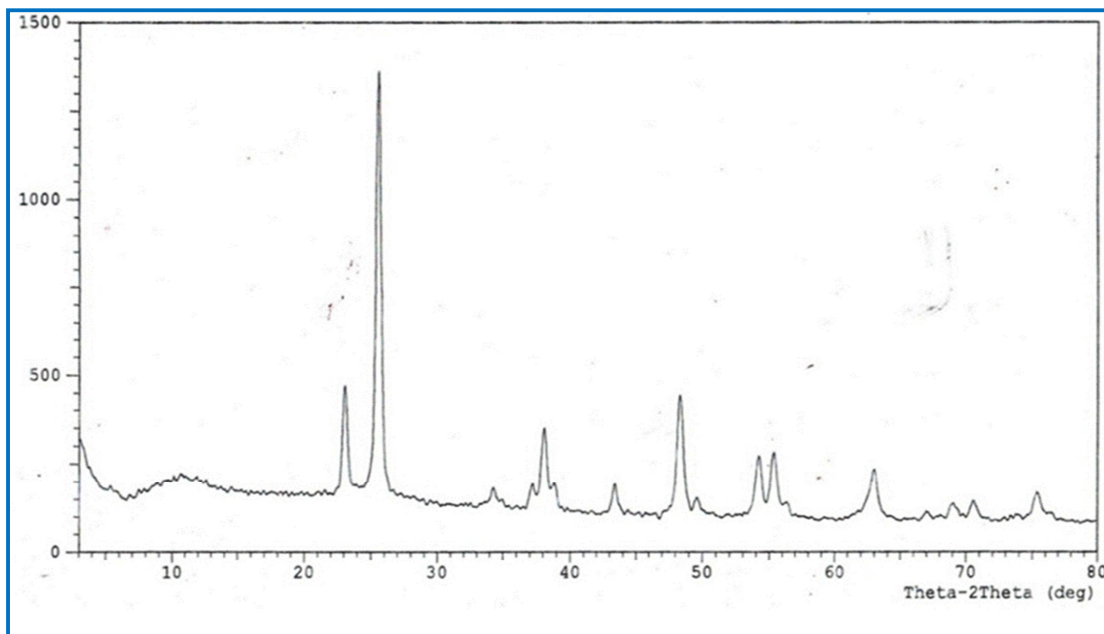
Target : cu  
Voltage : 40.0 (kv)  
Current : 30.0 (mA)

## Slits

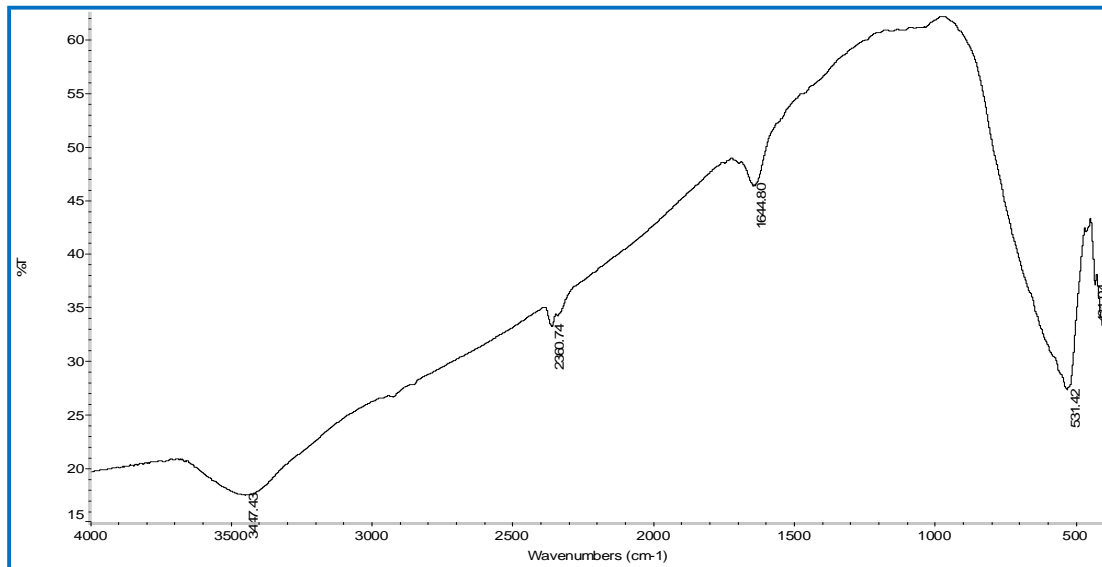
Divergence slit : 1.00 (deg)  
Scatter slit : 1.00 (deg)  
Receiving slit : 0.30 (mm)

## Scanning

Drive axis : Thete-2Theta  
Scan range : 3.0200 – 80.0000 (deg)  
Scan mode : Continous Scan  
Scan speed : 5.0000 (deg/min)  
Sampling pitch : 0.0200 (deg)  
Prset time : 0.2 (sec)



## 2. Spektra IR Nanopartikel TiO<sub>2</sub> hasil sintesis menggunakan metode NSG



Tue May 15 09:28:04 2012 (GMT+07:00)

FIND PEAKS:

Spectrum: TiO<sub>2</sub>  
 Region: 40000.00 400.00  
 Absolute threshold: 63.302  
 Sensitivity: 70

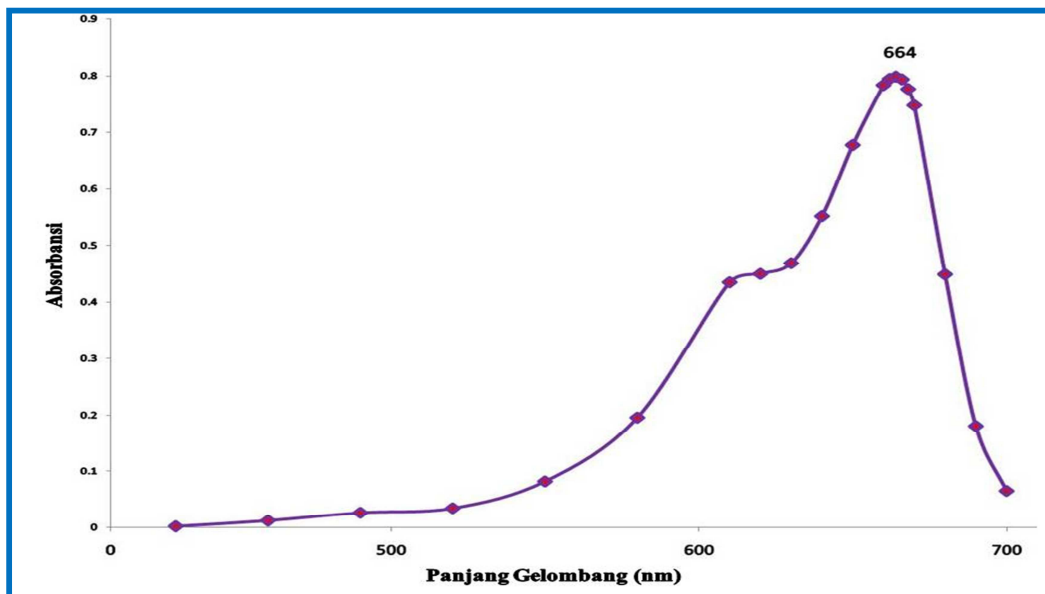
Peak list

Position:	3447.43	Intensity:	17.349
Position:	531.42	Intensity:	27.270
Position:	403.61	Intensity:	31.723
Position:	2360.74	Intensity:	33.141
Position:	431.94	Intensity:	37.052
Position:	1644.80	Intensity:	46.299

### 3. Panjang Gelombang Maksimum Larutan Metilen Biru

No	$\lambda$ (nm)	Absorbansi
1	430	0,001
2	460	0,011
3	490	0,025
4	520	0,033
5	550	0,081
6	580	0,195
7	610	0,434
8	620	0,449
9	630	0,468
10	640	0,551
11	650	0,677
12	660	0,783
13	662	0,794
14	664	0,798
15	666	0,793
16	668	0,776
17	670	0,747
18	680	0,448
19	690	0,180
20	700	0,064

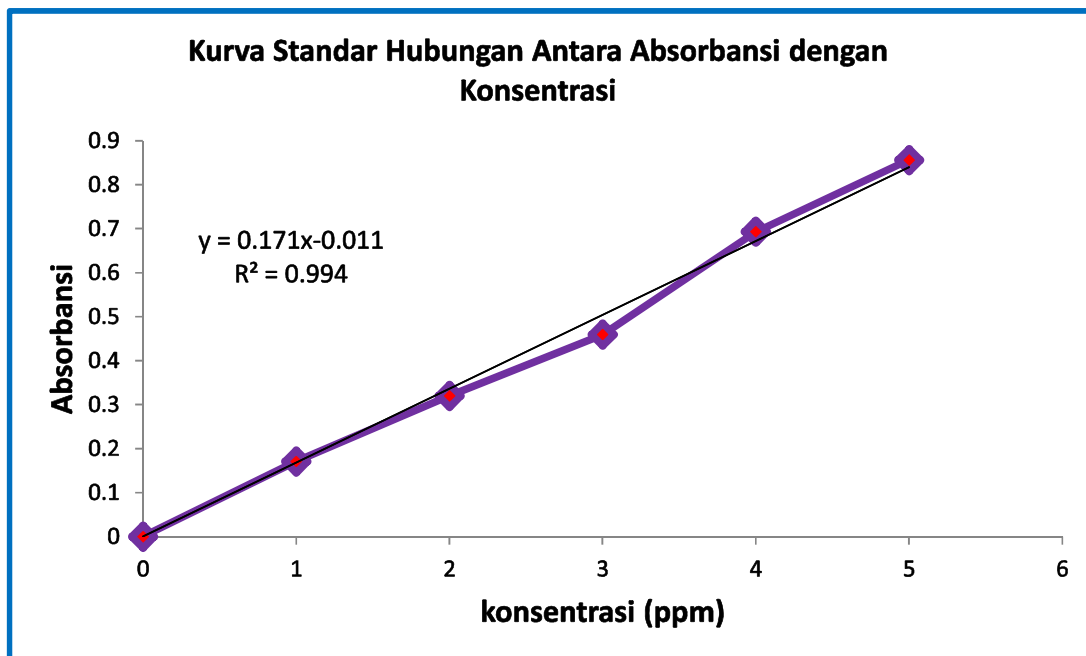
**Grafik Hubungan Antara Absorbansi dengan Panjang Gelombang**



## 4. Kurva Standar Larutan Metilen Biru

No	Konsentrasi MB (ppm)	Absorbansi
1	0	0
2	1	0,171
3	2	0,320
4	3	0,459
5	4	0,693
6	5	0,856

Grafik Hubungan Antara Absorbansi dengan Konsentrasi MB



5. Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan TiO<sub>2</sub> Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan variasi waktu

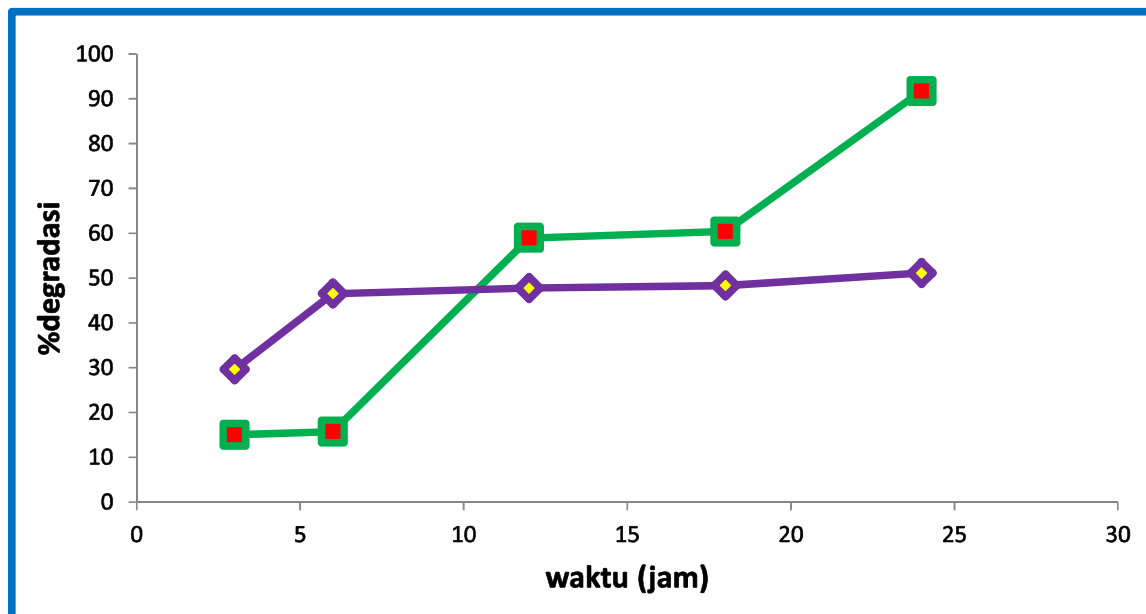
Hasil untuk TiO<sub>2</sub> dengan variasi waktu penyinaran

No	Waku (jam)	Co (ppm)	Ci (ppm)	Cx (ppm)	% degradasi (%)
1	24	10	0,825	9,175	91,75
2	18	10	3,39	6,04	60,4
3	12	10	4,104	5,896	58,96
4	6	10	8,427	1,573	15,73
5	3	10	8,497	1,503	15,03

Hasil untuk TiO<sub>2</sub> Tanpa variasi penyinaran

no	Waku (jam)	Co (ppm)	Ci (ppm)	Cx (ppm)	% degradasi (%)
1	24	10	4,883	5,116	51,16
2	18	10	5,164	4,836	48,36
3	12	10	5,222	4,778	47,78
4	6	10	5,345	4,655	46,55
5	3	10	7,035	2,965	29,65

**Kurva Hubungan Antara Variasi Waktu Penyinaran dan Tanpa Penyinaran dengan Konsentrasi**

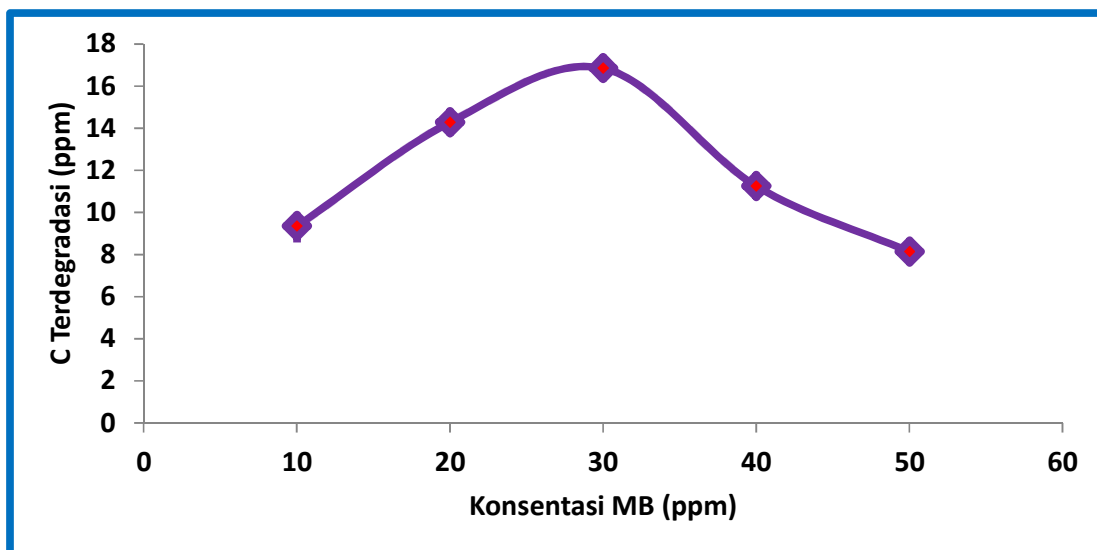




6. Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan  $\text{TiO}_2$  Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Variasi Konsentrasi Larutan Metilen Biru

no	Waku (jam)	Co (ppm)	Ci (ppm)	Cx (ppm)	% degradasi (%)
1	24	10	0,626	9,374	93,74
2	24	20	5,719	14,28	71,41
3	24	30	13,158	16,84	56,14
4	24	40	28,74	11,25	28,12
5	24	50	41,859	8,14	16,28

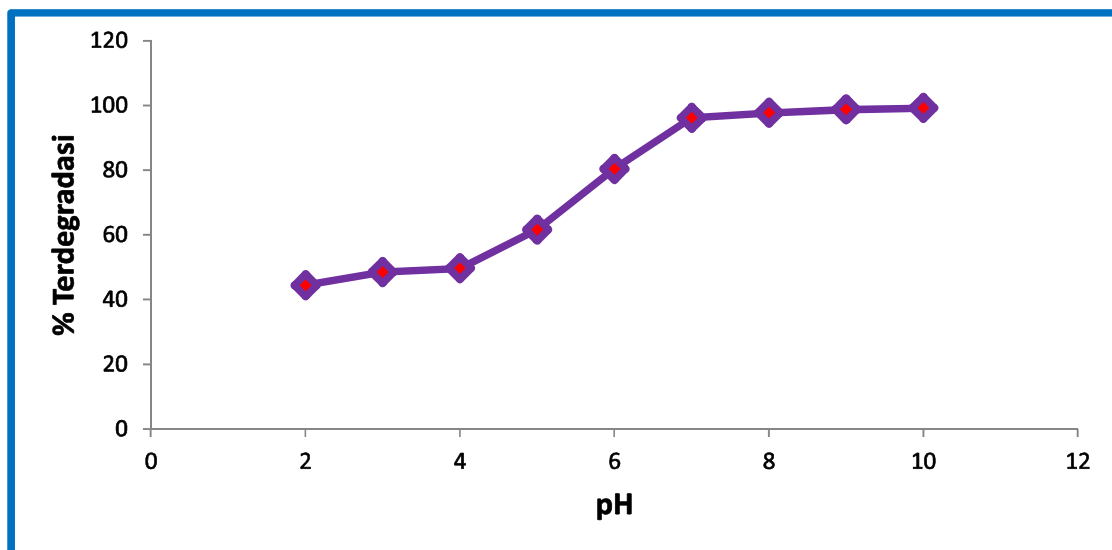
**Kurva Hubungan Antara Konsentrasi dengan Konsentrasi Terdegradasi**



7. Kemampuan Degradasi Metilen Biru dengan TiO<sub>2</sub> Nanopartikel Hasil sintesis Menggunakan Metode NSG dengan Variasi pH Larutan Metilen Biru

no	pH	Co (ppm)	Ci (ppm)	Cx (ppm)	% degradasi (%)
1	2	10	5,561	4,439	44,39
2	3	10	5,152	4,848	48,48
3	4	10	5,035	4,965	49,65
4	5	10	3,842	6,158	61,58
5	6	10	1,965	8,035	80,35
6	7	10	0,386	9,614	96,14
7	8	10	0,234	9,766	97,66
8	9	10	0,123	9,877	98,7
9	10	10	0,082	9,918	99,18

**Kurva Hubungan Antara Variasi pH dengan Konsentrasi**



8. Regenerasi  $\text{TiO}_2$  untuk pemakaian kembali

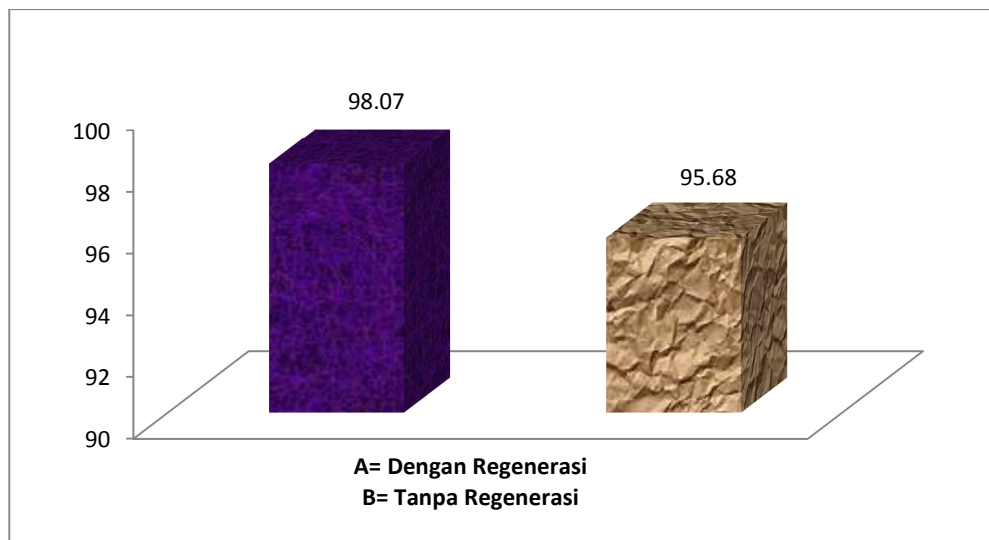
HCl di ukur dengan spektrometrik 20D = 0,081  $\xrightarrow{\text{dikonversi ke konsentrasi}}$  0,538 = 5,38% terdesorpsi

a.  $\text{TiO}_2$  + MB yang sudah diRegenerasi ditambah MB 10ppm

Diukur absorbansinya dengan spektrometrik 20D = 0,055  $\xrightarrow{\text{dikonversi ke konsentrasi}}$  0,386 = 98,07%

b.  $\text{TiO}_2$  + MB tanpa diRegenerasi ditambah MB 10ppm

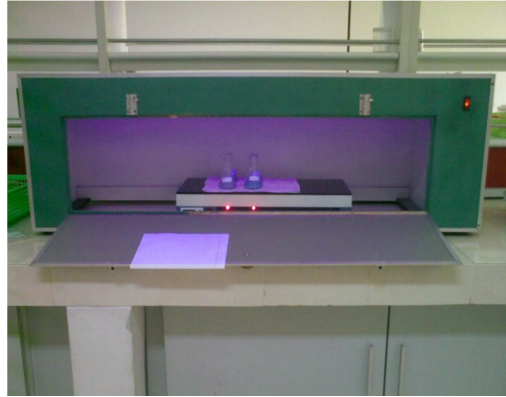
Diukur absorbansinya dengan spektrometrik 20D = 0,137  $\xrightarrow{\text{dikonversi ke konsentrasi}}$  0,865 = 95,68%



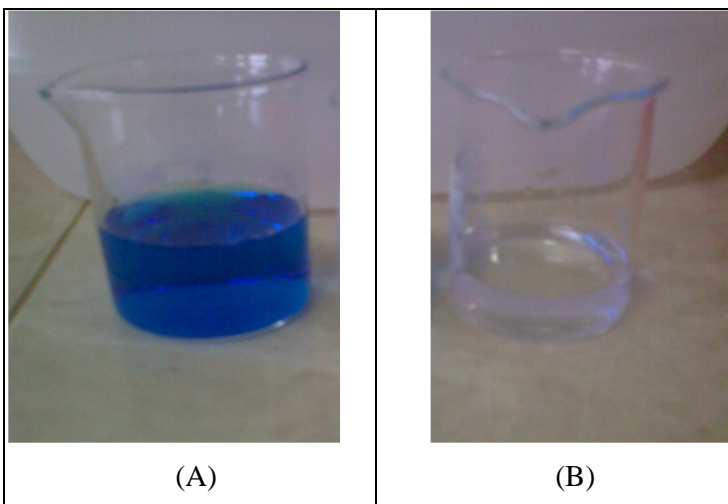
## 9. Dokumentasi Proses Penelitian

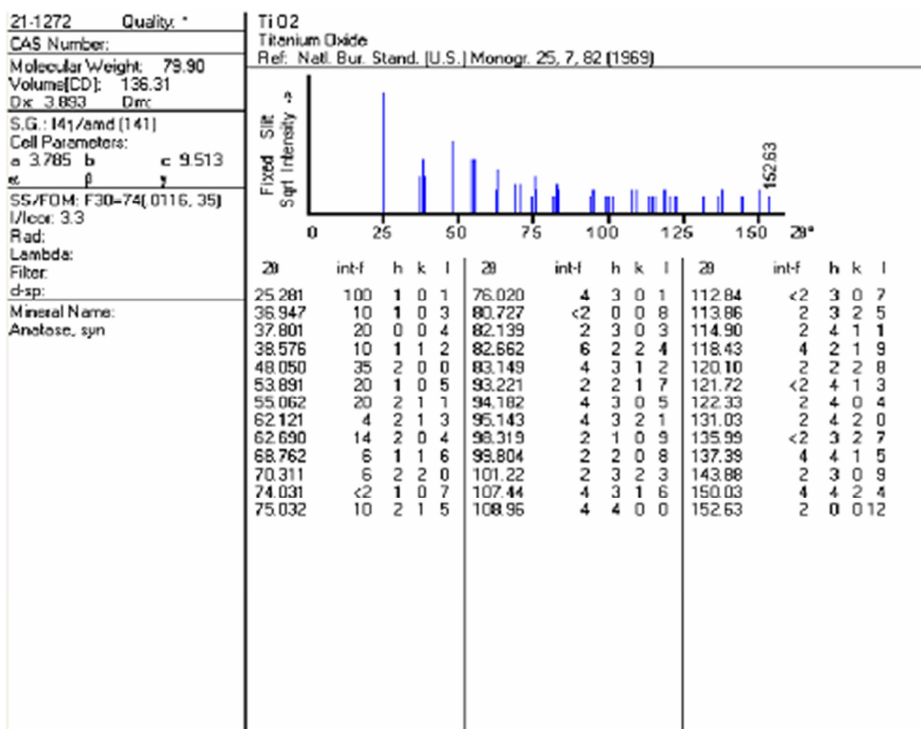


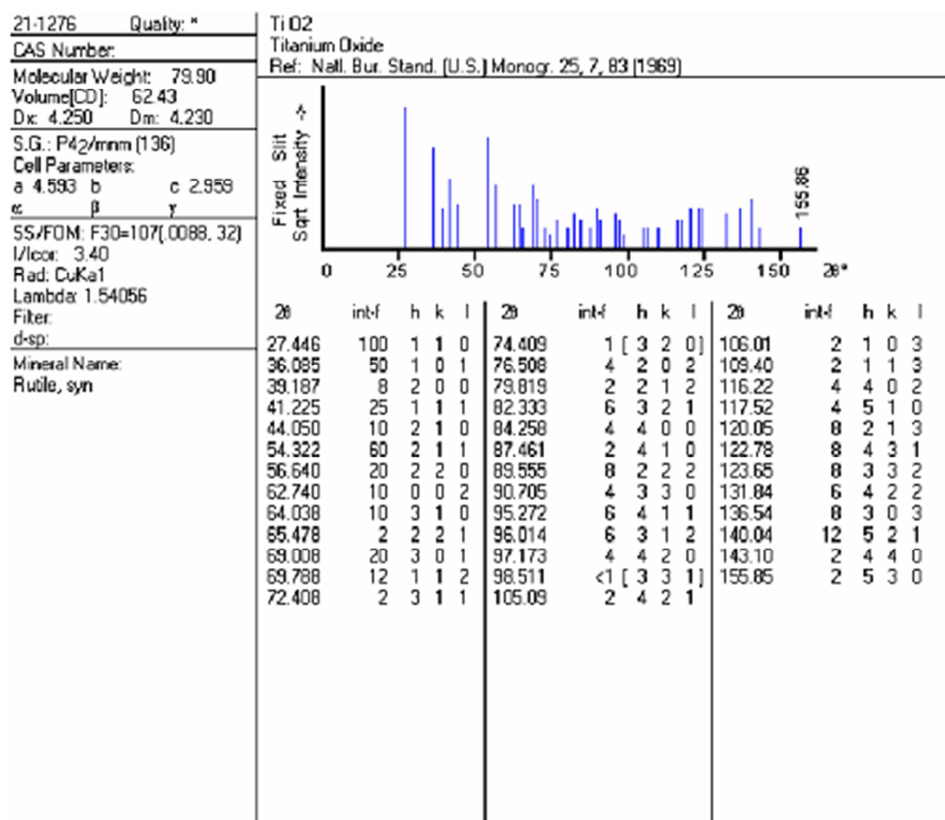
Gambar 1, Spektrorek 20D

Gambar 2, *Ultraviolet black light* (UV-BL)

Gambar 3, Sentrifuge

Gambar 4, (A) Larutan metilen biru sebelum didegradasi  
(B) Larutan metilen biru setelah didegradasi

10. Lampiran Data JCPDS Kristal TiO<sub>2</sub> Fase Anatase

11. Lampiran Data JCPDS Kristal TiO<sub>2</sub> Fase Rutile

## 12. Lampiran Perhitungan

- a. Perhitungan konversi absorbansi ke konsentrasi dengan rumus:

Persamaan garis kurva standar:

$$y = 0,171 x - 0,011$$

$$[\text{konsentrasi (C)}] = \frac{(\text{Absorbansi (y)} + 0,011)}{0,171}$$

Contoh perhitungan:

$$[C] = \frac{(0,86 + 0,011)}{0,171}$$

$$= \frac{0,871}{0,171}$$

$$[C] = 5,094$$

- b. Perhitungan degradasi

$$\% \text{ degradasi} = \frac{(\text{konsentrasi awal} - \text{konsentrasi akhir})}{\text{konsentrasi awal}} \times 100\%$$

$$= \frac{(10 - 5,094)}{10} \times 100\%$$

$$= \frac{(4,906)}{10} \times 100\%$$

$$= 49,06\%$$

## 13. Lampiran Perhitungan Ukuran Kristal (Apparent Crystal Size, ACS)

$$[\text{ACS}] = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Dimana:  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan

$\beta$  adalah lebar puncak pada setengah intensitas

$\cos \theta$  adalah sudut puncak

$$[\text{ACS}] = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,89 \times 1,5406 \text{ \AA}}{\frac{0,43670}{57,2958} \cos 12,7606}$$

$$= \frac{1,371134}{0,0076219 \times 0,975301}$$

$$= \frac{1,371134}{0,007434}$$

$$= 184,45 \text{ \AA}$$

$$[\text{ACS}] = 18,445 \text{ nm}$$

Sehingga Rata-rata Diameter Ukuran Kristal  $\text{TiO}_2$  Hasil Sintesis Adalah = 18,445 nm



## 14. Lampiran Perhitungan Komposisi Anatase dan Rutile

$$X_A = \frac{1}{1 + \frac{1,2651 \times I_R}{I_A}}$$

Dimana:  $X_A$  adalah komposisi anatase dalam serbuk  $TiO_2$

$I_R$  adalah intensitas X-ray dari rutile

$I_A$  adalah intensitas X-ray dari anatase

$$X_A = \frac{1}{1 + \frac{1,2651 \times I_R}{I_A}} \times 100\%$$

$$X_A = \frac{1}{1 + \frac{1,2651 \times 6823}{40657}} \times 100\%$$

$$X_A = \frac{1}{1,2123073} \times 100\%$$

$$X_A = 0,8248 \times 100\%$$

$$X_A = 82,48\%$$

Maka Persentase Anatase dalam  $TiO_2$  Adalah Sebesar 82,48%