

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung. Analisis Difraksi Sinar-X, SEM dan TEM dilakukan di Universitas Gajah Mada (UGM). Penelitian ini dilakukan dari bulan Agustus 2014 sampai dengan bulan Maret 2015.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, pengaduk magnetik, *furnace Lenton 3508*, neraca analitik, difraktometer sinar-X, *SEM JEOL JSM-6510la*, *TEM*, Spektrofotometer UV-Vis, desikator dan peralatan gelas laboratorium.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, titanium isopropoxide (97%), *tween_80*, H₂SO₄ 1M, isopropanol, dan akuades/bides.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Nanokatalis S/TiO_2

Pembuatan nanokatalis S/TiO_2 dilakukan dengan cara menimbang *tween_80* sebanyak 5 gr di dalam wadah botol. Kemudian ditambahkan Isopropanol sebanyak 50 mL dan diaduk selama 10 menit sampai larutan homogen. Setelah itu ditambahkan Ti-isopropoxide 97% ke dalam larutan homogen tersebut sebanyak 3,5 mL, dan diaduk kembali selama 20 menit sampai larutan benar-benar homogen. Kemudian ke dalam larutan homogen tersebut ditambahkan H_2SO_4 1M dengan berbagai variasi (0,57; 1,14; 2,85; 5,70; dan 11,41 gr), setelah itu diaduk selama 12 jam. Lalu larutan homogen tersebut dikeringkan dalam oven dengan dua tahap yaitu, tahap pertama untuk menghilangkan larutan isopropanol dengan suhu 70-80°C selama 24 jam dan tahap kedua untuk menghilangkan asam oleat yang terkandung dalam *tween_80* dengan suhu 110-120°C sampai terbentuk serbuk. Lalu dilakukan kalsinasi secara bertahap sampai suhu 400°C.

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Struktur Kristal

Analisis struktur kristal dilakukan menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X. Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.*, (1973). Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK_{α} (1,5425 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang 15 – 70°, dengan *scan step size* 0,05°/menit. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan

metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program PCPDF 1997 (Drbohlavova *et al.*, 2009).

b. Analisis Morfologi Permukaan Katalis

1. Analisis morfologi permukaan katalis dilakukan menggunakan SEM 0,1 g sampel katalis yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel yang mengandung *sticking tape* tembaga, kemudian sampel dilapisi lapisan tipis emas atau bahan yang bersifat konduktor lainnya (Drbohlavova *et al.*, 2009). Kemudian sampel tersebut diberikan berkas elektron. Berkas elektron akan dipantulkan oleh sampel untuk kemudian ditangkap detektor membentuk foto (Hanke, 2001).

2. Analisis morfologi nanokatalis dilakukan menggunakan TEM. Tahapan persiapan sampel adalah sebagai berikut.
 - a. Sampel dipotong dengan ukuran 3 mm dan ketebalan 100 μm .
 - b. Sampel digerinda tengahnya sampai ketebalan 20 μm .
 - c. Sampel ditembakkan dengan ion argon sampai berlubang.
 - d. Elektron ditembakkan, berkas yang menembus sampel akan dibaca oleh detektor dan diolah menjadi gambar (Bendersky and Gayle, 2001).

3. Uji Aktifitas Fotokatalitik

a. Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini digunakan katalis S/TiO₂ sebanyak 0,08 gr dan metanil *yellow* 100 ppm sebanyak 300 mL.

b. Reaksi fotokatalitik

Uji aktifitas fotokatalitik pada nanokatalis S/TiO₂ dilakukan terhadap senyawa metanil *yellow* dengan mencampurkan sebanyak 0,08 gram nanokatalis S/TiO₂ ke dalam 300 mL metanil *yellow* dengan konsentrasi 100 ppm ke dalam gelas kimia, kemudian dihomogenkan. Setelah itu campuran tersebut dipipet sebanyak 20 mL dengan berbagai variasi waktu yaitu (0; 10; 20; 30; 50 menit) yang telah disinari oleh lampu UV dengan jarak 30 cm. Setelah itu di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari metanil *yellow*.

Kemudian pada reaksi fotokatalitik untuk cahaya tampak, sebanyak 0,08 gr katalis S/TiO₂ dimasukkan kedalam 300 mL metanil *yellow* 100 ppm dalam gelas kimia. Kemudian dihomogenkan, setelah itu campuran tersebut diletakkan dibawah sinar matahari pada rentang waktu pukul 11.00 WIB – 13.00 WIB. Kemudian campuran tersebut dipipet sebanyak 20 mL dengan berbagai variasi waktu yaitu (0; 10; 20; 30; 50 menit) dan di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari metanil *yellow*.

4. Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis

a. Kalibrasi Alat Spektrofotometer UV-Vis

Menyalakan alat spektrofotometer selama ± 15 menit untuk menstabilkan sumber cahaya dan fotodetektor. Lalu siapkan larutan blanko (aquades), masukkan ke dalam kuvet yang telah dibersihkan sebelumnya dengan menggunakan tisu. Pilih menu aplikasi *wavelength scan*. Kemudian kalibrasi dengan menggunakan larutan blanko (minimal 2 kali dengan menekan tombol *autozero*). *Setting* nilai absorbansi = 0, *setting* nilai transmitansi = 100 % (artinya larutan tidak mengabsorpsi cahaya yang diberikan).

b. Pembuatan larutan standar

Membuat larutan standar metanil *yellow* dengan konsentrasi 0; 20; 40; 60; 80; 100 ppm.

c. Menentukan panjang gelombang maximum (λ_{maks}) serta konsentrasi metanil *yellow* terdegradasi :

Pertama di tentukan *range* panjang gelombang yang akan digunakan (untuk sampel yang berwarna, gunakan rentang panjang gelombang 350 – 800 nm). Masukkan masing-masing larutan standar ke dalam kuvet yang kering dan bersih dan di lakukan *scanning* panjang gelombang maksimum untuk sampel aseton hingga dihasilkan nilai λ_{maks} (Panjang gelombang

yang menghasilkan absorbansi paling besar atau paling tinggi disebut λ_{maks}), dan membuat grafik hubungan antara nilai absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang. Kemudian mengukur absorbansi terdegradasi yang akan ditentukan konsentrasinya, lalu setelah didapatkan absorbansinya, nilai absorbansinya dimasukkan pada grafik standar yang telah dibuat sebelumnya. Kemudian konsentrasi terdegradasi dapat dihitung dengan Hukum Lambert-Beer.