

**PENGARUH LAJU PENGINJEKSIAN DOPING FLUOR TERHADAP
AKTIVITAS FOTOKATALIS NANOTITANIA MENGGUNAKAN
METODE SOL GEL**

(Skripsi)

Oleh

SRI RAHAYU



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2019**

ABSTRAK

PENGARUH LAJU PENGINJEKSIAN DOPING FLUOR TERHADAP AKTIVITAS FOTOKATALIS NANOTITANIA MENGGUNAKAN METODE SOL GEL

Oleh

SRI RAHAYU

Sintesis titania doping fluor (F-TiO₂) dilakukan melalui metode sol-gel. Titanium isopropoksida (TTIP), tween-80, isopropanol dan ammonium fluorida (NH₄F) sebagai sumber doping fluor digunakan sebagai bahan utama. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh laju penginjeksian doping fluor menggunakan pompa injeksi terhadap aktivitas fotokatalis F-TiO₂. Empat sampel doping fluor dipreparasi dengan laju penetesan masing-masing 0,4 ml/30 menit; 0,4 ml/60 menit; 0,4 ml/90 menit dan 0,4 ml/120 menit. Serbuk titania dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 5 jam. Sampel yang disinter diuji untuk fotodegradasi remazol kuning di bawah sinar UV. Karakteristik fisika dianalisis menggunakan *transmission electron microscopy* (TEM) dan Spektrofotometer Uv-Vis. Hasil pengujian spektrofotometer UV-Vis menunjukkan bahwa ukuran partikel sampel dengan laju penginjeksian 0,4 ml/90 menit menunjukkan aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi dengan ukuran partikel sebesar (14 ± 4) nm.

Kata Kunci: Doping fluor, fotodegradasi, remazol kuning, titania.

ABSTRACT

THE INFLUENZE OF RATE FLUORINE DOPING INJECTION TOWARDS PHOTOCATALYST ACTIVITIES OF NANOTITANIA USING THE SOL GEL METHOD

By

SRI RAHAYU

The F-doped titania was carried out through the sol-gel method. Titanium isopropoxide (TTIP), tween-80, isopropanol and ammonium fluoride (NH₄F) as sources of doping fluorine were used as the main ingredients. This research aimed to study the effect of fluorine doping injection rate using injection pumps on F-TiO₂ photocatalyst activity. Four fluorine doping samples were prepared with the respective penetration rate of 0.4 ml / 30 minutes; 0.4 ml / 60 minutes; 0.4 ml / 90 minutes and 0.4 ml / 120 minutes. The titania powder was calcined at 450 °C for 5 hours. The sintered sample was tested for photodegradation of remazol yellow under UV light. Physical characteristics were analyzed using transmission electron microscopy (TEM) and UV-Vis spectrophotometer. The results of the UV-Vis spectrophotometer showed that the particle size of samples with an injection rate of 0.4 ml / 90 minutes showed higher photocatalyst activity with particle sizes of (14 ± 4) nm.

Keywords: Fluor doped, photodegradation, remazol yellow, titania.

**PENGARUH LAJU PENGINJEKSIAN DOPING FLUOR TERHADAP
AKTIVITAS FOTOKATALIS NANOTITANIA MENGGUNAKAN
METODE SOL GEL**

Oleh

SRI RAHAYU

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Memperoleh Gelas
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG**

2019

iii

Judul Skripsi

: **Pengaruh Laju Penginjeksian Doping Fluor terhadap Aktivitas Fotokatalis Nanotitania dengan Menggunakan Metode Sol-Gel**

Nama Mahasiswa

: **Sri Rahayu**

Nomor Pokok Mahasiswa

: **1517041070**

Jurusan

: **Fisika**

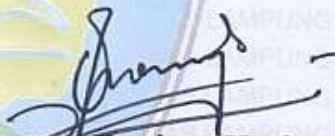
Fakultas

: **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

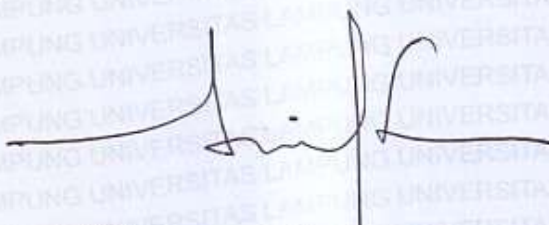
MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing


Prof. Posman Manurung, Ph.D.
NIP. 19590308 199103 1 001


Dr. rer. nat. Ronlyus Marjunus, S.Si., M.Si.
NIP. 19770518 200012 1 003

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA


Arif Surtano, S.Si., M.Si., M.Eng.
NIP. 19710909 200012 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua

: **Prof. Posman Manurung, Ph.D.**



Sekretaris

: **Dr. rer. nat. Ronlyus Marjunus, S.Si., M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Drs. Ediman Ginting, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Drs. Suratman, M.Sc.

NIP. 19640604 199003 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **01 Oktober 2019**

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain dan sepengetahuan saya tidak ada karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukuman yang berlaku.

Bandar Lampung, 01 Oktober 2019



Sri Rahayu
NPM. 1517041070

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Sukadana Timur Kabupaten Lampung Timur pada tanggal 10 Maret 1996, sebagai anak pertama dari dua bersaudara, dari pasangan Sukasno dan Sulistyو Rahayu.

Penulis memulai pendidikan dasar di SD Negeri 1 Sukadana Timur Kabupaten Lampung Timur pada tahun 2009. Kemudian melanjutkan sekolah ke Sekolah Menengah Pertama Negeri 1 Labuhan Ratu dan diselesaikan pada tahun 2012. Lalu melanjutkan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMAN 10 Labuhan Ratu pada tahun 2015.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN) pada tahun 2015. Selama menjadi mahasiswa penulis pernah menjadi asisten praktikum Fisika Eksperimen, Optika, dan Sol Gel. Pada tahun 2017 penulis melaksanakan Praktikum Kerja Lapangan (PKL) di Loka Penelitian Teknologi Bersih, Bandung. Penulis juga ikut dalam organisasi yang pernah diikuti penulis sebagai anggota Minat Bakat Himafi FMIPA Unila.

PERSEMBAHAN

Dengan rasa syukur kepada Allah SWT, kupersembahkan karya kecil ini kepada

Kedua orang tuaku

Ibu & Bapak tercinta

dan

Adik yang Aku sayangi

Keluarga besar yang selalu memberi dukungan do'a dan semangat

Rekan-rekan seperjuangan FISIKA FMIPA UNILA 2015

Serta Almamater Tercinta
“UNIVERSITAS LAMPUNG”

MOTTO

Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan.

Maka apabila engkau telah selesai (dari suatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepada Tuhan mu lah engkau berharap.

(QS. Al-Insyirah, 6-8)

Sesuatu yang belum dikerjakan, seringkali tampak mustahil, kita baru yakin kalau kita telah berhasil melakukannya dengan baik

(Johan Wolfgang Goethe)

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas kasih, sayang dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Pengaruh Laju Penginjeksian Doping Fluor terhadap Aktivitas Fotokatalis Nanotitania Menggunakan Metode Sol Gel**”. Tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu persyaratan untuk mendapatkan gelar S1 dan melatih mahasiswa untuk berfikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang dapat membangun penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua.

Bandar Lampung, 01 Oktober 2019

Penulis

SANWACANA

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan karunia, rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi berjudul **“Pengaruh Laju Penginjeksian Doping Fluor terhadap Aktivitas Fotokatalis Nanotitania Menggunakan Metode Sol Gel”**. Terwujudnya skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak yang telah membantu penulis. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis menghaturkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, Ph.D. sebagai Dosen Pembimbing I dan Pembimbing Akademik, yang telah memberikan banyak bimbingan serta ilmunya.
2. Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si., M.Si. sebagai Dosen Pembimbing II, yang telah memberikan banyak bimbingan dan motivasi sehingga skripsi ini menjadi lebih baik.
3. Bapak Drs. Ediman Ginting, M.Si. sebagai Dosen Penguji, yang telah banyak memberikan kritik dan sarannya dalam penyempurnaan skripsi ini.
4. Bapak Arif Surtono, S. Si., M. Si., M. Eng. sebagai Ketua Jurusan Fisika.
5. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S. Si., M. T. sebagai Sekertaris Jurusan Fisika.
6. Seluruh dosen jurusan Fisika atas waktu dan bimbingan yang telah diberikan dalam proses perkuliahan.

7. Untuk Bapak dan Ibu tersayang, terimakasih untuk selalu menyayan, mengasihi, menjaga, memberi semangat, selalu mendoakan serta selalu mendukung dan mengawasi setiap langkah sehingga penulis dapat melalui seluruh proses pembelajaran dan menyelesaikan skripsi ini.
8. Untuk sahabat-sahabatku, Puji Lestari, Delfi, Yunita, Vidi, Ira, Dea, Reza, Nur, Jo yang selalu menjadi teman terdekat dalam segala hal suka maupun duka.
9. Teman-teman Fisika 2015 serta kakak dan adik tingkat yang membantu dan memberikan semangat dalam proses menyelesaikan tugas akhir.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu yang telah memberikan bantuan dalam penulisan skripsi ini.

Bandar Lampung, 01 Oktober 2019

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRACK	i
ABSTRAK	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
RIWAYAT HIDUP	v
PERSEMBAHAN.....	vi
MOTTO	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
SANWACANA	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
 I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang.....	1
B. Rumusan Masalah	3
C. Tujuan Penelitian.....	4
D. Batasan Masalah.....	4
E. Manfaat Penelitian.....	4
 II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Nanopartikel	6

B. Titanium Dioksida	7
C. Doping Fluor	10
D. Metode Sol Gel	12
E. Fotokatalis	13
F. Transmission Elektron Microscopy (TEM)	15

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian	19
B. Alat dan Bahan	19
C. Prosedur Penelitian	20
D. Diagram Alir	24

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Sintesis Sampel TiO_2 dengan Doping NH_4F	24
B. Hasil Uji Fotokatalis F- TiO_2	29
C. Hasil Analisis TEM Sampel F-04	35

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan	38
B. Saran	38

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1. Struktur kristal fasa-fasa titanium dioksida. (a). Anatase, (b). Rutile	8
2.2. Tahapan proses <i>sol-gel</i> (Feinle et al.,2016).....	12
2.3. Mekanisme perpindahan elektron karena pengaruh cahaya pada TiO ₂ (Kudo, 2007).....	15
2.4. Prinsip kerja TEM.....	17
3.1. Proses kalsinasi nanotitania	22
3.2. Diagram Alir	24
4.1. (a) penimbangan tween-80 (b) pengadukan tween-80 (c) penambahan isopropanol (d) penambahan titanium isopropoksida (e) penambahan NH ₄ F (f) larutan F-TiO ₂ (g) pengeringan dengan suhu 80 °C	26
4.2. F-TiO ₂ setelah dikeringkan pada suhu 80 °C selama 3 hari; (a) F-01; (b) F-02; (c) F-03; (d) F-04; (e) F-05	27
4.3. Hasil kalsinasi sampel.....	28
4.4. Proses uji fotokatalis menggunakan lampu UV.....	29
4.5. Hasil uji fotokatalis; (a) Grafik F-01; (b) Degradasi larutan F-01; (c) Grafik F-02; (d) Degradasi F-02; (e) Grafik F-03; (f) Degradasi F-03	30
4.6. Hasil uji fotokatalis (a) Grafik F-04; (b) Degradasi F-04.....	31
4.7. Hasil uji fotokatalis (a) Grafik F-05; (b) Degradasi F-05.....	32
4.8. Hasil TEM F-04	36

DAFTAR TABEL

Gambar	Halaman
3.1. Variasi laju pada penambahan doping NH_4F pada tiap sampel.	20
3.2. Nilai absorbansi setiap sampel pada panjang gelombang 410 nm dibawah lampu UV	33

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Nanoteknologi merupakan teknologi nano yang semakin populer beberapa tahun ini (Saas, 2007). Selain itu, nanoteknologi didefinisikan sebagai teknologi pada benda berskala nanometer (nm) yang dapat diaplikasikan pada berbagai jenis industri (Lauterwasser, 2006). Sesuai dengan namanya, nanoteknologi adalah teknologi pada struktur yang sangat kecil dengan kisaran ukuran 0,1 sampai 100 nm. Berdasarkan penelitian sebelumnya sifat-sifat nano berbeda, antara lain sensitivitas suhu tinggi, luas permukaan besar, ketahanan regangan tinggi dan listrik rendah (Yang, 2013). Selain itu nanoteknologi juga memiliki peran yang sangat penting dalam bidang nanokimia, nanofisika, nanomaterial, nanoelektronik, nanobionik dan nanometrologi (Pokropivny *et al.*, 2007). Salah satu diantaranya yaitu nanomaterial yang memiliki beberapa penelitian seperti karbon nanotube (membentuk bakteri), kawat nano (membuat konduktif kapasitas baterai Li-ion), serat nano (merangsang produksi tulang rawan pada sendi yang rusak), nanokeramik (komponen anti pemolesan UV), nano silica dan nanotitania (pemurnian air) (Arivalagan *et al.*, 2011).

Nanomaterial memiliki berbagai jenis, salah satunya yaitu titanium dioksida (TiO_2) atau nanotitania merupakan salah satu bahan yang sedang dikembangkan. Nanotitania telah banyak diterapkan dalam berbagai bidang sebagai fotokatalis

(Linsebigler *et al.*, 1995), baterai (Huang *et al.*, 1995.), tinta inkjet (Kim *et al.*, 1998), pigmen (Morris *et al.*, 1999), otomatis pelapis (Panush *et al.*, 2012), kemasan makanan (Boroski *et al.*, 2009), pelindung kayu (Chawengkijwanich *et al.*, 2008), pewarna putih (Hashimoto *et al.*, 2005), anti pengaburan (Sinha *et al.*, 2009)., zat pelindung UV (Liu *et al.*, 2016), dan yang paling menarik yaitu sebagai fotokatalis (Fujishima *et al.*, 2000; Kim *et al.*, 2000; Diebold, 2003).

Sebagai fotokatalis, TiO_2 memiliki keunggulan antara lain memiliki potensial tinggi, harganya murah dan kestabilannya tinggi apabila dikenai cahaya (Nishizawa *et al.*, 2014). Namun, celah pita energi dengan lebar ($\sim 3,2$ eV) menyebabkan efisiensi fotokatalis terbatas hanya sebesar $\sim 5\%$ (Rockafellow *et al.*, 2009), sehingga TiO_2 murni hanya mampu menggunakan sekitar 4% dari spectrum matahari (Binitha *et al.*, 2010). Untuk memanfaatkan nanotitania sebaik mungkin, dapat dilakukan berbagai metode untuk mengecilkan celah pita, salah satunya adalah doping. Doping merupakan suatu proses yang digunakan untuk memodifikasi konduktivitas suatu bahan. Terdapat berbagai macam bahan doping dalam nanoteknologi dan semikonduktor antara lain nitrogen (Lie *et al.*, 2015; Darzi *et al.*, 2012; Yang *et al.*, 2010), karbon (Valentin *et al.*, 2005; Palanivelu *et al.*, 2007; Mai *et al.*, 2009), sulfur (Ohno *et al.*, 2004; Park *et al.*, 2013; Hamadani *et al.*, 2009) dan fluor (Zhao *et al.*, 2010; Fakhruddinova *et al.*, 2015). Selain itu, sintesis nanotitania dapat dilakukan dengan berbagai metode, diantaranya presipitasi, sol gel, penambahan lambat dari prekursor titanium alkoksida (Hendrix, 2019), dan hidrotermal (Yusoff, 2012). Metode-metode tersebut memiliki kelebihan dan kekurangan sehingga dapat mempengaruhi morfologi, struktur kristal, stabilitas fasa dari bahan yang digunakan dalam

sintesis nanotitania (Crap *et al.*, 2004). Metode yang sering digunakan dalam sintesis nanotitania adalah metode sol gel. Metode sol-gel merupakan metode sintesis dengan langkah yang sederhana, tidak memerlukan peralatan khusus dan tidak menghasilkan produk beracun (Yu *et al.*, 2014).

Menurut penelitian Sari, (2017), penambahan doping fluor (F) dengan menggunakan metode sol gel dipandang dapat meningkatkan kristalinitas nanotitania. Hasil uji *Transmission Electron Microscopy* (TEM) dengan menggunakan doping fluor didapatkan ukuran partikel nanotitania 22,6 nm dan 21,1 nm. Hasil uji aktivitas katalis menunjukkan bahwa dengan penambahan doping fluor pada nanotitania mengakibatkan kemampuan fotokatalitik nanotitania mengalami peningkatan di bawah sinar matahari (*visible light*). Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mempelajari bagaimana pengaruh laju penginjeksian doping fluor dengan pompa injeksi untuk sintesis nanotitania yang dengan bahan dasar titanium dioksida (IV) terhadap ukuran partikel dan aktivitas fotokatalis nanotitania menggunakan metode sol-gel. Dalam penelitian ini, hasil nanotitania doping fluor yang diperoleh akan dikarakterisasi menggunakan TEM dan *ultra violet visible* (UV Vis) Spectroscopy.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dikemukakan di atas, maka dapat dirumuskan bagaimana pengaruh laju penginjeksian doping fluor dengan menggunakan pompa injeksi terhadap aktivitas fotokatalis dan ukuran partikel TiO_2 ?

D. Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan dan pembatasan masalah yang dikemukakan di atas maka disusunlah tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh laju penginjeksian doping fluor menggunakan pompa injeksi terhadap aktivitas fotokatalis dan ukuran partikel TiO_2 .

C. Batasan Masalah

Agar permasalahan yang dikemukakan lebih terarah, penulis membatasi masalah pada:

1. Metode yang digunakan dalam mensintesis TiO_2 melalui laju penginjeksian doping fluor dengan menggunakan adalah metode sol-gel.
2. Variasi kecepatan pompa injeksi pada laju penginjeksian doping fluor yang dipakai dalam penelitian ini adalah 30-120 menit.
3. TiO_2 doping fluor dengan variasi kecepatan injeksi dikarakterisasi menggunakan TEM dan UV-Vis.

E. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi, diantaranya:

1. Pengembangan pengetahuan material berbasis TiO_2 dalam bidang fotokatalitik.
2. Memberikan nilai konsentrasi fluor sebagai doping TiO_2 untuk mendapatkan aktivitas fotokatalitik yang baik.
3. Sebagai bahan acuan untuk penelitian yang akan dilakukan selanjutnya, terutama pada bidang fotokatalis TiO_2 dengan doping fluor.

4. Sebagai aplikasi ilmu fisika khususnya pada bidang fisika material dan ilmu pengetahuan pada umumnya.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Nanopartikel

Nanopartikel adalah partikel dalam ukuran nanometer yaitu sekitar 1-100 nm (Hosokawa *et al.* 2007). Nanopartikel merupakan ilmu dan rekayasa dalam menciptakan material, struktur fungsional, maupun piranti alam skala nanometer. Berdasarkan jumlah dimensi, material nano diklasifikasikan menjadi beberapa (Gambar 2.1.), yaitu material nano berdimensi nol (nanopartikel seperti oksida logam, semikonduktor, dan fullerenes), material nano berdimensi satu (kawat nano dan tabung nano), material nano berdimensi dua (lapisan tipis), dan material nano berdimensi tiga (nanokomposit, nanograined, mikroporous, mesoporous, interkalasi, organik-anorganik hybrids) (Pokropivny *et al.*, 2007).

Material yang berada dalam ukuran nano biasanya memiliki partikel dengan sifat kimia atau fisika yang lebih unggul dari material yang berukuran besar (bulk) (Vestal *et al.*, 2004; Guozhong, 2004). Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar atau limpahan (bulk) yaitu:

1. Karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antara luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang bersentuhan langsung dengan material lain.

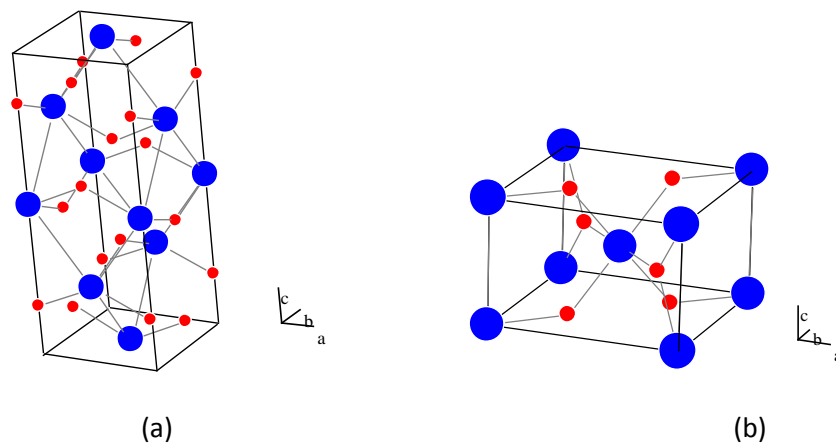
2. Ukuran partikel menuju orde nanometer (Abdullah *et al*, 2008)

Selain nanopartikel juga dikembangkan material nanostruktur, yaitu material yang tersusun oleh beberapa material nanopartikel. Untuk menghasilkan material nanostruktur maka partikel-partikel penyusunnya harus diproteksi sehingga apabila partikel-partikel tersebut digabung menjadi material yang berukuran besar maka sifat individualnya dipertahankan. Sifat material nanostruktur sangat bergantung pada ukuran maupun distribusi ukuran, komponen kimiawi unsur-unsur penyusun material tersebut, dan interaksi antar grain penyusun material nanostruktur (Astuti, 2007).

B. Titanium Dioksida

Selama beberapa dekade terakhir semikonduktor seperti Titanium dioksida (TiO_2), ZnO dan SnO_2 telah banyak digunakan untuk pemisahan air dan degradasi fotokatalik polutan organik. Di antara semikonduktor ini, TiO_2 lebih unggul dibandingkan dengan semikonduktor yang lain dikarenakan lebih murah (Yang *et al.*, 2012), tidak beracun (Hayle dan Gonfa, 2014). Titanium dioksida atau titania merupakan material semikonduktor yang termasuk ke dalam oksida logam dengan stabilitas yang lama dan penyerapan sinar yang baik dalam kisaran 400 nm. TiO_2 menjadi pengoksidasi katalis yang menciptakan radikal hidroksil dan super ion oksida yang merupakan desinfektan dua kali lebih kuat daripada klorin dan desinfektan 1,5 kali lebih kuat dari ozon. TiO_2 aman dan banyak digunakan pada produk rumah tangga seperti pasta gigi, makanan dan larutan pemutih gigi. Selain itu cairan nanotitania dapat diaplikasikan pada kain, gorden, karpet, kayu, ubin, keramik, dan gelas, bahkan logam dan cat permukaan (Macwan, 2011).

Untuk nanopartikel TiO_2 aktivitas katalitik meningkat pada ukuran partikel di bawah 20 nm. TiO_2 memiliki tiga fase yaitu: anatase (tetragonal, celah pita 3,3 eV), rutil (tetragonal, celah pita 3,1 eV) dan brookite (ortorombik). Pada proses fotokatalisis fasa rutil maupun anatase dapat digunakan namun dalam aplikasinya anatase memiliki potensi yang paling besar untuk digunakan sebagai fotokatalis (Tanaka *et al.*, 1991) karena memiliki struktur kisi yang sesuai dengan aktivitas fotokatalis yang tinggi. Struktur rutil lebih stabil pada suhu tinggi dan anatase pada suhu rendah. Struktur rutil dan anatase dapat digambarkan dengan TiO_6 oktahedra, di mana setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam ion O^{2-} . Berikut struktur kristal anatase menurut Djerdj dan Tonejc (2006) serta rutil menurut Howard *et al.*, (1991) yang digambarkan menggunakan software Power Cell, dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur kristal fasa-fasa titanium dioksida. (a). Anatase, (b). Rutil (PowderCell 2.4)

Warna merah adalah ion O, sedangkan warna biru adalah ion Ti. Perbedaan antara anatase dan rutil terdapat pada distorsi struktur oktahedral dan pola susunan rantai oktahedralnya. Pada rutil, struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorhombik. Sementara anatase, distorsi jauh lebih besar, sehingga strukturnya kurang simetris

dibandingkan orthorhombik. Sedangkan untuk jarak antara Ti-Ti lebih besar pada anatase, yaitu 3,79 Å dan 3,4 Å, sementara pada rutil adalah 3,57 dan 2,96 Å, jarak Ti-O lebih besar di rutil (Hamzaoui *et al*, 2015). Untuk proses fotokatalis, struktur anatase lebih disukai karena lebih aktif dibandingkan struktur rutil, bentuk kristal anatase dapat diamati pada pemanasan sol TiO₂ mulai dari suhu 120 °C dan mencapai sempurna pada suhu 500 °C. Pada suhu 700 °C mulai terbentuk kristal rutil dan terjadi penurunan luas permukaan serta melemahnya aktivitas fotokatalis secara drastis (Subagja, 2017). Umumnya TiO₂ lebih bagus dalam bentuk anatase karena aktivitas fotokatalitiknya tinggi, karena memiliki aktivitas yang lebih negatif potensial pita konduksi, spesifik tinggi, tidak beracun, stabil secara fotokimia. Konduktivitas thermal TiO₂ sebesar 22 Wm⁻¹ K⁻¹, titik leleh 1941 K, titik didih TiO₂ 3546 K (Noordermeer *et al.*, 2010).

Fotokatalisis TiO₂ bila disinari UV pada panjang gelombang sekitar 340-390 nm dalam larutan akan menghasilkan pasangan elektron (*e*⁻) dan hole (*e*⁺), besarnya celah energi akan mempengaruhi panjang gelombang penyinaran untuk mengeksitasi elektron. Hal ini dinyatakan dengan persamaan (2.1), yaitu:

$$E = h\nu = hc/\lambda \quad (2.1)$$

dengan *h* adalah konstanta Planck, *c* adalah kecepatan cahaya, dan *λ* adalah panjang gelombang cahaya. TiO₂ anatase dapat menyerap secara optimal sinar pada panjang gelombang 388 nm (Zeng *et al*, 2013). Secara umum, TiO₂ dalam fasa anatase mempunyai aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan fasa rutil, karena pada fasa anatase TiO₂ memiliki luas permukaan yang lebih besar dan ukuran yang lebih kecil dibanding rutil. Keuntungan katalis serbuk adalah

effisiensi pengolahan yang tinggi karena memiliki luas permukaan yang besar untuk adsorpsi (Wang *et al*, 2015).

Selain itu, menurut penelitian (Firmansyah *et al.*, 2015; Tussa'adah, 2015; Fatimah, 2005) menunjukkan bahwa TiO_2 digunakan dalam aplikasi reaksi fotokatalisis khususnya pengolahan limbah. Beberapa keunggulan TiO_2 dibandingkan fotokatalisis semikonduktor lainnya.

1. Mempunyai celah pita (3,2 eV anatase dan 3,0 eV untuk rutile), sehingga memungkinkan terjadinya eksitasi elektron ke pita konduksi dan pembentukan lubang pada pita valensi saat diinduksi cahaya ultraviolet.
2. TiO_2 mempunyai sifat stabil terhadap cahaya .
3. Mampu menyerap cahaya ultraviolet dengan baik.
4. Bersifat inert dalam reaksi.
5. Tidak beracun dan tidak larut dalam kondisi eksperimen.
6. Secara umum memiliki aktivitas fotokatalisis yang lebih tinggi daripada fotokatalisis lain seperti ZnO , CdS , dan SnO_2 .

C. Doping Fluor

Fluor adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang F dan nomor atom 9. Namanya berasal dari Bahasa latin fluere berarti mengalir. Fluor merupakan gas halogen beracun berwarna kuning-hijau yang paling reaktif secara kimia dan elektronegatif dari seluruh unsur. Fluor ditemukan dalam mineral fluorspar CaF_2 , kriolit Na_3AlF_6 , dan fluoroapatit $\text{Ca}(\text{PO}_4)_3\text{F}$. Selain itu, unsur ini ditemukan pada gigi manusia dan hewan, walaupun hanya dalam kadar rendah. Pada suhu biasa atau tinggi, fluor cepat bereaksi dengan semua unsur

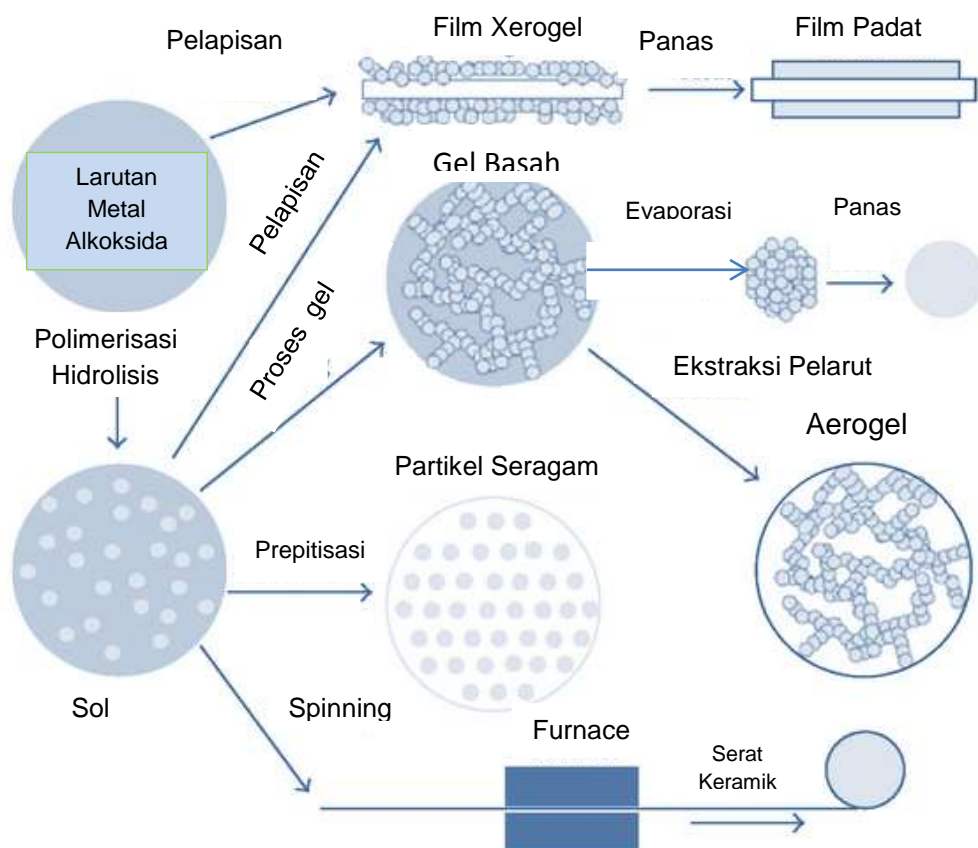
kecuali dengan O₂, Ne, He, dan Kr (Lestari, 2004). Senyawa fluor juga memiliki beberapa kegunaan antara lain:

- a. Na₂SiF₆ yang dicampur dengan pasta gigi berfungsi untuk menguatkan gigi.
- b. NaF dapat digunakan sebagai pengawet kayu dari serangga.
- c. Gas F₂ digunakan dalam proses pengolahan isotop uranium, yakni bahan bakar reaksi nuklir.
- d. CF₂Cl₂ sebagai pendingin kulkas dan air conditioner (AC)..
- e. Teflon sebagai bahan plastic tahan panas (Lestari, 2004).

Fluor juga memiliki pengaruh besar terhadap struktur Ti karena meningkatkan jumlah anatase, mencegah termal transisi anatase menjadi rutil dan secara signifikan meningkatkan aktivitas fotokatalis titanium dioksida (Yu *et al.*, 2002). Menurut penelitian Sari, (2017), penambahan doping fluor pada nanotitania mengakibatkan kemampuan fotokatalitik nanotitania mengalami peningkatan dibawah sinar matahari (*visible light*) dan menghasilkan ukuran partikel nanotitania sebesar (22 ± 1) nm. Sedangkan menurut penelitian Yu, (2002), penambahan doping fluor tersebut mampu menunjukkan lebih kuat penyerapan dalam rentang UV dengan pergeseran merah dalam transisi celah pita. Aktivitas fotokatalitik serbuk TiO₂ yang didoping fluor dengan metode sol gel menghasilkan aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan ketika rasio molar NH₄F. Pada kalsinasi dengan menggunakan suhu 500°C menghasilkan ukuran partikel sebesar (12 ± 2) nm sesuai dengan nilai yang ditentukan oleh XRD yaitu sebesar 12,6 nm.

D. Metode Sol Gel

Metode *sol-gel* merupakan salah satu metode yang digunakan dalam proses sintesis nanopartikel dan nanokomposit (Wilson *et al.*, 2002). Proses *sol-gel* dapat didefinisikan sebagai proses pembuatan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (*sol*) membentuk fasa cair kontinu (*gel*). *Sol* adalah padatan yang tersuspensi atau tersebar dalam larutan membentuk partikel koloid dan molekul polimer (Hench dan West, 1990; Brinker dan Scherer, 1990). *Gel* adalah jaringan kaku yang saling berhubungan memiliki pori-pori dan rantai polimer. Metode *sol-gel* adalah proses berubahnya *sol* menjadi *gel* melalui tahap hidrolisis, gelasi, penuaan dan pengeringan (Hench dan West, 1990). Tahapan metode *sol-gel* ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 . Tahapan proses *sol-gel* (Feinle *et al.*, 2016).

Pertama dalam metode *sol-gel* adalah pencampuran. Pada tahap ini, suspensi bubuk koloid atau *sol* dibentuk dengan mencampurkan partikel koloid ke dalam pelarut, atau yang dikenal sebagai hidrolisis. Dalam hal ini prekursor alkoksida dihidrolisis dengan mencampurkannya dengan air. Kedua, partikel koloid berinteraksi dengan prekursor dan membentuk jaringan tiga dimensi berupa *gel*. Perubahan bentuk menjadi *gel* ini menunjukkan peningkatan viskositas yang tinggi. Tahap ini disebut dengan gelasi atau *gelation*. Ketiga merupakan penuaan *gel* atau *aging*. Pada tahap ini *gel* dibiarkan selama beberapa jam atau hari agar ketebalan *gel* meningkat. Proses penuaan *gel* ini juga akan menurunkan porositas. Keempat, yaitu pengeringan merupakan tahap dimana zat cair dihilangkan dari jaringan yang mengikat antar pori-pori (Hench dan West, 1990).

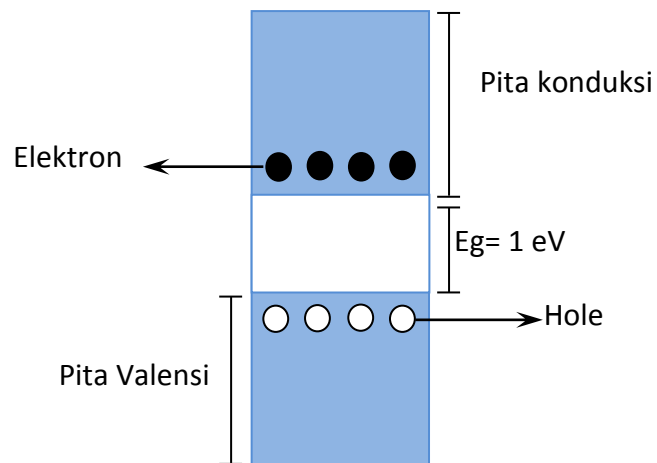
Proses ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya; konsentrasi dan tipe prekursor yang digunakan, temperatur, bentuk geometri, dan ukuran bejana serta ada atau tidaknya proses pengadukan. Keuntungan proses *sol-gel* ini dapat dilakukan dengan suhu rendah, biaya murah, menghasilkan material yang memiliki homogenitas dan kemurniaan yang tinggi dibanding material dengan metode yang lainnya (Yu *et al.*, 2014). Metode *sol-gel* dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah, sehingga metode *sol-gel* dapat diaplikasikan untuk preparasi nanopartikel karena dapat mengontrol ukuran partikel untuk homogenitasnya (Liqun *et al.*, 2005).

E. Fotokatalis

Fotokatalis menggambarkan sebuah fenomena di mana reaksi kimia dipercepat oleh sejumlah kecil zat asing. Pada dunia industri sangat bergantung pada

katalisator untuk produktivitas sehari-harinya, sekitar 85% dari semua proses kimia yang terjadi saat ini menggunakan katalis dalam berbagai bentuk (Ertl *et al.*, 2008). Peningkatan efisiensi fotokatalis yang digunakan dalam proses industri dapat memiliki dampak global yang besar, baik secara finansial (sebagai akibat dari penurunan biaya operasi) atau lingkungan (sebagai akibat dari penurunan suhu reaksi dan limbah). Semikonduktor dapat berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi bergantung pada besarnya energi celah pita dan jenis spesi yang akan dioksidasi dan reduksi. Terdapat beberapa jenis semikonduktor yang dapat dipakai untuk proses fotokatalis yaitu dari kelompok oksida logam dan sulfida logam. Beberapa kelompok oksida logam yang dapat digunakan sebagai fotokatalis misalnya TiO_2 , Fe_2O_3 , ZnO , WO_3 , atau SnO_2 (Slamet *et al.*, 2003).

Semikonduktor TiO_2 memiliki struktur pita dimana pita konduksi dipisahkan dari pita valensi oleh celah pita dengan lebar yang sesuai. Menurut Halliday dan Resnick (1990), energi celah pita (E_g) terjadi karena adanya *overlapping* orbital atom yang akan memberikan pelebaran dan penyempitan pita. Hal ini menjadikan bahan tersebut dapat menyerap energi radiasi sebesar E_g yang dimiliki sehingga dapat meningkatkan kepekaan reaksi oksidasi dan reduksi yang diinduksi oleh cahaya. Bila semikonduktor tersebut dikenai cahaya dengan energi yang lebih besar dari energi celah pitanya, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi menghasilkan lubang (h^+) pada pita valensi. Eksitasi dari elektron akan mengisi pita konduksi dengan beberapa elektron dan akan meninggalkan lubang yang sama banyaknya dalam pita valensi. Molekul air direduksi oleh elektron untuk membentuk H_2 dan teroksidasi oleh hole untuk membentuk O_2 untuk pemisahan air secara keseluruhan. Ilustrasi daerah energi semikonduktor dapat ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Kudo, 2007).



Gambar 2.3. Mekanisme perpindahan elektron karena pengaruh cahaya pada TiO_2 (Kudo, 2007)

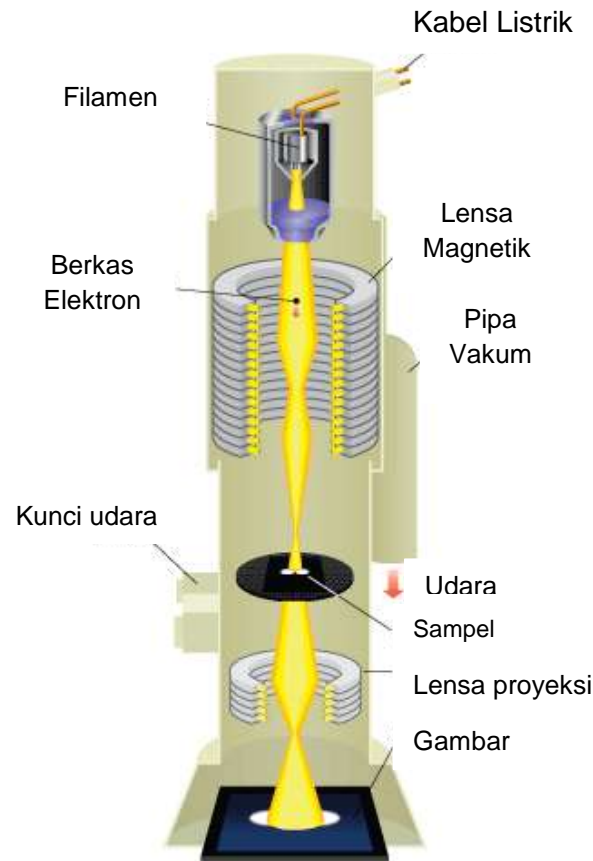
Penyerapan foton dengan energi lebih tinggi dari celah pita semikonduktor, yang mengarah kegenerasi pasangan elektron-hole dalam partikel semikonduktor. Nilai penting dalam fotokatalis semikonduktor adalah lebar celah pita dan tingkat pita konduksi dan pita valensi. Pada umumnya aktivitas fotokatalitik semikonduktor sebagian besar dikendalikan oleh sifat penyerapan cahaya, misalnya spektrum penyerapan cahaya, koefisien reduksi dan oksidasi di permukaan oleh elektron-hole dan elektron-hole laju rekombinasi. Sebuah area permukaan dengan kepadatan permukaan konstan adsorben menyebabkan laju reaksi fotokatalis permukaan lebih cepat. Dalam hal ini, semakin besar luas permukaan maka, semakin tinggi aktivitas fotokatalis. Semakin tinggi kristalinitas maka, semakin tinggi aktivitas fotokatalis. Penerapan pada suhu tinggi biasanya meningkatkan kristalinitas nanomaterials TiO_2 yang pada akhirnya dapat menginduksi agregasi nanopartikel kecil dan mengurangi luas permukaan (Chen, 2007). Sementara

pembuatan katalis berskala nano hanyalah untuk meningkatkan luas permukaannya. Sifat-sifat yang dipengaruhi ukuran bahan ini sering ditemukan untuk menguntungkan proses katalisis. Misalnya, nanopartikel emas menunjukkan reaktivitas katalitik yang luar biasa terhadap oksidasi karbon monoksida dan bahan kimia gas lainnya (Gong, 2012).

F. Transmission Electron Microscopy (TEM)

Prinsip kerja TEM secara fisis memiliki kesamaan dengan mikroskop cahaya, perbedaannya terletak pada sumber cahaya yang digunakan. TEM menggunakan elektron sebagai sumber cahaya yang memiliki resolusi sebesar 0,1 nm. Resolusi TEM yang tinggi mampu menunjukkan ukuran partikel suatu material hingga skala nano. Selain itu, resolusi tinggi pada TEM juga dapat menentukan lokasi atom-atom didalam sampel. Berdasarkan sumber cahaya yang digunakan tersebut, TEM memiliki kesamaan dengan SEM, namun perbedaannya terletak pada penembakkan sampel. Pada SEM, elektron hanya menumbuk sampel dan hasil pendaran tersebut yang ditangkap oleh detektor. Sedangkan pada TEM, sampel disiapkan dengan sangat tipis sehingga elektron dapat menembusnya dan diolah menjadi gambar (Rosenauer, 2003). Penemuan TEM ini dapat merevolusi berbagai bidang ilmu termasuk kimia dan biologi terutama dalam mempelajari struktur atom yang memungkinkan bisa mendapatkan ukuran, bentuk maupun reaktivitas dari atom yang sangat akurat. Pada dasarnya seperti namanya, mikroskop elektron transmisi atau TEM menggunakan berkas elektron energi tinggi yang melewati spesimen dan membentuk gambar pada layar. Sampel ditempatkan di mikroskop dan kemudian dibombardir dengan elektron yang berenergi tinggi. Ukuran sampel biasanya harus lebih tipis dari

~2000 Å (Beniac *et al.*, 2010). Secara sederhana prinsip kerja TEM dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4. Prinsip kerja TEM (Explainthatsuff, 2019).

Pada Gambar 2.4 memperlihatkan skema TEM dimulai dari sampel yang dimasukkan kedalam alat TEM yang telah divakumkan sebelumnya. Kemudian dilakukan pengaturan tegangan sehingga elektron mampu menembus daerah terang atau lubang-lubang tak kasat mata pada grid. Elektron yang dipercepat dengan energi tinggi 300 keV pada daerah vakum. Elektron yang dipercepat pada daerah vakum tersebut berperilaku seperti cahaya yang bergerak lurus dan memiliki sifat seperti gelombang dengan panjang gelombang 100.000 kali lebih pendek dari cahaya tampak (Beniac *et al.*, 2010). Elektron kemudian melewati susunan sistem optik yang menggunakan kumparan lensa dan biasanya terbuat

dari jenis magnet. Jarak fokus elektron dapat dikontrol dengan mengatur arus kumparan lensa (Smalman dan Bishop, 1999).

Ketika elektron menembus lapisan sampel suatu material, maka elektron menyebar. Elektron yang tersebar difokuskan oleh sistem lensa elektromagnetik dan menghasilkan citra atau gambar dari sampel. Dari citra atau gambar yang ditampilkan, dapat diketahui ukuran kuantitas dari suatu material baik diperbesar dalam ukuran mikro maupun nano (Hofer, 2014). Hasil citra atau gambar tersebut dapat diolah untuk menentukan distribusi ukuran partikel menggunakan program ImageJ.

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Mei 2018 sampai dengan Agustus 2019. Proses pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung. Karakterisasi sampel dilaksanakan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung dan Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain ember tertutup, botol kaca, corong, gelas beker, gelas sampel, gelas ukur, spatula, *hair dryer*, aluminium foil, plastik *press*, mikro pipet, batang magnet, pengaduk magnetik, neraca digital, mortar dan pastel, oven, *furnace*, *syringe pump* (XB-500), Osram Ultra Vitalux 300 Watt, dan tabung reaksi yang dilengkapi rak. Sedangkan untuk karakterisasi sampel menggunakan TEM dan UV-Vis *Spectroscopy*.

Sementara bahan yang digunakan adalah Titanium (IV) Isopropoksida $[\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4]$ dengan kemurnian 97% dari Sigma-Aldrich, 2-propanol pro analisis (isopropanol) $[\text{C}_3\text{H}_8\text{O}]$ dengan kemurnian 98% Merck, ammonium florida (NH_4F) 98%, tween-80 ($\text{C}_{64}\text{H}_{124}\text{O}_{26}$) Merck, remazol kuning keemasan dan aquadest.

C. Prosedur Penelitian

Sebelum dilakukan pembuatan sampel, terlebih dahulu dibuat larutan HCl dengan konsentrasi 10% dalam ember tertutup. Sampel dan alat yang akan digunakan dalam sintesis terlebih dahulu dicuci, kemudian direndam dalam larutan HCl tersebut selama ± 5 jam. Setelah itu diangkat dan dibiarkan sampai kering dengan sendirinya.

Jumlah sampel yang dipreparasi dalam penelitian ini sebanyak 5 (lima) sampel. Masing-masing sampel diberi perlakuan yang sama dengan variasi laju penambahan doping yang dilakukan dengan menggunakan injeksi. Variasi waktu penambahan doping pada setiap sampel dapat dilihat pada Tabel 3.1 berikut.

Tabel 3.1 Variasi waktu penambahan doping sulfur pada setiap sampel

Nama Sampel	Tween-80 (gr)	i-PrOH (ml)	TTIP (ml)	NH ₄ F (ml)	Laju Penginjeksian (ml/jam)
F-01	20	80	8	0,4	Tanpa injeksi
F-02	20	80	8	0,4	0,8
F-03	20	80	8	0,4	0,4
F-04	20	80	8	0,4	0,3
F-05	20	80	8	0,4	0,2

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini terdiri atas beberapa tahapan antara lain sintesis TiO₂ yang didoping dengan ammonium florida (NH₄F), kalsinasi, karakterisasi sampel dengan menggunakan TEM untuk mengetahui distribusi ukuran kuantitatif sampel, dan uji fotokatalis menggunakan UV-Vis. Adapun penjelasan dari tahapan-tahapan dalam proses sintesis TiO₂ yang didoping fluor tersebut adalah sebagai berikut:

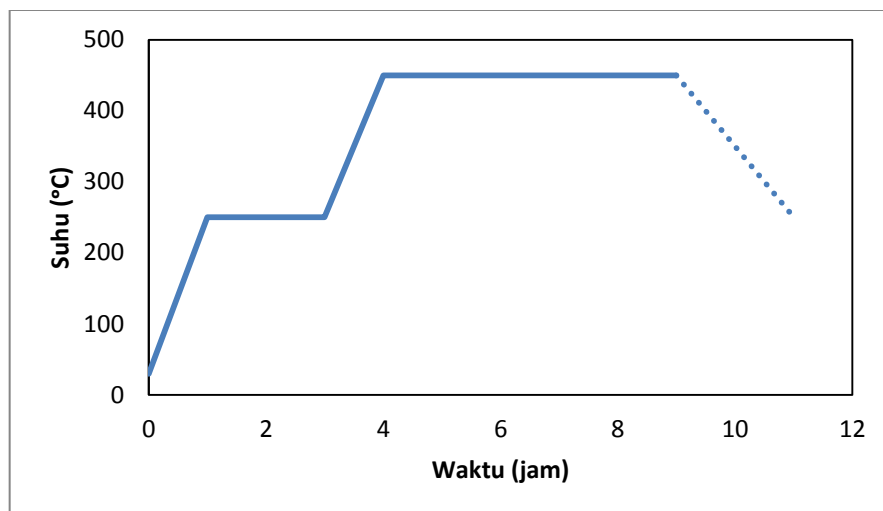
1. Sintesis TiO₂

TiO₂ diperoleh dengan mensintesis campuran tween-80, isopropanol 98%, asam asetat, TTIP 97% dan NH₄F 98% dengan komposisi tertentu. Dalam hal ini isopropanol berfungsi sebagai pelarut, tween 80 sebagai surfaktan, TTIP sebagai sumber titania dan NH₄F berfungsi sebagai sumber doping fluor. Proses sintesis dilakukan dengan menimbang terlebih dahulu tween-80 sebanyak 20 gram yang berbentuk larutan ke dalam gelas sampel, kemudian diaduk selama 3 menit. Selanjutnya dilakukan pengukuran isopropanol sebanyak 80 ml dengan menggunakan gelas ukur. Hasil pengukuran tersebut lalu dicampurkan ke dalam gelas dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 20 menit. Kemudian TTIP sebanyak 8 ml dicampurkan ke dalam gelas dengan menggunakan mikro pipet dengan cara tetes demi tetes (Sari, 2017).

Pipet tidak boleh dibiarkan terlalu lama bersentuhan dengan udara ketika sedang memindahkan TTIP. Hal tersebut dikarenakan sifat TTIP yang mudah berubah menjadi padatan putih seperti salju ketika terlalu lama bersentuhan dengan udara. Kemudian dilanjutkan pengadukan selama 30 menit. Setelah itu NH₄F 0,4 ml dicampurkan ke dalam gelas menggunakan pompa injeksi dengan variasi laju penginjeksian sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 3.1. Pengadukan saat pencampuran NH₄F dilakukan selama 24 jam. Setelah keempat bahan tercampur, selanjutnya dilakukan pengeringan menggunakan oven pada suhu ~80 °C selama 3 hari sampai terbentuk serbuk TiO₂. Setelah itu, serbuk kering digerus dengan menggunakan mortar akik selama ± 2 jam (Sari, 2017). Adapun reaksi pembentukan F-TiO₂ ditunjukkan seperti pada persamaan reaksi dibawah ini.

2. Kalsinasi

Kalsinasi dilakukan menggunakan *furnace* selama 5 jam pada suhu 450 °C yang bertujuan untuk meningkatkan porositas. Adapun tahapan kenaikan suhu dapat dilihat pada Gambar 3.1 (Sari, 2017).



Gambar 3.1. Proses kalsinasi nanotitania

Gambar 3.1 menunjukkan sampel yang dimasukkan ke dalam *furnace* pada suhu awal 30 °C sampai dengan 250 °C dengan kenaikan suhu 4 °C/menit selama 1 jam. Kemudian *furnace* dibiarkan konstan pada suhu 250 °C selama 2 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kadar uap air. Setelah itu, suhu dinaikkan 3°C/menit hingga mencapai suhu 450 °C. Pada suhu tersebut, *furnace* kembali dibiarkan konstan selama 5 jam untuk menghilangkan zat-zat yang tidak diperlukan. Setelah itu, serbuk halus digerus kembali dengan menggunakan mortar akik selama ± 30 menit.

3. Karakterisasi

Untuk mengetahui karakteristik dari nano TiO_2 dapat dilakukan dengan beberapa cara, diantaranya:

a. Karakterisasi TEM

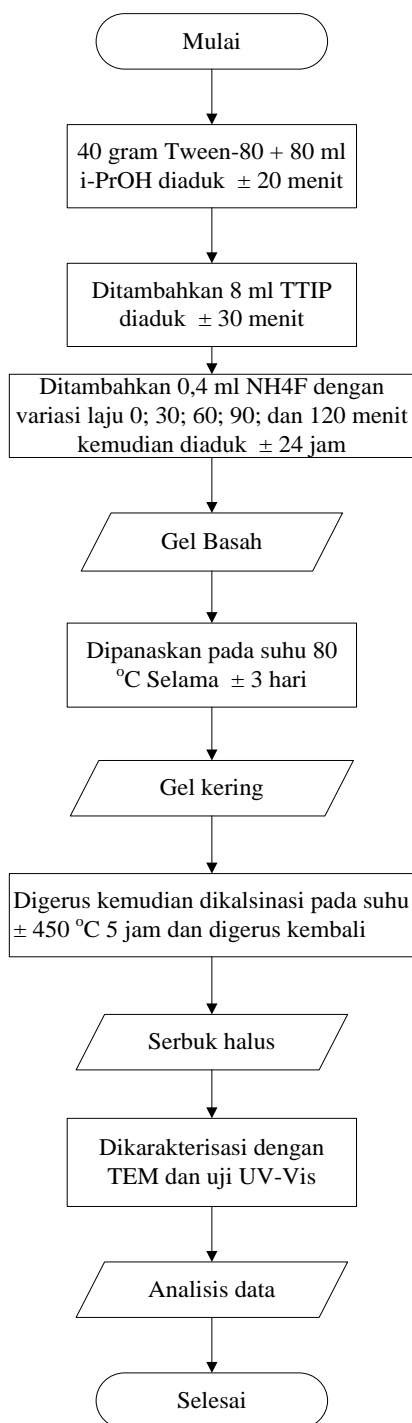
Ukuran Partikel Nanotitania dianalisis menggunakan JEOL JEM 1400. Setiap butiran sampel dihitung sebanyak empat kali pengulangan yaitu vertikal, horizontal dan diagonal. Selanjutnya, hasil pengukuran dapat diperoleh dengan menggunakan *toolbar analyzer* dan memilih *set measurement*. Analisa data dilakukan dengan menggunakan ImageJ untuk menghitung ukuran butiran partikel. Sampel yang dikarakterisasi berbentuk serbuk.

b. Uji Fotokatalis

Uji fotokatalis dilakukan menggunakan larutan remazol kuning keemasan 10 ppm yang terdiri dari 3 ml remazol kuning keemasan yang dilarutkan ke dalam 297 ml akuabides di gelas beker. Kemudian larutan diaduk menggunakan pengaduk magnetik hingga homogen. Setelah itu 0,25 gr TiO_2 ditambahkan ke dalam larutan tersebut dan dilanjutkan pengadukan di bawah penyinaran lampu UV. Selanjutnya dilakukan pengambilan larutan sebanyak 10 ml setiap 10 menit selama 50 menit. Hasil uji fotokatalis ini kemudian dilakukan uji spektrofotometri UV-Vis menggunakan Cary 100 versi 12.00 untuk mengetahui nilai absorbansi pada panjang gelombang tertentu (Rafidiyah, 2017).

D. Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini diawali dengan tahap sintesis nanotitania terdoping fluor menggunakan metode sol gel. Skema dari penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir

V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Aktivitas fotokatalis maksimum terjadi pada sampel F-TiO₂ pada panjang gelombang maksimum sebesar 410 nm ketika disinari dibawah lampu UV.
2. Aktivitas fotokatalis terbaik terdapat pada sampel dengan laju penginjeksian selama 90 menit dengan nilai absorbansi mencapai nol.
3. Ukuran butiran F-TiO₂ berdasarkan hasil uji karakterisasi TEM dengan menggunakan *software* ImageJ adalah (14 ± 4) nm.

B. Saran

Untuk penelitian selanjutnya perlu dilakukan sintesis nanotitania yang didoping fluor dengan metode yang berbeda.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Yudistira, V, Nirmin dan Khairurrijal. 2008. Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1. Pp. 33-57.
- Arivalagan, K., S. Ravichandran, K. Rangasamy dan E. Karthikeyan. 2011. Nanomaterials and its Potential Applications Int. J. Chem Tech. *Journal of Physics Chemical*. Pp. 3.
- Astuti, D. 2008. *Aktivitas Fotokatalitik TiO₂ untuk Degradasi Bahan Pewarna Tekstil Jenis Procion Red MX-88*. Jember: Universitas Jember.
- Beniac, D., Belova, L., Burgess, R., Barnes, C., Cifuentes, L. T., Crassous, P., DiFiore, A., Gspan, C., Gunning, P., Holthuysen, F., Ito, J., Jane, W. N., Johnson, C., Keller, A. and Kisielowski, N. C. 2010. *An Introduction of Microscopy Electron*. John Wiley & Sons (SEA): Singapore Pp. 4.
- Binitha, N., Yaakob, Z. dan Resmi, R. 2010. Influence of Synthesis Methods on Zirconium Doped Titanian Photocatalysts. *Journal of Chemistry*. Vol. 8. No. 1. Pp. 182-187.
- Boroski, M., Rodrigues AC., Garcia J.S., Sampaio LC., Nozaki J., Hioka N. 2009. Combined Electrocoagulation and TiO₂ Photoassisted Treatment Applied to Wastewater Effluents from Pharmaceutical and Cosmetic Industries. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. 162 . Pp. 448.
- Brinker, C. dan Scherer, George W. 1990. Sol-Gel Science: *The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. Academic Press, Inc. London. Pp. 45-55.
- Carp, O., C. L. Huisman, A. Reller. 2004. Photoinduced Reactivity of Titanium Dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*. Vol 32. Pp 33-177
- Chawengkijwanich, C. dan Hayata Y. 2008. Development of TiO₂ Powder-Coated Food Packaging Film and its Ability to Inactivate Escherichia Coli in Vitro and in Actual Tests. *International Journal of Food Microbiology*. Vol. 163. Pp. 288.
- Chen, X. and Samuel S. Mao. 2007. Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*. Vol. 107. Pp. 2891-2959.

- Darzi, S., Mahjoub, A. dan Sarfi, S. 2012. Visible-Light-Active Nitrogen Doped TiO₂ Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Acid Catalyzed Reaction. *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*. Vol 9. No 2. Pp 17-23.
- Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports*. Vol. 48. Pp 53-229.
- Djerdj, J. and Tonejc, A.M. 2006. Structural Investigations of Nanocrystalline TiO₂ Samples. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol 413. Pp 159-174.
- Ertl, G., Knoezinger, H., Schueth, F. and Weitkamp, J. 2008. Handbook of Heterogeneous Catalysis. 2nd edition VCH Weinheim. Vol 1. Pp. 5.
- Fakhrutdinova, E., Shabalina, A. dan Sudareva, E. 2015. Synthesis of TiO₂ and F-Doping TiO₂ Powders Via Reverse Hydrolysis of Titanium Tetraisopropoxide. *Journal of Advanced Materials Research*. Vol 1085. Pp 95-100.
- Fatimah, I. and Karna W. 2005. Sintesis TiO₂/Zeolit Sebagai Fotokatalis pada Pengolahan Limbah Cair Industri Tapioka secara Adsorpsi-Fotodegradasi. *Journal of TEKNOIN*. Vol 10, No. 4. Pp 257-267.
- Feinle, A., M. S. Elsaesser, and N. Hüsing, 2016. Sol-gel Synthesis of Monolithic Materials with Hierarchical Porosity. *Chem. Soc. Rev.* Vol. 45. No. 12. Pp. 3377–3399.
- Firmansyah, M, Prismawiryanti. 2015. Aplikasi Fotokatalis TiO₂ untuk Menurunkan Intensitas Zat Warna Tartrazin secara Fotokatalitik. *Journal of Natural Science*. Vol 4. No 1. Pp 10-16.
- Fujishima, A., Rao, T. dan Tryk, D. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology*. Vol 1. Pp 1-21.
- Gong, J. 2012. Structure and Surface Chemistry of Gold-Based Model Catalysts. *Chemical Reviews*. Vol. 112. Pp 2987–3054.
- Guozhong, Cao and Ying Wang. 2004. *Nanostructures and Nanomaterials : Synthesis, Properties, and Applications*. John Wiley and Sons (SEA): Singapore Pp. 581.
- Halliday, D. dan Resnick, R. 1990. *Fisika Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Hamadani, M., Reisi-Vanami, A. dan Majedi, A. 2009. Preparation and Characterization of S-Doped TiO₂ Nanoparticles, Effect of Calcination Temperature and Evaluation of Photocatalytic Activity. *Journal of Materials Chemistry and Physics*. Vol 116. No 2. Pp 376-382.
- Hamzaoui, H. E., Mohamed B., and Bruno C. 2015. Raman Investigation of Germanium-and Phosphorus-Doping Effects on The Structure of Sol-Gel

- Silica-Based Optical Fiber Preforms. *Journal of Molecular Structure*. Pp 77-82.
- Hashimoto, K., Irie, H. dan Fujishima, A. 2005. TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *Japanese Journal of Applied Physics*. Vol 44. No 12. Pp. 8269-8285.
- Hayle, S. dan Gonfa, G. 2014. Synthesis and Characterization of Titanium Oxide Nanomaterials Using Sol-Gel Method. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. Vol 2. No 1. Pp 1-7.
- Hench, L. dan West, J. 1990. The Sol-Gel Process. *Chemical Review*. Vol. 90. Pp. 33-72.
- Hendrix, Y., A. Lazaro., Q. L. Yu., H.J. Brouwers. 2019. Influence of Synthesis Conditions on the Properties of Photocatalytic Titaniasilica Composites. *Journal of Photochemistry & Photobiology A : Chemistry*. Vol. 371. Pp 25-32.
- Hofer, F. 2014. *Transmission Electron Microscopy and Nanoanalysis. FELMIZFE: Electron Microscopy and Nanoanalysis*. portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/research/TEMandNanoanalysis s. Diakses pada tanggal 02 Februari 2019 pukul 11.00 WIB.
- Hosokawa, M. M. Naito, T. Yokoyama, K. Nogi. 2007 . *Nanoparticle Technology Handbook*. 1st edition. Elsevier .UK.
- Howard, C.J., Sabine. T.M., and Dickson, F. 1991. Structural and Thermal Parameters for Rutile and Anatase. *Acta Crystallographica*. Vol B47. Pp 462-468.
- Huang, S.Y., L. Kavan, I. Exnar. 1995. Rocking Chair Lithium Battery Based on Nanocrystalline TiO₂ (Anatase). *Journal of Electrochemical Society*. Pp. 142.
- Kim, S. J. 1998. Nanostruct: Titania. . *Journal of Electrochemical Society*. Vol. 17. Pp. 141.
- Kim, Y. C., Sasaki, S., Yano, I. K., Kazuhito, H. K., and Isao, K. I. 2000. Relationship Between Theoretical Oxygen Demand and Photocatalytic Chemical Oxygen Demand for Specific Classes of Organic Chemicals. *Analyst*. Vol. 125. Pp 1915-1918.
- Kudo, A. 2007. Photocatalysis And Solar Hydrogen Production. *Pure Applications Chemical*., Vol. 79. No 11. Pp. 1917-1927.
- Lauterwasser, C. 2006. *Opportunities and Risks of Nanotechnologies*. Allianz AG: Munchen.

- Lestari, S. 2004. *Mengurai Susunan Periodik Unsur Kimia*. Jakarta: Kawan Puataka.
- Lie, X., Xue, X., Yang, H., Chen, C., Li, X., Niu, M., Gao, Y. dan Yang, Y. 2015. Effect of Calcination Temperature on the Structure and Visible-Light Photocatalytic Activities of (N, S and C) Co-Doped TiO₂ Nano-Materials. *Journal of Applied Surface Science*. Vol 332. Pp 172-180.
- Linsebigler, A.L., Guangquan, Lu, dan John T. Yates.1995. Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Journal of Chemical Review*. Pp. 33.
- Linsebigler, A.L., Guangquan, Lu, dan John T. Yates.1995. Photocatalysis on TiO₂ Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Journal of Chemical Review*. Pp 33.
- Liu, Y., Zhou, S., Yang, F.,Qin, H., and Kong, Y. 2016. Degradation of Phenol in Industrial Wastewater Over The F-Fe/TiO₂ Photocatalysts Under Visible Light Illumination. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. Vol 24. Pp. 1712-1718.
- Macwan, D.P., C. Balasubramanian , P.N. Dave , Shalini Chaturvedi. 2011. Thermal Plasma Synthesis of Nanotitania and its Characterization. *Journal of Saudi Chemical Society*. Vol. 18. Pp 234-235.
- Mai, L., Huang, C., Wang, D., Zhang, Z. dan Wang, Y. 2009. Effect of C-Doping on the Structural and Optical Properties of Sol-Gel TiO₂ Thin Films. *Journal of Applied Surface Science*. Vol. 255. No. 22. Pp. 9285-9289.
- Mao, L. Q. Li, H. Dang, and Z. Zhang. 2005. Synthesis of Nanocrystalline TiO₂ with High Photoactivity and Large Specific Surface Area by sol-gel Method. *Mater. Res. Bull.* Vol. 40. No. 2. Pp. 201–208.
- Morris, G. E., Peter Self, Daniel Fornasiero dan S. Farrokhpay. 1999. Surface Chemistry and Rheological Behavior of Titania Pigment Suspensions. *Journal of Physicochemical and Engineering Aspects*.Vol. 155. Pp. 27.
- Nishizawa, K., Okada, M. dan Watanabe, E. 2014. New Preparation Method of Visible Light Responsive Titanium Dioxide Photocatalytic Films. *Materials Sciences and Applications*. Vol. 5. Pp. 112-123.
- Noordermeer, J.W.M., Datta, R.N., Dierkes, W.K., Guo, R., Mathew, T., Tiwari, M., Talma, A.G., van, Ooij W., 2011. Surface Modification of Fillers and Curatives by Plasma Polymerization for Enhanced Performance of Single Rubbers and Dissimilar Rubber/Rubber Blends. *Advanced Rubber Composites*. Pp. 1–52.
- Ohno, T., Akiyoshi, M., Umebayashi, T., Asai, K., Mitsui, T. dan Matsumura, M. 2004. Preparation of S-TiO₂ Photocatalysts and Their Photocatalytic

- Activities under Visible Light. *Journal of Applied Catalysis*. Vol. 265. No. 1. Pp. 115-121.
- Palanivelu, K., Im, J. dan Lee, Y. 2007. Carbon Doping of TiO₂ for Visible Light Photocatalysis – A Review. *Journal of Carbon Science*. Vol. 8. No. 3. Pp. 214-224.
- Panush, S. 2012. Opalescent Automotive Paint Compositions Containing Microtitanium Dioxide Pigment. *Journal of Applied Surface Science* . Vol. 258. Pp. 3531.
- Park, C., Bangi, U. dan Park, H. 2013. Effect of Sulfur Dopants on the Porous Structure and Electrical Properties of Mesoporous TiO₂ Thin Films. *Journal of Materials Letters*. Vol. 106. Pp 401-404.
- Pokropivny, V., Runno L., I Hussai, Alex, Pokropivny. 2007. Introduction to Nanomaterials and Nanotechnology. *Tartu University Press*. Pp. 10.
- Pokropivny, V., Runno L., I Hussai, Alex, Pokropivny. 2007. Introduction to Nanomaterials and Nanotechnology. *Tartu University Press*. Pp. 10.
- Qiu, X., Hongliang P., Chenghang Y., Fangfang L., Ruiping Z., Dongwei X., Xiuhua L., and Shijun L. 2006. Nitrogen, Phosphorus and Iron Doped Carbon Nanospheres with High Surface Area and Hierarchical Porous Structure for Oxygen Reduction. *Journal of Power Sources*. Vol. 288. Pp. 253-260.
- Rockafellow, E. M., Stewart, L. K. dan Jenks, W. S. 2009. Is Sulfur Doped TiO₂ an Effective Visible Light Photocatalyst for Remediation. *Applied Catalys B: Environmental*. Vol. 91. Pp. 554-562.
- Rosenauer, A. 2003. Transmission Electron Microscopy of Semiconductor Nanostructures: Analysis of Composition and Strain State. *Springer*. Pp 1.
- Saas, J. 2007. Nanotechnology's Invisible Threat: Small Science Big Consequences. *Journal of Natural Resources Defense Council*. Pp. 1.
- Sari, L. M. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Nnotitania yang Didoping Flour Menggunakan Metode Sol Gel. *Skrpsi*. Universitas Lampung: Lampung. Pp. 75.
- Sinha, S., Orozco, N., Ramirez, D. and Rodriguez-Vazquez, R. 2009. Effect of Surfactant on TiO₂/UV Mediated Heterogeneous Photocatalytic Degradation of DDT in Contaminated Water. *Journal of Clean Technology*. Vol 4. Pp 273-276.
- Slamet, S., Riyadi dan Danumulyo. 2003. *Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium (VI) dengan Fotokatalis TiO₂*. Makara Teknologi. Vol. 7, No. 1.

- Smallman, dan R.J. Bioshop.1999. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*. Erlangga. Pp 448.
- Su, C., Hong, B.Y. dan Tseng, C.M. 2004. Sol-Gel Preparation and Photocatalysis of Titanium Dioxide. *Journal of Catalysis Today*. Vol. 96. No. 3. Pp. 119-126.
- Subagja, R., Ahmad R., Ariyo S. 2017. Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi terhadap Perubahan Fasa TiO₂. *Majalah Metalurgi*. Vol 29. Pp 245-254.
- Tanaka, K., Hisanaga, T., dan Harada, K.1991. Efficient Photocatalytic Degradation of Chloral Hydrate in Aqueous Semiconductor Suspension. *Journal of Water Research*. Vol 48. Pp 155-159.
- Tussa'adah, R., Astuti. 2015. Sintesis Material Fotokatalis TiO₂ untuk Penjernihan Limbah Tekstil. Padang: *Jurnal Fisika Unand*. Vol. 4.No. 1.
- Valentin, C., Pacchioni, G. dan Selloni, A. 2005. Theory of Carbon Doping of Titanium Dioxide. *Journal of Chemical Material*. Vol. 17. No. 26. Pp. 6656-6665.
- Vestal, D.R., Z. J. Chang. 2004. *Int. J. Nanobiotechnology*. Pp 1-2.
- Wang, Q., Juhong L., Yan B., Juan H., Junbo Z., Jianzhang L., Ning A., Jie Y., and Fangping W. 2015. Photocatalytic Activity of Hydrogen *Science in Semiconductor Proccesing*. Vol. 40. Pp. 418-423
- Wilson, J. Richard. 2010. Minerals and Rocks. Denmark. Ventus Publishing Aps. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. Pp. 10-13.
- Yang, G., Zifeng Yan, Tiancun Xiao. 2012. Low-Temperature Solvothermal Synthesis of Visible-Light-Responsive S-Doped TiO₂ Nanocrystal. *Journal of Applied Surface Science*. Vol 258. No 8. Pp. 4016-4022.
- Yang, G., Zifeng Yan, Tiancun Xiao. 2012. Low-Temperature Solvothermal Synthesis of Visible-Light-Responsive S-Doped TiO₂ Nanocrystal. *Journal of Applied Surface Science*. Vol 258. No 8. Pp. 4016-4022.
- Yang, J., S. Tighe. 2013. A Review of Advances of Nanotechnology in Asphalt Mixtures. *Journal of Physics Chemical*. Pp. 1269–1276.
- Yu, C., Fan, Q., Xie, Y., Chen, J., Shu, Q., and Yu, J. C. 2012. Sonochemical Fabrication of Novel Square-Shaped F-Doped TiO₂ Nanocrystals with Enhanced Performance in Photocatalytic Degradation of Phenol. *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 237–238, Pp. 38– 45.
- Yu, J. C., Yu, J., Ho, W., Jiang, Z., & Zhang, L. 2002. Effects of F- doping on the photocatalytic activity and microstructures of nanocrystalline TiO₂ powders. *Chemistry of Materials*. Vol. 14. No. 9. Pp. 3808–3816.

- Yu, W., Liu, X., Pan, L., Li, J., Liu, J., Zhang, J., Li, P., Chen, C., and Sun, Z. 2014.. Enhanced Visible Light Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by F-doped TiO₂. *Applied Surface Science*, Vol. 319, Pp. 107-112.
- Yu, W., Liu, X., Pan, L., Li, J., Liu, J., Zhang, J., Li, P., Chen, C., and Sun, Z. 2014.. Enhanced Visible Light Photocatalytic Degradation of Methylene Blue by F-doped TiO₂. *Applied Surface Science*, Vol. 319. Pp. 107-112.
- Yusoff, Meor M. S., Mahdi E. M., Masliana M., Wilfred Paulus. 2012. Effect On Used Of Different HCl Molarities to the Characteristic of Nanotitania Powder Produced Via the Hydrothermal Method. *SciVerse ScienceDirect*. Vol 3. Pp. 250-254.
- Zeng, Y., Ning D., Qiang C., Junjun H., Xingbo L., and Weijie S. 2013. Preparation and Characterization of Phosphorus-Doped Silicon Nanocrystals in SiC_x Films. *Materials Science in Semoconductor Proccesing*. Vol 16. Pp 598-604.
- Zhao, Y., Du, X., Wang, X., He, J., Yu, Y. dan He, H. 2010. Effect of Doping on TiO₂ Acidic Sites and Their Application in QCM Based Gas Sensors. *Journal of Sensors and Actuators B: Chemical*. Vol. 151. No. 1. Pp 205-211.