POTENSI FOTOKATALIS silka Mesopori Gelatin-CTAB dalam Pengembanaan Fotokatalis Titan

AMERTA

POTENSI FOTOKATALIS

Silika Mesopori Gelatin-CTAB dalam Pengembangan Fotokatalis Titania

redokatalitik dianggap sebagai metode yang efisien untuk degradasi senyawa organik beracun oleh radikal hidroksil (OH-) yang merupakan oksidator kuat. Proses fotokatalitik menggunakan energi cahaya (sinar UV) untuk mendegradasi zat warna untuk meningkatkan laju reaksi redoks yang diinduksi oleh cahaya maka diperlukan fotokatalis.

Dalam buku ini akan dijelaskan proses pembuatan fotokatalis TiO2 pada Silika Mesopori termodifikasi gelatin, dan hasil karakterisasi pengaruh variasi massa gelatin yang ditambahkan pada Silika Mesopori.

www.amertamedia.co.id
 mediaamerta@gmail.com
 amertamedia
 Penerbit Buku



A

**POTENSI FOTOKATALIS** 



# POTENSI FOTOKATALIS

Silika Mesopori Gelatin-CTAB dalam Pengembangan Fotokatalis Titania

> MARIA ULFA CINDY NUR ANGGREANI

# POTENSI FOTOKATALIS: SILIKA MESOPORI GELATIN-CTAB DALAM PENGEMBANGAN FOTOKATALIS TITANIA



Buku ini tidak diperjualbelikan.

#### Sanksi Pelanggaran Pasal 113 Undang-Undang No. 28 Tahun 2014 Tentang Hak Cipta

- 1. **Setiap Orang** yang dengan tanpa hak melakukan pelanggaran hak ekonomi sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf i untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 1 (satu) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp100.000.000 (seratus juta rupiah).
- 2. Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf c, huruf d, huruf f, dan/atau huruf h untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 3 (tiga) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp500.000.000,00 (lima ratus juta rupiah).
- 3. Setiap Orang yang dengan tanpa hak dan/atau tanpa izin Pencipta atau pemegang Hak Cipta melakukan pelanggaran hak ekonomi Pencipta sebagaimana dimaksud dalam Pasal 9 ayat (1) huruf a, huruf b, huruf e, dan/atau huruf g untuk Penggunaan Secara Komersial dipidana dengan pidana penjara paling lama 4 (empat) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp1.000.000,000 (satu miliar rupiah).
- 4. Setiap Orang yang memenuhi unsur sebagaimana dimaksud pada ayat (3) yang dilakukan dalam bentuk pembajakan, dipidana dengan pidana penjara paling lama 10 (sepuluh) tahun dan/atau pidana denda paling banyak Rp4.000.000.000,000 (empat miliar rupiah).

# POTENSI FOTOKATALIS: SILIKA MESOPORI GELATIN-CTAB Dalam Pengembangan Fotokatalis titania

## Maria Ulfa Cindy Nur Anggreani



MEDIA

Buku ini tidak diperjualbelikan.

#### POTENSI FOTOKATALIS: SILIKA MESOPORI GELATIN-CTAB Dalam Pengembangan fotokatalis titania

Diterbitkan pertama kali oleh Penerbit Amerta Media Hak cipta dilindungi oleh undang-undang *All Rights Reserved* Hak penerbitan pada Penerbit Amerta Media Dilarang mengutip atau memperbanyak sebagian atau seluruh isi buku ini tanpa seizin tertulis dari Penerbit

#### Anggota IKAPI

No 192JTE/2020 Cetakan Pertama: Oktober 2023 15,5 cm x 23 cm ISBN: 978-623-419-506-4

#### Penulis:

Maria Ulfa Cindy Nur Anggreani

Editor:

Alfiatin

#### **Desain Cover:**

Dwi Prasetyo

#### Tata Letak:

Ladifa Nanda

#### Diterbitkan Oleh:

Penerbit Amerta Media

#### NIB. 0220002381476

Jl. Raya Sidakangen, RT 001 RW 003, Kel, Kebanggan, Kec. Sumbang, Purwokerto, Banyumas 53183, Jawa Tengah. Telp. 081-356-3333-24 Email: mediaamerta@gmail.com Website: amertamedia.co.id Whatsapp : 081-356-3333-24

### Prakata

Alhamdulillah, puji syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah Yang Maha Segalanya. Karena rakhmat dan hidayah-Nya, penulis berhasil menyelesaikan karya sederhana ini. Tidak lupa terima kasih juga penulis ucapkan spesial untuk keluarga, sahabat, teman, dan semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis hingga karya ini dapat diselesaikan dengan baik.

Salah satu zat warna yang banyak digunakan dalam industri tekstil adalah Methvlene Blue (MB) karena paling murah dibandingkan dengan zat warna lainnya. Methylene Blue termasuk kedalam kategori pewarna hidrokarbon aromatik kationik yang beracun. Methylene Blue yang tidak terdegradasi dalam perairan dapat menyebabkan efek toksik seperti mual, muntah, nyeri perut dan dada, dan hipertensi jika masuk ke dalam tubuh manusia. Dampak negatif dari Methylene Blue dapat dikurangi dengan berbagai metode seperti metode fisika konvensional (flokulasi dan koagulasi), metode biologi konvensional, dan metode lanjutan seperti proses ozonasi, fenton, adsorpsi, fotokatalitik, dan kombinasi ozonasi dengan fotokatalitik. Fotokatalitik dianggap sebagai metode yang efisien untuk degradasi senyawa organik beracun oleh radikal hidroksil (OH-) vang merupakan oksidator kuat. Proses fotokatalitik menggunakan energi cahaya (sinar UV) untuk mendegradasi zat warna. Untuk meningkatkan laju reaksi redoks yang diinduksi oleh cahaya maka diperlukan fotokatalis.

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) dikenal sebagai semikonduktor yang paling sering digunakan karena aktivitas fotokatalitiknya yang tinggi, biaya rendah, tidak beracun, stabilitas tinggi, memiliki kelimpahan yang tinggi di alam, bersifat inert secara kimia dan biologis, serta ramah lingkungan. Namun fotokatalis TiO<sub>2</sub> memiliki kelemahan yaitu memiliki celah pita yang relatif besar (3,2 eV untuk fase anatase) sesuai dengan panjang gelombang 370 nm sehingga memiliki kemampuan menyerap cahaya yang rendah dimana hanya 3-5% energi cahaya matahari yang efektif terserap. Salah satu upaya untuk mengatasi masalah ini yaitu dengan melakukan impregnasi pada permukaan berpori untuk memperbaiki dan meningkatkan aktivitas fotokatalitik titanium dioksida.

Penambahan surfaktan pada pembuatan material berpori dapat menambah ukuran dan volume pori, mengendalikan morfologi, mencegah aglomerasi, dan menurunkan mikroporositas. Surfaktan yang sering digunakan yaitu gelatin dan Setiltrimetil ammonium bromida (CTAB). CTAB merupakan soft-template yang banyak dimanfaatkan sebagai surfaktan karena sifatnya yang tidak beracun, murah, biodegradable dan memiliki stabilitas permukaan yang baik. Gelatin adalah senyawa organik yang didalamnya terdapat asam amino seperti 14% Hidroxyprolin, 16% Prolin, 26% Glysine, kandungannya tergantung dari bahan mentahnya. Gelatin merupakan protein larut yang bersifat hidrofobik dan hidrofilik dalam strukturnya sebagai ciri khas suatu surfaktan, memiliki sifat vang lebih alami karena merupakan material dari bahan alam dan ramah lingkungan, lebih murah dan memenuhi aspek keterbaharuan sehingga sesuai untuk dipilih sebagai cetakan lunak. Berdasarkan kimia silika, gelatin dari protein alami larut air, yang memiliki banyak gugus amida (-CO-NH<sub>2</sub>) dapat memiliki afinitas tinggi untuk berinteraksi kuat dengan gugus silanol (Si-OH) pada spesies silikat melalui beberapa ikatan hidrogen. Selain itu, gelatin dengan banyak gugus pengkelat (-NH2 dan -SH) juga dapat bertindak sebagai capping agent dari nanopartikel logam.

Terdapat beberapa metode dapat digunakan dalam sintesis silika mesopori, seperti sol-gel, kopresipitasi, polymeric gel dan hidrotermal. Metode sol-gel hidrotermal digunakan karena kemampuannya dalam mengontrol sifat permukaan material. Metode sol-gel menghasilkan kristal yang tidak teratur sehingga perlakuan hidrotermal dapat diterapkan untuk menghindari tersebut dengan menumbuhkan inti kristal secara bertahap, dikarenakan proses aging yang dilakukan pada saat proses hidrotermal membuat proses hidrolisis dan kondensasi lebih lanjut serta terjadinya penyusunan ulang struktur menjadi lebih teratur.

Oksida logam yang diimpregnasi ke dalam material berpori dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasinya. Hal ini dapat dilihat dari penelitian tentang pengolahan limbah Rhodamin B dengan TiO<sub>2</sub>, zeolit, dan TiO<sub>2</sub>-Zeolit. Hasil dari penelitian tersebut yaitu adsorpsi Rhodamin B dengan 100% zeolit memiliki efisiensi sebesar 51%, dimana zeolit yang teraktivasi memiliki pori dan rongga-rongga di

dalamnya yang memungkinkan zeolit dapat menyerap zat warna. Kemudian pada TiO<sub>2</sub> 100% memiliki efisiensi sebesar 36,26%, sedangkan pada material TiO2-Zeolit memiliki efisiensi sebesar 98,73%. Besarnya % efisiensi dari TiO<sub>2</sub>-Zeolit dibandingkan dengan zeolit 100% dan TiO<sub>2</sub> 100% dikarenakan kemampuan dari zeolit lebih meningkat setelah adanya penambahan bahan semikonduktor. Dimana dengan penambahan bahan semikonduktor vaitu TiO<sub>2</sub> dapat menghasilkan radikal hidroksil yang lebih maksimal dalam mendegradasi zat warna pada limbah Rhodamin B. Oksida logam yang diimpregnasi ke dalam material berpori juga dapat meningkatkan luas permukaan katalis. Hal ini dapat dilihat dari penelitian tentang degradasi polutan organik di air dengan TiO<sub>2</sub>-Zeolit. Hasil dari penelitian tersebut vaitu luas permukaan TiO<sub>2</sub> sebesar 59 m<sup>2</sup>/g setelah TiO<sub>2</sub> 5% diimpregnasi ke dalam zeolit Y, luas permukaannya meningkat menjadi 84 m<sup>2</sup>/g. Meningkatnya luas permukaan disebabkan oleh bertambahnya pori-pori dan sisi aktif.

Selain itu, dengan mengimpregnasikan oksida logam ke dalam material berpori dapat memperluas permukaan katalis. Luas permukaan spesifik katalis zeolite alam yang telah di impregnasi oleh TiO<sub>2</sub> memiliki luas permukaan spesifik terbesar 164,3179 m<sup>2</sup>/g, sedangkan luas permukaan spesifik zeolite alam 100% sebesar 153,6458 m<sup>2</sup>/g. Kenaikan luas permukaan zeolite alam setelah dimodifikasi dengan TiO<sub>2</sub> disebabkan oleh bertambahnya pori-pori serta meningkatnya jumlah situs aktif. Jumlah situs aktif zeolite alam/TiO<sub>2</sub> sebanyak 13,1208 x 10<sup>20</sup> lebih besar dari pada zeolite alam 100% yang hanya berkisar 11,1028 x 10<sup>20</sup>.

Akhir kata, semoga karya sederhana ini dapat memberikan kebermanfaatan untuk masyarakat luas dan dapat menambah literasi bagi dunia akademik di Indonesia. Selamat membca!

Penulis

# Daftar Isi

РКАКАТА	<b>v</b>
DAFTAR ISI	<b>v</b> iii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
BAB II TITANIUM DIOXIDE	7
BAB III SILIKA MESOPORI	13
BAB IV GELATIN	17
BAB V PENJENIJHAN ZAT DENGAN METODE IMPRE	GNASI
	19
BAB VI FOTODEGRADASI METHYLENE BLUE	23
BAB VII KARAK I ERISASI FUTUKA TALIS	31
A. X-Ray Diffraction (XRD)	<b>31</b> 31
A. X-Ray Diffraction (XRD) B. Scanning Electron Microscopy (SEM)	<b>31</b> 31 33
A. X-Ray Diffraction (XRD) B. Scanning Electron Microscopy (SEM) C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)	<b>31</b> 31 33 36
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li> <li>B. Scanning Electron Microscopy (SEM)</li> <li>C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</li> <li>D. Brunaeur-Emmet-Teller (BET)</li> </ul>	31 33 36 39
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li> <li>B. Scanning Electron Microscopy (SEM)</li> <li>C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</li> <li>D. Brunaeur-Emmet-Teller (BET)</li> <li>E. Spektrofotometer UV-Vis</li> </ul>	31 31 33 36 39 40
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li> <li>B. Scanning Electron Microscopy (SEM)</li> <li>C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</li> <li>D. Brunaeur-Emmet-Teller (BET)</li> <li>E. Spektrofotometer UV-Vis</li> </ul>	31 33 36 39 40
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 31 33 36 39 40 PORI43
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li> <li>B. Scanning Electron Microscopy (SEM)</li> <li>C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)</li> <li>D. Brunaeur-Emmet-Teller (BET)</li> <li>E. Spektrofotometer UV-Vis</li> <li>BAB VIII PEMBUATAN FOTOKATALIS SILIKA MESOF</li> <li>A. Sintesis Silika Mesopori dari Gelatin dan CTAB</li> </ul>	31 31 33 36 39 40 PORI43 43
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 33 36 39 40 PORI43 43 43 48
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 31 33 36 39 40 40 40 43 43 48 50
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 33 36 39 40 PORI43 43 48 50
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 33 36 39 40 PORI43 43 43 43 43 43 50
<ul> <li>A. X-Ray Diffraction (XRD)</li></ul>	31 31 33 36 39 40 <b>PORI43</b> 43 43 43 50 53 53 53

C. Fourier Transform Infra Red (FTIR)	61
D. Scanning Electron Microscopy (SEM)	72
E. Energy Dispersive X-Ray (EDX)	79
BAB X APLIKASI FOTOKATALIS SILIKA MESO	PORI, SILIKA
MESOPORI, DAN TIO <sub>2</sub>	83
BAB XI PENUTUP	97
DAFTAR PUSTAKA	98
GLOSARIUM	
DAFTAR SINGKATAN	
INDEKS	118

# Daftar Gambar

Gambar 2.1	Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> 8
Gambar 3.1	Morfologi MCM-41 menggunakan TEM14
Gambar 3.2	Morfologi MCM-48 menggunakan TEM15
Gambar 3.3	Morfologi SBA-15 menggunakan TEM16
Gambar 6.1	Struktur dari Methylene Blue
Gambar 6.2	Mekanisme Reaksi Fotokatalisis
Gambar 7.1	Pola Difraksi MCM-41: (a) Sebelum Kalsinasi dan (b)
	Setelah Kalsinasi
Gambar 7.2	Hasil Karakterisasi XRD TiO2 Hasil Sintesis
	Menggunakan Metode Sol-Gel
Gambar 7.3	Morfologi MCM-41 Tanpa Surfaktan34
Gambar 7.4	Foto SEM dari sampel TiO2 dengan perlakuan variasi
	waktu kalsinasi: (a) 1 jam, (b) 2 jam, (c) 3 jam, dan (d)
	6 jam
Gambar 7.5	Spektra FTIR dari MCM-4136
Gambar 7.6	Hasil Karakterisasi FTIR TiO <sub>2</sub> Menggunakan Metode
	Sol-Gel
Gambar 7.7	Kurva Adsorpsi Desorpsi sampel MCM-4139
Gambar 7.8	Kurva Adsorpsi Desorpsi TiO_2 dan TiO_2/FeOCl40
Gambar 7.9	Karakteristik Absorpsi (a) dan Kurva Standar Larutan
	MB pada 664 nm (b)41
Gambar 7.10	Kurva degradasi Fotokatalisis MB: (a) C/Co vs t dan
	(b) Ln C/Co vs t41
Gambar 8.1	Proses Sintesis Silika Mesopori Metode Hidrotermal
Gambar 8.2	Mekanisme sederhana pembentukan TiO <sub>2</sub> /Silika
	Mesopori yang bermula dari Sintesis Silika Mesopori
	dan dilanjutkan proses impregnasi TiO2 pada Silika
	Mesopori
Gambar 8.3	Proses Aktivasi Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika
	Mesopori51

Buku ini tidak diperjualbelikan.

Gambar 9.1	Difraktogram sampel Silika Mesopori Sol-Gel (a), Silika Mesopori Sol-Gel Hidrotermal (b), TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori Sol-Gel (c), TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori Sol-Gel Hidrotermal (d) dan TiO <sub>2</sub> anatase berdasarkan data
Gambar 9.2	Kurva Adsorpsi-Desorpsi dari sampel (a) $SMG_{10}$ NH (b) $SMG_{10}$ H (c) $TiO_2/SMG_{10}$ NH (d) $TiO_2/SMG_1$ H (e) $TiO_2/SMG_{10}$ H (f) $TiO_2/SMG_{20}$ H (g) $TiO_2/SMG_{100}$ H (b) $TiO_2/SMC_{100}$ H
Gambar 9.3	Spektra IR dari Silika Mesopori (a) dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori (b) pada bilangan gelombang 450-4000 cm <sup>-1</sup>
Gambar 9.4	Hasil Karakterisasi SEM 50.000x dan Histogramnya (a) SMG <sub>10</sub> NH (b) SMG <sub>10</sub> H (c) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> NH (d) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H (e) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> H (f) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H (g) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H $_{200}$ TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H $_{200}$ TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H $_{200}$ TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H $_{200}$ TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H $_{200}$ TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /
Gambar 10.1	Pengaruh waktu penyinaran terhadap efisiensi degradasi <i>methylene blue</i> 86
Gambar 10.2	Perbedaan warna ketika fotodegradasi langsung dari menit 0 (kiri) sampai menit 90 (kanan) pada sampel (a) TiO <sub>2</sub> (b) SMC <sub>100</sub> NH (c) SMG <sub>1</sub> NH (d) SMG <sub>10</sub> NH (e) SMG <sub>20</sub> NH (f) SMG <sub>100</sub> H (g) SMC <sub>100</sub> H (h) SMG <sub>1</sub> H (i) SMG <sub>10</sub> H (j) SMG <sub>20</sub> H (k) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> NH (l) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> NH (m) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> NH (n) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> NH (o) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H (p) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H (q) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H (r) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> H (s) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H.92
Gambar 10.3	Spektra UV-Vis larutan methylene blue yang didegradasi oleh fotokatalis (a) TiO <sub>2</sub> (b) SMG <sub>1</sub> H (c) SMG <sub>10</sub> H (d) SMG <sub>20</sub> H (e) SMG <sub>100</sub> H (f) SMC <sub>100</sub> H (g) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H (h) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> H (i) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H (j) TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H (k) TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H95 provide the second se
	Bul

# Daftar Tabel

Penelitian Sintesis TiO <sub>2</sub>	9
Fotodegradasi Methylene Blue	27
Ukuran Kristal Silika Mesopori dan Silika Mesopori	
yang Diimpregnasi dengan TiO <sub>2</sub>	55
Data Analisis Kuantitatif dari Silika Mesopori	
dan Silika Mesopori yang diimpregnasi dengan $TiO_2$ .	56
Hasil Analisis Porositas Sampel Menggunakan	
Karakterisasi BET	58
Data Analisis FTIR dari sampel Silika Mesopori,	
TiO <sub>2</sub> , dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori	62
Ukuran Rata-Rata Diameter Partikel dan Standar	
Deviasi Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori	77
Analisis Komposisi Unsur dan Rata-Rata Diameter	
Partikel dari Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika	
Mesopori	80
Nilai efisiensi degradasi methylene blue oleh fotokatalis	s
Silika Mesopori, TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori, dan TiO <sub>2</sub>	
pada menit ke-90 waktu penyinaran	84
	Penelitian Sintesis TiO <sub>2</sub> Fotodegradasi <i>Methylene Blue</i> Ukuran Kristal Silika Mesopori dan Silika Mesopori yang Diimpregnasi dengan TiO <sub>2</sub> Data Analisis Kuantitatif dari Silika Mesopori dan Silika Mesopori yang diimpregnasi dengan TiO <sub>2</sub> . Hasil Analisis Porositas Sampel Menggunakan Karakterisasi BET Data Analisis FTIR dari sampel Silika Mesopori, TiO <sub>2</sub> , dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori Ukuran Rata-Rata Diameter Partikel dan Standar Deviasi Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori Analisis Komposisi Unsur dan Rata-Rata Diameter Partikel dari Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori Nilai efisiensi degradasi <i>methylene blue</i> oleh fotokatali Silika Mesopori, TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori, dan TiO <sub>2</sub> pada menit ke-90 waktu penyinaran

Indonesia menjadi salah satu negara yang mengalami pertumbuhan pesat di sektor industri tekstil. Pertumbuhan ini terjadi karena produk yang dihasilkan merupakan kebutuhan pokok (Hikmawati & Haqiqi, 2019). Selain itu, minat yang tinggi dari masyarakat terhadap berbagai ragam busana yang semakin beragam juga menjadi faktor penggeraknya (Baunsele & Missa, 2020). Industri tekstil Indonesia memproduksi berbagai jenis bahan tekstil, produk tekstil, dan pakaian, yang menjadi penyumbang utama pendapatan di sektor non-migas dan berada di peringkat ketiga setelah minyak bumi dan gas alam. Terbukti, industri tekstil telah terbukti sebagai industri strategis dengan tingkat produksi yang tetap stabil, bahkan saat menghadapi krisis ekonomi. Oleh karena itu, harapannya adalah bahwa produksi industri tekstil akan terus meningkat seiring dengan pertumbuhan kebutuhan di dalam dan luar negeri (Huda & Yulitaningtyas, 2018).

Namun, pertumbuhan pesat dalam industri tekstil juga membawa dampak negatif, salah satunya adalah peningkatan volume dan variasi jenis limbah yang dihasilkan (Kustomo & Santosa, 2019). Proses pencelupan menjadi penyebab utama dampak negatif ini. Proses pencelupan menghasilkan sekitar 24% zat warna dan 6% garam yang kemudian menjadi limbah di perairan (Huda & Yulitaningtyas, 2018). Zat warna adalah salah satu bahan baku utama berkontribusi besar dalam industri tekstil yang terhadap pencemaran lingkungan. Sekitar 10-15% zat warna yang digunakan tidak dapat didaur ulang dan harus dibuang, dengan kadar sekitar 20-30 mg/L. Hal ini membuat limbah sulit diurai secara alami, yang pada gilirannya mengganggu ekosistem perairan (Rizki et al., 2019). Senyawa-senyawa pewarna tekstil umumnya termasuk dalam kelompok senyawa azo dan gugus benzena. Gugus benzena sulit untuk terdegradasi, dan senyawa azo yang terlalu lama bertahan di lingkungan dapat berkontribusi pada masalah kesehatan karena sifatnya yang karsinogenik dan mutagenik (Stephen Inbaraj & Chen, 2011).

Salah satu zat warna yang paling banyak digunakan dalam industri tekstil adalah Methylene Blue (MB) karena harganya yang lebih terjangkau dibandingkan zat warna lainnya. Methylene Blue menghasilkan warna dasar biru (Fitriani et al., 2015). Jenis zat warna ini termasuk dalam kategori pewarna hidrokarbon aromatik kationik vang beracun. Jika Methylene Blue tidak terdegradasi di perairan, dapat menyebabkan efek toksik seperti mual, muntah, nyeri perut dan dada, serta hipertensi ketika terpapar manusia (Ibrahim et al., 2021). Kehadiran Methylene Blue di perairan juga dapat menghalangi penetrasi sinar matahari, mengurangi tingkat fotosintesis pada tumbuhan air, dan menurunkan kadar oksigen terlarut (Hashemian et al., 2013). Menurut Keputusan Menteri Lingkungan Hidup RI No. 51/MENLH/10/1995, batas konsentrasi yang diizinkan untuk Methylene Blue dalam perairan adalah 5-10 mg/L. Meskipun Methylene Blue hanya digunakan sekitar 5% dalam proses pewarnaan, sisanya sekitar 95% dibuang sebagai limbah. Hal ini sangat berpotensi berbahaya karena dalam konsentrasi yang tinggi, limbah Methylene Blue dapat meningkatkan Kebutuhan Oksigen Kimia (COD) vang merusak ekosistem lingkungan (Reed, 2019).

Dampak negatif dari Methylene Blue dapat diperkecil melalui berbagai metode, termasuk metode fisika konvensional seperti flokulasi dan koagulasi (Dotto et al., 2019), metode biologi konvensional (Handayani et al., 2018), serta metode lanjutan seperti proses ozonasi (Rame et al., 2020), proses Fenton (Chatzisymeon et al., 2013), adsorpsi (Reed, 2019), fotokatalitik (Syahroni & Djarwanti, 2015), dan kombinasi ozonasi dengan fotokatalitik (He & Zhou, 2017). Di Indonesia, air limbah dari industri tekstil umumnya masih diolah dengan metode konvensional, yang menyebabkan tingkat pencemaran dalam air buangan masih relatif tinggi (Rame et al., 2020).

Metode fotokatalitik dianggap efisien dalam mengurai senyawa organik beracun melalui radikal hidroksil (OH-) sebagai oksidator kuat (Anwar & Mulyadi, 2015). Proses ini menggunakan energi cahaya, terutama sinar UV, untuk mendegradasi zat warna. Fotokatalisator diperlukan untuk meningkatkan reaksi redoks yang diinduksi oleh cahaya (Riskiani et al., 2018). Salah satu bahan fotokatalis yang sering digunakan adalah titanium dioksida (TiO2), yang memiliki aktivitas fotokatalitik tinggi (Gaya & Abdullah, 2008). Meskipun demikian, TiO2 memiliki kekurangan dalam penyerapan cahaya matahari yang rendah (Zhang et al., 2015).

Penambahan surfaktan dalam pembuatan material berpori dapat mengontrol morfologi, mencegah aglomerasi, dan mengurangi mikroporositas (Khoeini et al., 2019). Beberapa bahan surfaktan yang umum digunakan adalah gelatin dan Setiltrimetil ammonium bromida (CTAB). Gelatin, sebagai template alami, dapat menggantikan bahan template organik sintetik dan lebih ramah lingkungan (Uricanu et al., 2006).

Sebagai contoh, dalam penelitian yang dilakukan oleh Ulfa et al. (2020), mereka menghasilkan Mesoporous Carbon Microspheres (MCMs) dengan menggunakan Pluronic F127 dan gelatin sebagai template untuk menghilangkan ibuprofen. Penggunaan gelatin dalam reaksi sintesis berperan dalam membentuk struktur karbon berbentuk mikrosfer dan mengontrol diameter mikrosfer karbon. Variasi rasio berat antara Pluronic F127 dan gelatin juga mempengaruhi morfologi dan sifat struktural karbon yang dihasilkan. Ia menghasilkan karbon dengan struktur yang seragam dan luas permukaan yang tinggi, yang pada gilirannya meningkatkan kapasitas adsorpsi ibuprofen.

Dalam keseluruhan, penambahan surfaktan dan penggunaan metode fotokatalitik seperti yang dijelaskan di atas dapat menjadi solusi potensial untuk mengatasi dampak negatif dari zat warna seperti Methylene Blue dalam industri tekstil. Metode ini dapat membantu mengurangi pencemaran lingkungan dan menciptakan proses yang lebih efisien serta ramah lingkungan dalam mengatasi masalah limbah industri tekstil.

Penelitian yang dilakukan oleh Ulfa et al. (2021) bertujuan untuk melakukan green synthesis  $\alpha$ -Fe2O3 dengan memanfaatkan template Pluronic F127 dan gelatin untuk tujuan adsorpsi dan fotodegradasi ibuprofen. Kedua template ini digunakan untuk memperkuat struktur oksida besi dan mempertahankan struktur heksagonal setelah proses kalsinasi pada suhu 600°C. Adanya Pluronic F127 dan gelatin berperan dalam membentuk struktur misel yang stabil, sementara gugus fungsi OH pada kopolimer F127 dan NH pada gelatin memiliki afinitas yang kuat terhadap prekursor besi, membantu mengarahkan struktur material.

Hasilnya menunjukkan bahwa walaupun melalui proses kalsinasi pada suhu 500-600°C, residu karbon masih dapat terdeteksi dalam struktur, menandakan interaksi yang kuat antara besi dan gelatin dalam mempertahankan struktur serpihan. Namun, pada suhu kalsinasi 700°C, terjadi transformasi struktur serpihan menjadi morfologi kubik seiring dengan penghilangan pengotor karbon. Peningkatan suhu kalsinasi hingga 700°C juga menghasilkan peningkatan ukuran pori rata-rata dari 37 Å menjadi 83 Å. Peningkatan ini diatribusikan pada dekomposisi karbon dari kopolimer F127 dan gelatin yang sebelumnya menempati ruang antar partikel oksida besi. Penguraian karbon pada suhu yang lebih tinggi juga meningkatkan kemungkinan terbentuknya pori baru akibat pengurangan makromolekul karbon selama proses degradasi. Oleh karena itu, gelatin memainkan peran penting dalam meningkatkan stabilitas α-Fe2O3 dan membantu menghasilkan struktur vang seragam.

Surfaktan kationik CTAB memiliki kemampuan untuk mengurangi ukuran kristal dan meningkatkan pembentukan pori dalam material berpori (Fahyuan et al., 2013). Penelitian yang dilakukan oleh Rahmawati et al. (2006) juga menunjukkan bahwa variasi konsentrasi CTAB dapat memengaruhi luas permukaan dan distribusi pori pada material berpori. CTAB juga dapat berperan sebagai pengendali dalam sintesis nanopartikel silika, menghasilkan morfologi sferis dengan ukuran yang lebih kecil (Khoeini et al., 2019).

Dalam konteks oksida logam yang diimpregnasi ke dalam material berpori, penelitian telah membuktikan bahwa ini dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi dan luas permukaan katalis. Contohnya, penelitian mengenai pengolahan limbah Rhodamin B dengan TiO2, zeolit, dan TiO2-Zeolit menunjukkan bahwa penggunaan bahan semikonduktor seperti TiO2 dalam zeolit dapat meningkatkan efisiensi degradasi zat warna (Gustina et al., 2020). Begitu juga, pengimpregnasian TiO2 ke dalam zeolit dapat meningkatkan luas permukaan katalis, yang berkontribusi pada kemampuan katalis dalam degradasi polutan organik dalam air (Diban et al., 2021).

Penggunaan template seperti gelatin dan CTAB dalam pembuatan material berpori dapat memengaruhi morfologi, ukuran pori, dan aktivitas katalis dari material yang dihasilkan. Selain itu, oksida logam yang diimpregnasi ke dalam material berpori dapat meningkatkan aktivitas fotodegradasi dan luas permukaan katalis, yang penting dalam proses pengolahan limbah dan degradasi polutan dalam air.

Buku ini terdiri atas 11 bab yang menyajikan pembahasan mendalam mengenai berbagai topik terkait fotokatalis dan aplikasinya. Berikut adalah sistematika buku ini:

BAB I. Pendahuluan. Bab ini memperkenalkan latar belakang, tujuan, dan ruang lingkup dari penelitian serta pengembangan yang dibahas dalam buku ini.

BAB II. Titanium Dioxide. Bab ini mengupas tentang Titanium Dioxide (TiO2), termasuk sifat, karakteristik, dan aplikasinya dalam berbagai bidang.

BAB III. Silika Mesopori. Bab ini membahas tentang Silika Mesopori, struktur, sifat-sifatnya, serta berbagai teknik sintesis dan modifikasi yang digunakan.

BAB IV. Gelatin. Bab ini menjelaskan tentang Gelatin, termasuk sifat fisik dan kimia, serta penggunaannya dalam berbagai aplikasi ilmiah dan industri.

BAB V. Penjenuhan Zat dengan Metode Impregnasi. Bab ini membahas metode impregansi sebagai teknik untuk menjenuhkan zat pada material pendukung, serta aplikasinya dalam pengembangan fotokatalis.

BAB VI. Fotodegradasi Methylene Blue. Bab ini menjelaskan proses fotodegradasi Methylene Blue sebagai model reaksi untuk menguji aktivitas fotokatalis.

BAB VII. Karakterisasi Fotokatalis. Bab ini menguraikan berbagai teknik dan metode yang digunakan untuk karakterisasi fotokatalis, termasuk analisis struktural dan sifat-sifat katalitik.

BAB VIII. Pembuatan Fotokatalis Silika Mesopori. Bab ini fokus pada proses pembuatan fotokatalis berbasis Silika Mesopori, termasuk prosedur sintesis dan optimasi kondisi reaksi.

BAB IX. Potensi Karakterisasi Fotokatalis. Bab ini mengevaluasi potensi dan kinerja karakterisasi fotokatalis melalui berbagai uji coba dan analisis komprehensif.

BAB X. Aplikasi Fotokatalis Silika Mesopori, Silika Mesopori, dan TiO2. Bab ini membahas aplikasi praktis dari fotokatalis berbasis Silika Mesopori, Silika Mesopori, dan Titanium Dioxide dalam berbagai bidang, termasuk lingkungan dan industri. BAB XI. Penutup. Bab ini menyimpulkan keseluruhan pembahasan dalam buku ini, menyoroti temuan utama, serta memberikan rekomendasi untuk penelitian dan pengembangan lebih lanjut.

Dengan sistematika yang terstruktur, buku ini diharapkan dapat memberikan pemahaman yang komprehensif mengenai fotokatalis dan aplikasinya kepada pembaca. Titanium Dioksida (TiO2) adalah padatan berwarna putih dengan berat molekul 79,90 dan massa jenis 4,26 g/cm3. Zat ini tidak larut dalam HCl, HNO3, dan aqua regia, namun dapat larut dalam H2SO4 pekat, membentuk senyawa TiSO4. TiO2 tidak menyerap cahaya tampak, tetapi mampu menyerap radiasi UV yang menyebabkan terbentuknya radikal hidroksil sebagai fotokatalis (Nasution & Fitri, 2018).

TiO2 memiliki beberapa keunggulan penting. Pertama, kelimpahannya di kerak bumi mencapai 0,67%, menjadikannya bahan yang melimpah. Kedua, TiO2 adalah semikonduktor dengan stabilitas kimia dan fotoaktivitas yang tinggi, yang berfungsi sebagai pengaktivasi dan katalis. Ketiga, TiO2 tahan terhadap fotokorosi dalam kebanyakan kondisi larutan, kecuali dalam larutan yang sangat asam atau mengandung fluorid. Keempat, TiO2 bersifat amfoter, artinya dapat berperan sebagai asam atau basa tergantung pada lingkungan kimia. Kelima, bahan ini bersifat nontoksik dan redoks, serta memiliki sifat tahan lama dan ramah lingkungan (Wardhani et al., 2016).

Selain itu, TiO2 juga memenuhi persyaratan penting untuk proses water-splitting, yaitu pembentukan oksigen dan hidrogen dari air. Jenis kristal TiO2 meliputi rutil (tetragonal), anatase (tetragonal), dan brukit (ortorombik). Anatase lebih stabil pada ukuran kristal <11 nm, brukit pada 11-35 nm, dan rutil pada ukuran lebih dari 35 nm. Meskipun TiO2 memiliki tiga bentuk kristal ini, anatase lebih fotoaktif dibandingkan rutil karena memiliki energi band gap yang lebih besar, yaitu 3,2 eV (380 nm) dibandingkan dengan 3,0 eV (415 nm) pada rutil. Anatase juga lebih efektif dalam menghasilkan luas permukaan yang lebih besar, yang berdampak pada peningkatan fotoaktivitasnya (M. W. Lestari et al., 2013).

TiO2 memiliki berbagai aplikasi yang luas dalam berbagai bidang, termasuk sebagai elektroda aktif dalam sel surya tersensitisasi pewarna, pelapis anti-refleksi untuk sel surya, pigmen dalam cat dan kosmetik, fotokatalisis, elektroda dalam baterai lithium, dan banyak lagi (Padmini et al., 2021).



Gambar 2.1 Struktur Kristal TiO<sub>2</sub> (Janzeer, 2016)

TiO<sub>2</sub> rutil lebih luas penggunaannya karena memiliki indeks bias yang tinggi, warna yang lebih kuat, dan bersifat inert. TiO<sub>2</sub> anatase lebih baik apabila diaplikasikan untuk sel surya berbasis sensitizer zat warna pada lapis tipis TiO<sub>2</sub> (Mehmood et al., 2018). TiO<sub>2</sub> memiliki kemampuan untuk menyerap zat warna lebih banyak karena terdapat rongga di dalamnya dan berukuran nano sehingga disebut nanoporous. TiO<sub>2</sub> bersifat *self-cleaning* dan *self-sterillizing*. *Self-cleaning* merupakan kemampuan membersihkan sendiri yang berfungsi untuk menghilangkan bau, zat organik, dan anorganik sedangkan *self-sterillizing* merupakan kemampuan mensterilkan virus dan bakteri sehingga katalis TiO<sub>2</sub> dapat digunakan sebagai antibiotik (Haider et al., 2019).

Tabel 2.1 Penelitian Sintesis TiO<sub>2</sub>

Bahan	Hasil	Sumber
TiO <sub>2</sub>	Sintesis TiO <sub>2</sub> anatase dari dari natrium	Dewi et
Rutile	titanat dengan menggunakan prekursor	al., 2019
	TiO <sub>2</sub> rutile komersial. Pada sintesis ini	
	menggunakan penambahan surfaktan	
	CTAB (Cetyltrimethylammonium Bromide)	
	dengan perbandingan variasi mol sebagai	
	template atau agen pembentuk pori. Hasil	
	penelitian ini menunjukkan bahwa TiO <sub>2</sub>	
	anatase mesopori berhasil didapatkan	
	dengan morfologi partikelnya berbentuk	
	seperti balok, sisi tidak seragam serta	
	ukuran partikel berkisar 200-500 nm. Variasi	
	penambahan CTAB tidak memberikan	
	pengaruh yang signifikan terhadap distribusi	
	ukuran pori, volume total pori, luas	
	permukaan dan aktivitas fotokatalitik dari	
	TiO <sub>2</sub> anatase mesopori, dengan hasil	
	distribusi pori mayoritas pada 2 nm dan	
	aktivitas fotokatalitik sekitar 77%.	
TiCl₃	Partikel nano TiO <sub>2</sub> disintesis menggunakan	Listanti et
	metode sol-gel. Sintesis TiO2 ini dilakukan	al., 2018
	dengan mencampurkan TiCl <sub>3</sub> dengan air	
	dan dititrasi dengan ammonium hidroksida	
	yang dilanjutkan dengan proses kalsinasi	Ę.
	pada suhu 600°C selama 1,5 jam. Hasil	
	karakterisasi XRD menunjukkan bahwa	
	TiO <sub>2</sub> memiliki fasa anatase dan ukuran	
	kristal sebesar 9,8 nm. Hasil karakterisasi	
	FTIR menunjukkan bahwa terdapat vibrasi	
	atom Ti-O pada bilangan gelombang 633	
	dan 732 cm <sup>-1</sup> , terdapat vibrasi atom Ti-O-Ti	
	pada bilangan gelombang 1400 cm <sup>-1</sup> , dan	4. +
	terdapat absorpsi Ti-O-O pada bilangan	2
	gelombang 503 cm <sup>-1</sup> . Hasil karakterisasi	Ē
	spektrofotometer UV-Vis menunjukkan	
	bahwa TiO <sub>2</sub> memiliki nilai energi band gap	p
	sebesar 3,33 eV. Berdasarkan hasil SEM,	

Bahan	Hasil	Sumber
	terlihat adanya aglomerasi pada sampel yang menyebabkan ukuran diameter rata- rata partikel TiO <sub>2</sub> sekitar 92 nm.	
TiCl₄	Sintesis nanokatalis $TiO_2$ anatase dilakukan dengan metode sol gel. Sintesis $TiO_2$ dilakukan dengan cara mereaksikan prekursor titanium klorida ( $TiCl_4$ ) dengan ammonium hidroksida ( $NH_4OH$ ) pada suhu 70°C. Dalam upaya mempersingkat proses pembuatan nanopartikel $TiO_2$ anatase maka pada penelitian ini ditambahkan larutan elektrolit ( $NH_4$ ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> yang berguna untuk meningkatkan proses adsorpsi dan desorpsi ion pada perubahan bentuk gel ke partikel. Hasil karakterisasi menunjukkan diperolehnya $TiO_2$ kristalin dengan fasa anatase, ukuran partikel ±10 nm dan nilai energi gap 3,26 eV. Hasil uji degradasi pada <i>methylene blue</i> menunjukkan bahwa $TiO_2$ hasil sintesis hersifat fotokatalitik	Fitrah & Luthfiyah, 2018
TiPP	Sintesis nanopartikel TiO <sub>2</sub> menggunakan metode Sol-Gel dengan variasi pelarut. Hasil sintesis menunjukan bahwa sebagian besar kristal yang dihasilkan merupakan fasa anatase. Hal ini terlihat dari nilai 2θ yang diperoleh yaitu 24,45°; 47,29°; 53,18°; 61,64° untuk fasa anatase dan 54,65°; 74,16° untuk fasa rutil. Hanya saja persentase fasa anatase pada nano TiO <sub>2</sub> menggunakan pelarut metanol lebih besar jika dibandingkan dengan hasil nano TiO <sub>2</sub> dengan pelarut etanol. Berdasarkan perhitungan ukuran partikel nano TiO <sub>2</sub> menggunakan persamaan <i>Debye-Scherer</i> didapatkan ukuran nano TiO <sub>2</sub> menggunakan	Setyani & Wibowo, 2017

Bahan	Hasil	Sumber
	TiO <sub>2</sub> menggunakan etanol sebesar 34,26	
	nm.	
TiCl₄	Sintesis nanopartikel Titanium dioksida (TiO <sub>2</sub> ) menggunakan metode sonokimia dengan larutan induk TiCl <sub>4</sub> . Sintesis dilakukan dengan variasi waktu kalsinasi di dalam tanur sebanyak 1 jam, 2 jam, 3 jam, dan 6 jam. Didapatkan hasil bahwa waktu pada proses kalsinasi mempengaruhi ukuran dan morfologi partikel TiO <sub>2</sub> . Morfologi permukaan yang paling seragam terdapat pada sampel D (6 jam kalsinasi) dan kandungan anatase terbesar pada sampel B (2 jam kalsinasi). Nanopartikel TiO <sub>2</sub> hasil sintesis tersebut berpotensi untuk diaplikasikan sebagai fotokatalis pada sel surva DSSC.	Astuti & Ningsi, 2017)

Buku ini tidak diperjualbelikan.

Nanoteknologi merujuk pada penggunaan dan rekayasa material yang memiliki ukuran struktur di dalam kisaran nanometer, berada di antara ukuran atom dan material yang lebih besar. Salah satu bentuk produk dari nanoteknologi adalah material silika mesopori, seperti Mobil Composition of Matter No. 41 (MCM-41), Mobil Composition of Matter No. 48 (MCM-48), dan Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15). MCM-41 memiliki pori-pori berbentuk batang yang teratur membentuk struktur heksagonal satu dimensi, dengan struktur pori yang homogen dan luas permukaan spesifik yang tinggi. Karakteristik ini memungkinkan MCM-41 memiliki volume pori yang besar (2-50 nm) dan stabilitas termal yang tinggi, serta memfasilitasi akses molekul yang relatif besar dan difusi yang efektif, perbedaan dari bahan mikropori seperti zeolit (Darmansyah et al., 2016).

MCM-41 memiliki luas permukaan sekitar 1000 m2/g dan volume pori sekitar 1 cm3/g, dengan distribusi ukuran pori yang sempit dan homogen. Namun, MCM-41 dapat berubah menjadi gel dalam suasana asam atau basa (Syamsuri et al., 2017). Template vang digunakan untuk pembuatan MCM-41 adalah CTAB. Material ini dapat berperan sebagai katalis atau penyangga katalis, dalam proses pemisahan dan adsorpsi, serta sebagai molecular host. Penggunaan MCM-41 dalam mengadsorpsi pewarna dasar dari air limbah telah menunjukkan efektivitasnya sebagai adsorben untuk menghilangkan polutan organik. Namun, kesatuan kerangka silika MCM-41 memiliki keterbatasan dalam aplikasinya, terutama sebagat adsorben karena kurangnya sisi aktif. Salah satu pendekatan adalah dengan memperkenalkan heteroatom, yang dapat meningkatkan stabilitas termal dan hidrotermal MCM-41 yang telah dimodifikasi serta meningkatkan jumlah situs aktif pada permukaannya. Pendekatan ini telah terbukti menjadi salah satu cara yang paling efektif dalam memperbaiki sifat dan kineria MCM-41 untuk berbagai aplikasi (Syamsuri et al., 2017).



Gambar 3.1 Morfologi MCM-41 menggunakan TEM (Ibrahim et al., 2021)

MCM-41 merupakan material yang terdiri dari silika murni, namun memiliki sisi asam Lewis yang lemah dan tidak memiliki sisi asam Bronsted. Karena itu, pemanfaatan MCM-41 sebagai adsorben atau katalis menjadi sulit. Untuk mengatasi ini, perlu dilakukan penambahan logam atau nonlogam ke dalam struktur MCM-41 untuk menciptakan sisi asam yang diinginkan (Sandi et al., 2010). Meskipun demikian, MCM-41 memiliki beberapa kelebihan, seperti struktur pori heksagonal yang menyerupai sarang lebah, volume pori yang besar, ukuran pori yang dapat diatur, dan stabilitas yang relatif baik terhadap suhu, bahan kimia, dan tekanan mekanis (Tengker & Kumajas, 2019).

MCM-48, di sisi lain, telah banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti adsorpsi, katalisis heterogen, dan pemisahan gas karena memiliki struktur kubik tiga dimensi yang unik (Elías et al., 2010). Struktur pori tiga dimensi ini memiliki keunggulan, seperti kemungkinan terhindar dari pemblokiran pori oleh adsorbat yang relatif kecil dan proses difusi yang lebih cepat (Dan et al., 2015). Oleh karena itu, MCM-48 memiliki kapasitas adsorpsi yang diperkirakan lebih besar daripada MCM-41 atau MCM-50.

Template yang digunakan dalam pembuatan MCM-48 adalah CTAB. MCM-48 memiliki gugus silanol bebas (-Si-OH) dan gugus siloksan (-Si-O-Si-) yang memiliki kemampuan untuk mengadsorpsi ion logam berat. Namun, kemampuan ini terbatas pada ion logam yang relatif kecil, karena rendahnya kemampuan oksigen pada gugus silanol dan siloksan sebagai donor pasangan elektron, dikarenakan keterikatan langsung pada atom Si dalam struktur silika. Oleh karena itu, ikatan ion logam pada permukaan silika cenderung lemah. Untuk mengatasi keterbatasan ini, beberapa penelitian telah melakukan modifikasi pada struktur silika untuk meningkatkan efektivitasnya dalam mengadsorpsi ion logam berat (Gau et al., 2015).



Gambar 3.2 Morfologi MCM-48 menggunakan TEM (Taheri et al., 2017)

SBA-15 merupakan jenis silika mesopori yang memiliki berbagai keunggulan, termasuk luas permukaan yang besar, biokompatibilitas yang tinggi, serta stabilitas termal dan hidrotermal yang tinggi, sehingga cocok untuk digunakan dalam proses katalisis dan adsorpsi (Nasri et al., 2017). Biasanya, sintesis SBA-15 melibatkan penggunaan tetraetilortosilicat (TEOS) sebagai sumber silika. SBA-15 memiliki struktur pori heksagonal seragam dengan distribusi ukuran pori yang sempit, dan diameter pori dapat diatur antara 5 hingga 15 nm. Luas permukaan SBA-15 biasanya mencapai 400-900 m2/g, dan material ini memiliki stabilitas termal dan mekanik yang tinggi. SBA-15 bersifat inert dan aman bagi lingkungan. Template yang digunakan dalam sintesis SBA-15 adalah P123, dipilih karena kapasitas delokalisasi bentuk dan kerangkanya serta kemampuannya dalam menarik elektron yang lebih baik dibandingkan bahan lainnya (S. Zhao et al., 2011).

SBA-15 memiliki berbagai aplikasi di bidang pengolahan lingkungan, termasuk dalam proses adsorpsi dan pemisahan, sebagai bahan pendukung untuk katalis, dan sebagai cetakan untuk produksi karbon mesopori (Nguyen et al., 2020). Penggunaan SBA-15 sebagai bahan pendukung katalis didasarkan pada sifat permukaannya, seperti luas permukaan pori, diameter pori, dan volume permukaan pori. Namun, karakteristik pori dan stabilitas kimia serta termal yang tinggi menjadi faktor penting untuk memastikan SBA-15 dapat berfungsi efektif sebagai bahan pendukung. Tingkat kristalinitas juga memengaruhi sifat karakteristik SBA-15, dan berbagai metode serta modifikasi variabel proses telah dilakukan untuk mengatur struktur material silika mesopori SBA-15 (Ridhawati et al., 2018).



Gambar 3.3 Morfologi SBA-15 menggunakan TEM (Nguyen et al., 2020)

Gelatin merupakan senyawa yang dihasilkan dari hidrolisis asam atau basa pada serabut kolagen yang terdapat dalam jaringan penghubung, kulit, tulang, dan tulang rawan. Komposisi asam aminonya mirip dengan kolagen, dengan glisin menjadi asam amino utama yang menyusun sekitar 2/3 dari total asam amino, sementara prolin dan hidroksiprolin mengisi 1/3 sisanya (Minah et al., 2016). Secara fisika dan kimia, gelatin memiliki ciri-ciri seperti warna kuning cerah atau transparan, bentuk serpihan atau tepung, aroma, dan rasa tertentu. Gelatin larut dalam air panas, gliserol, dan asam asetat, tetapi tidak larut dalam pelarut organik (Silaen & Ginting, 2021).

Gelatin memiliki elastisitas yang cukup baik, biokompatibilitas yang tinggi, dan dapat dibentuk menjadi film atau pelapis dengan sifat mekanik yang layak. Gelatin juga memiliki kemampuan untuk berubah dari bentuk sol menjadi gel secara reversibel, dapat membentuk mengembang dalam air dingin, dapat film. memengaruhi viskositas bahan, dan dapat melindungi sistem koloid (Wahyudi et al., 2018). Massa jenis gelatin sekitar 1,35 g/cm3. Gelatin dapat larut dalam air pada suhu 71°C dan membentuk gel pada suhu 49°C. Namun, gelatin mengalami denaturasi pada suhu di atas 80°C. Umumnya, berat molekul gelatin berkisar antara 80.000 g/mol (Cahyono et al., 2018).

Proses pembuatan gelatin melibatkan ekstraksi dan hidrolisis kolagen yang semula tidak larut dalam air. Proses perubahan kolagen menjadi gelatin melibatkan perlakuan awal dengan ekstraksi menggunakan asam atau basa. Ekstraksi menggunakan asam menghasilkan gelatin tipe A dengan titik isoelektrik antara pH 7-9, sedangkan ekstraksi menggunakan basa menghasilkan gelatin tipe B dengan titik isoelektrik antara pH 4,7-5,2 (Panjaitan, 2016). Berat molekul gelatin bervariasi, dengan rata-rata bobot molekul antara 50.000-200.000 Da atau lebih (Pertiwi et al., 2018).

Buku ini tidak diperjualbelikan.

## BAB V PENJENUHAN ZAT DENGAN METODE IMPREGNASI

Metode preparasi katalis dapat mempengaruhi karakteristik dan performa katalis yang dihasilkan. Dalam konteks ini, terdapat beberapa metode yang umum digunakan, seperti metode impregnasi, pertukaran ion, kopresipitasi, dan deposisi. Dari semua metode tersebut, impregnasi dan pertukaran ion adalah yang paling umum digunakan dalam sintesis katalis bimetal (Permana et al., 2020).

Metode impregnasi merupakan proses penjenuhan suatu zat tertentu secara total pada support katalis. Prinsip dasar impregnasi adalah memasukkan prekursor logam aktif ke dalam pori-pori kemudian support. vang diaduk dan dipanaskan untuk mempengaruhi karakteristik katalis, seperti luas permukaan, komposisi, dan keasaman (Oko & Feri, 2019). Tujuan utama dari metode ini adalah mengisi pori-pori support dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi, dengan merendam support dalam larutan yang mengandung logam aktif. Support berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang besar, memfasilitasi dispersi situs aktif, dan meningkatkan efisiensi kontak antara katalis dan reaktan. Material vang umum digunakan sebagai support adalah alumina, silika-5 alumina, silika, zeolit, magnesia, dan Hidroksiapatit (HAp) (Yelmida et al., 2017). Mekanisme impregnasi melibatkan kontak antara support dengan prekursor fase aktif selama periode tertentu, pengeringan support, dan aktivasi katalis melalui kalsinasi, reduksi, atau perlakuan lain yang sesuai (Hudaya & Wiratma, 2015).

Dalam metode impregnasi, terdapat dua pendekatan yaitu impregnasi langsung (co-impregnation) dan impregnasi bertahap (sequential). Impregnasi langsung melibatkan pemberian larutan garam logam komponen aktif dan promotor bersamaan ke dalam pori support. Sementara itu, impregnasi bertahap melibatkan pemberian larutan garam logam komponen aktif dan promotor secara terpisah. Pendekatan impregnasi bertahap umumnya menghasilkan katalis dengan aktivitas lebih tinggi karena tidak dibatasi oleh konsentrasi (Kim et al., 2018).

Dalam metode impregnasi, terdapat dua variasi, vaitu impregnasi kering (dry impregnation) dan impregnasi basah (wet impregnation). Pada impregnasi basah, jumlah larutan prekursor fase aktif yang ditambahkan lebih besar dari 1,5 kali volume pori support. Metode ini digunakan ketika larutan logam yang digunakan memiliki volume vang melebihi volume pori support. Impregnasi basah menghasilkan deposisi prekursor fase aktif yang melimpah di luar support setelah proses pengeringan, dan ini dapat membantu mengurangi penetrasi reaktan ke dalam katalis, meningkatkan aktivitas katalis. Pada impregnasi kering, jumlah larutan prekursor fase aktif yang ditambahkan kurang dari 1,2 kali volume pori support. Metode ini digunakan ketika volume larutan logam tidak melebihi volume pori support. Pada metode impregnasi kering, larutan logam disemprotkan ke support sambil diaduk terusmenerus. Metode ini memungkinkan penetrasi larutan logam lebih dalam ke dalam pori, yang dapat dicapai dengan mengeluarkan air yang terperangkap di dalam pori support. Ini menghasilkan distribusi prekursor logam yang lebih merata dan seragam. Umumnya, metode impregnasi basah lebih sering digunakan dalam pembuatan katalis karena lebih mudah dilakukan (Homoro et al., 2020).

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi proses pembuatan katalis dengan metode impregnasi seperti suhu dan konsentrasi prekursor. Suhu akan mempengaruhi kelarutan prekursor dan viskositas larutan yang konsekuensinya adalah waktu pembasahan. Namun, pembebanan maksimum dibatasi oleh kelarutan prekursor dalam larutan. Selain itu, profil konsentrasi senyawa yang diimpregnasi bergantung pada kondisi perpindahan massa di dalam pori-pori selama impregnasi dan pengeringan.

Keuntungan dari metode impregnasi yaitu peralatan yang digunakan relatif sedikit karena tidak ada langkah pencucian dan penyaringan,murah, cepat dan memungkinkan properti akhir dan konfigurasi dapat dikontrol sebelumnya. Selain itu, metode impregnasi juga sangat cocok untuk katalis dengan persen berat komponen aktif katalis yang kecil, yaitu komponen aktif yang termasuk ion mulia semacam platina namun diinginkan terdistribusi sempurna sehingga diperoleh luas permukaan komponen aktif yang besar. Akan tetapi, metode ini jauh lebih sulit untuk membuat katalis dengan konsentrasi tinggi dan untuk memperoleh dispersi yang merata dari komponen katalis di permukaan. Metode impregnasi basah memiliki keuntungan yang lebih besar jika dibandingkan dengan metode lain yang digunakan dalam pembuatan katalis, yaitu lebih mudah dalam pembuatan lapisan bahan aktif pada permukaan katalis (Deraz, 2018).

Buku ini tidak diperjualbelikan.

# BAB VI Fotodegradasi methylene blue

Limbah cair dari industri tekstil, terutama yang mengandung zat warna, merupakan salah satu permasalahan lingkungan yang penting karena dapat menyebabkan pencemaran air dan dampak negatif terhadap ekosistem perairan.

Methylene Blue adalah salah satu pewarna yang sering digunakan dalam industri tekstil untuk memberikan warna pada berbagai jenis bahan seperti kain, sutra, dan kertas. Namun, pewarna ini memiliki sifat yang sulit didegradasi secara biologis, sehingga dapat menyebabkan akumulasi zat berbahaya dalam lingkungan air. Hal ini dapat mengganggu kehidupan akuatik, mengurangi kualitas air, dan berpotensi merugikan manusia yang menggunakan air tersebut.

Sifat-sifat kimia Methylene Blue, seperti berat molekul, daya larut, dan stabilitas, memengaruhi cara pewarna ini berinteraksi dengan lingkungan dan sistem biologis. Keberadaannya dalam air limbah dapat mengganggu rantai makanan akuatik dan mengurangi produktivitas ekosistem air. Oleh karena itu, penting untuk mencari solusi dalam mengatasi dampak limbah cair dari industri tekstil, terutama berkaitan dengan zat warna seperti Methylene Blue.

Salah satu solusi yang dapat diambil adalah pengembangan teknologi atau metode pengolahan limbah yang efektif, seperti penggunaan teknologi fotokatalisis atau metode lainnya yang dapat menguraikan senyawa pewarna menjadi bentuk yang lebih aman dan mudah terdegradasi. Selain itu, pengurangan penggunaan zat warna berbahaya dan penggantian dengan pewarna yang lebih ramah lingkungan juga merupakan langkah penting dalam mengurangi dampak limbah cair dari industri tekstil.

Dengan upaya-upaya ini, diharapkan industri tekstil dapat mengurangi dampak negatif terhadap lingkungan dan berkontribusi pada keberlanjutan lingkungan hidup.


Gambar 6.1 Struktur dari *Methylene Blue* (Ghosh et al., 2019)

Proses AOP, khususnya fotodegradasi, mengandalkan reaksi kimia yang diinisiasi oleh energi foton. Dalam konteks fotodegradasi Methylene Blue menggunakan TiO2 sebagai katalis semikonduktor, energi foton menyebabkan eksitasi elektron dalam senyawa sensitif (sensitizer), dan ini menghasilkan lubang (hole) dan elektron tereksitasi. Lubang ini berinteraksi dengan pelarut (air) dan membentuk radikal hidroksil (OH•), yang merupakan spesies reaktif dan kuat yang dapat mengoksidasi senyawa organik seperti Methylene Blue. Proses ini berfungsi untuk menguraikan senyawa yang sulit terurai menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan.

Pada gambaran proses reaksi fotokatalisis yang dijelaskan dalam diagram, terdapat tahap-tahap reaksi yang melibatkan sensitizer, pita valensi, pita konduksi, dan transfer elektron. Proses ini merangsang pembentukan radikal OH• yang kemudian dapat berinteraksi dengan senyawa organik target.

Teknologi fotodegradasi dengan menggunakan katalis semikonduktor seperti TiO2 memiliki potensi yang besar dalam mengatasi limbah cair yang mengandung senyawa pewarna seperti Methylene Blue. Metode ini dapat membantu menguraikan senyawa-senyawa sulit terurai menjadi bentuk yang lebih aman dan lebih mudah terdegradasi secara alamiah, sehingga mengurangi dampak negatif terhadap lingkungan.



(Ding et al., 2005)

Proses fotodegradasi akan diawali dengan oksidasi ion OHdari  $H_2O$  membentuk radikal, setelah suatu semikonduktor (sebagai contoh adalah TiO<sub>2</sub>) menyerap cahaya membentuk hole. Mekanisme reaksi yang diusulkan adalah sebagai berikut:

 $TiO_2 + hv \rightarrow TiO_2 + h^+_{vb} + e_{eb}$ 

Ketika  $TiO_2$  dikenai cahaya UV dengan energi hu mengakibatkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang pada pita valensi (hub<sup>+</sup>).

 $ecb^- \rightarrow etr^- dan h \upsilon b^+ \rightarrow h tr^+$ 

Sebagian elektron pada pita konduksi (ecb<sup>-</sup>) dan lubang pada pita valensi terjebak pada permukaan semikonduktor.

 $H_2O \rightarrow OH^- + H^+$  $htr^+ + OH^- \rightarrow OH$ 

Lubang pada permukaan semikonduktor (htr<sup>+</sup>) mengoksidasi air atau ion OH membentuk radikal hidroksil yang berperan sebagai agen detoksifikasi..

$$etr^{-} + O_2 \rightarrow O^2$$

Elektron pada permukaan semikonduktor (etr<sup>-</sup>) menangkap oksigen membentuk ion superperoksida (O<sup>2-</sup>) yang dapat menguraikan senyawa polutan. Reaksi fotodegradasi metilen biru dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\begin{array}{l} O_2^{-\cdot} + H^+ \to HO_2^{\cdot} \\ H_2O_2 \to 2^{\cdot}OH \end{array}$$

$$. OH + Methylene \ blue \ \to Methylene \ blue_{ox} \ (k \\ = 10^9 - 10^{10} M^{-1} s^{-1}) \\ Methylene \ blue + e_{cb}^- \to reduction \ products \end{array}$$

Metode ini sangat efisien karena memanfaatkan sinar matahari yang keberadaannya melimpah. Hasil akhirnya adalah air dan gas yang tidak berbahaya, sehingga tidak akan menimbulkan masalah baru. Penggunaannya telah diteliti untuk menghilangkan senyawasenyawa yang sangat beracun, baik di dalam air baku maupun limbah.

Efektivitas fotodegradasi *Methylene Blue* dengan bahan fotokatalis dan sinar UV dapat ditentukan dengan perhitungan persentase dari proses degradasi (%D), yang dapat dihitung dengan persamaan di bawah ini (Widihati et al., 2011):

Persentase degradasi (%D) = 
$$\frac{C_o - C_t}{C_o} \times 100\%$$

Keterangan:

 $C_o =$  konsentrasi awal *Methylene blue* (sebelum radiasi)

 $C_t =$  konsentrasi *Methylene Blue* pada t menit

Metode fotokatalis untuk mendegradasi atau fotodegradasi merupakan metode yang relatif murah dan mudah diterapkan. Metode fotodegradasi ini dapat menguraikan zat warna menjadi komponen-komponen lebih sederhana yang lebih aman bagi lingkungan (Widihati et al., 2011). Berikut ini merupakan penelitian mengenai fotodegradasi *Methylene Blue* yang dipaparkan dalam Tabel 6.1.

Tabel 6.1 Fotodegradasi Methylene Blue

Zeolit/WO <sub>3</sub> Modifikasi zeolit alam dengan bahan Chandra	
semikonduktor WO $_3$ yang digunakan et al.,	
sebagai katalis untuk reaksi 2019	
fotokatalisis zat warna metilen biru	
telah dilakukan. Tahapan penelitian	
meliputi preparasi zeolit, aktivasi	
zeolit dengan HCl, modifikasi zeolit	
dengan WO3 menggunakan metode	
impregnasi dan uji fotokatalisis	
menggunakan variasi berat katalis	
Zeolit/WO <sub>3</sub> . Zeolit/WO <sub>3</sub>	
dikarakterisasi dengan menggunakan	
XRD. Pola difraksi XRD menunjukkan	
bahwa pada sudut $2\theta = 26,84^{\circ}$ dan	
28,17° merupakan puncak dari WO <sub>3</sub> .	
Diperoleh persen degradasi metilen	
biru dengan konsentrasi 100 ppm,	
berat katalis 0,35 gram dan waktu	
kontak 75 menit adalah sebesar	
99,66%.	
TiO <sub>2</sub> /SBA- Pengukuran persentase degradasi Wei et al.,	
<b>15</b> menggunakan spektrofotometer UV- 2018	
Vis pada $\lambda$ 665 nm. Hasilnya, aktivitas	
fotokatalitik nanokomposit TiO <sub>2</sub> /	204
SBA-15 meningkat hingga 85%	
persen dalam penyisihan Methylene	
Blue seiring dengan peningkatan	12
kandungan $11O_2$ dalam waktu 150	4
menit, kemudian setelah itu menurun.	
Nanokomposit $T_1O_2/SBA-15$ (2-TS,	1
3-15 dan 4-15) menunjukkan	-
IOTOdegradasi yang lebih baik untuk	+
Methylene Blue albanaingkan SBA-15	
saja uali 4-11 $O_2(11O_2$ saja lalipa SDA-	-
10). Ulluk SDA-10 Uali Salliper 1-15 dengen kendungen TiO, songet	21
rendah konsentrasi <i>Methylene Rhue</i>	-

Katalis	Hasil Degradasi	Sumber	
	hampir tidak berubah setelah 1 jam,		
	menunjukkan kesetimbangan		
	adsorpsi Methylene Blue. Sedangkan		
	untuk 4-TiO <sub>2</sub> (TiO <sub>2</sub> saja tanpa SBA-15)		
	didapatkan sekitar 73% Methylene		
	Blue yang berhasil didegradasi.		
TiO <sub>2</sub> /Zeolit	Telah dilakukan penelitian tentang	Brawijaya,	
	pengaruh konsentrasi dan pH metilen	2014	
	biru menggunakan fotokatalis TiO <sub>2</sub> /		
	Zeolit dari zeolit alam daerah Turen		
	kabupaten Malang. Kajian yang		
	dilakukan meliputi preparasi zeolit		
	dan sintesis fotokatalis TiO <sub>2</sub> /zeolit,		
	serta aplikasinya terhadap		
	fotodegradasi metilen biru dengan		
	berbagai konsentrasi, pH dan waktu		
	kontak. Konsentrasi metilen biru		
	yang digunakan 10, 20, 30, 40 dan 50		
	mg/L. pH yang digunakan yaitu 3, 5,		
	7, 9 dan 11. Pengukuran persentase		
	degradasi metilen biru diukur		
	menggunakan instrumen spektronik		
	20. Hasil penelitian menunjukkan		
	bahwa pada pH basa fotokatalis		
	TiO <sub>2</sub> /zeolite mempunyai aktivitas		car
	yang tinggi. Pada penelitian ini hasil		
	maksimum ditunjukkan pada pH 11.		lbe
	Data variasi konsentrasi		ua
	menunjukkan bahwa semakin tinggi		eri
	konsentrasi metilen biru yang		-ip
	digunakan kemampuan degradasi		- 0 - M
	semakin menurun. Pada penelitian ini		dal
	penurunan konsentrasi metilen biru		ĊĪ.
	optimum ditunjukkan pada		ini
	konsentrasi 10 mg/L. Data waktu		E
	kontak menunjukkan bahwa semakin		uk
	lama waktu kontak semakin banyak		Ω

Katalis	Hasil Degradasi	Sumber
	zat warna metilen biru yang	
	terdegradasi. Pada penelitian ini	
	waktu kontak optimum dicapai pada	
	50 menit. Semakin tinggi pH yang	
	digunakan semakin meningkatkan	
	aktivitas fotokatalis TiO <sub>2</sub> /zeolit, dan	
	didapatkan hasil optimum pada pH	
	11. Semakin lama penyinaran hingga	
	50 menit, didapatkan % degradasi	
	metilen biru tertinggi sebesar 75,93%.	
ZnO/Zeolit	Penelitian degradasi zat warna	Wahyu &
	metilen biru menggunakan fotokatalis	Dini, 2014
	ZnO/zeolit dibawah sinar UV telah	
	dilakukan. Penelitian ini	
	menggunakan variasi konsentrasi	
	metilen biru sebanyak 10, 20, 30, 40	
	dan 50 mg/L, variasi pH yaitu 3, 5, 7,	
	9 dan 11 dengan waktu kontak yaitu	
	10, 20, 30, 40, dan 50 menit. Tujuan	
	variasi konsentrasi yaitu untuk	
	mengetahui kemampuan degradasi	
	dan tujuan variasi pH yaitu untuk	
	mengetahui aktivitas fotokatalis.	
	Persentase degradasi metilen biru	
	diukur menggunakan instrumen	
	spektronik 20. Hasil penelitian	-
	menunjukkan bahwa penurunan	-
	konsentrasi optimum metilen biru	-
	adalah 20 mg/L dengan pH optimum	•
	pada pH 9 dan waktu kontak	•
	optimum pada 50 menit. Variasi	-
	konsentrasi menunjukkan bahwa	-
	semakin besar konsentrasi metilen	•
	biru yang digunakan maka	•
	kemampuan degradasi metilen biru	•
	semakin menurun. Sedangkan pada	-
	pH basa, kemampuan aktivitas	F

Katalis	Hasil Degradasi	Sumber
	fotokatalis semakin meningkat. Pada waktu kontak optimum menunjukkan metilen biru yang terdegradasi semakin banyak.	
TiO₂- N∕zeolite	Proses fotokatalitik dilakukan melalui fotodegradasi 25 mL <i>methylene blue</i> 20 mg/L dengan 50 mg fotokatalis dan disinari selama 50 menit. Variasi lama penyinaran dilakukan selama 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 90 dan 120 menit. Konsentrasi <i>methylene blue</i> sebelum dan setelah penyinaran diukur menggunakan spektrofotometer UV- Vis pada $\lambda$ 664 nm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penyinaran sinar matahari memberikan hasil degradasi paling baik dibandingkan sinar UV, lama penyinaran optimum sinar matahari adalah 50 menit dengan degradasi sebesar 96,81% serta efektivitas penggunaan kembali ( <i>reuse</i> ) TiO <sub>2</sub> -N/zeolit hingga pemakaian keempat memberikan hasil degradasi diatas 50%.	Lestari et al., 2015

### A. X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) ialah perangkat yang dimanfaatkan untuk mengungkap ciri-ciri suatu bahan yang mencakup tingkat kristalinitas, struktur, fasa, kelainan kristal, regangan, dimensi ratarata butiran, dan orientasi kristal yang lebih condong (tekstur) (Falsafi et al., 2020). Dalam contoh di bawah ini, ditampilkan hasil karakterisasi material MCM-41 dengan pemanfaatan XRD yang dijalankan oleh Hasanah, dan rekan-rekannya (2018)..



Gambar 7.1 Pola Difraksi MCM-41: (a) Sebelum Kalsinasi dan (b) Setelah Kalsinasi

Sintesis MCM-41 dalam buku ini memanfaatkan metode sonokimia, yakni gabungan antara sol-gel dan sonikasi yang menggantikan tahap penuaan material pada suhu ruangan. Material MCM-41 setelah mengalami kalsinasi menunjukkan intensitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan MCM-41 sebelum proses kalsinasi. Selain itu, MCM-41 yang telah mengalami kalsinasi memiliki nilai

sudut 20 yang lebih besar daripada MCM-41 sebelum kalsinasi, menunjukkan bahwa parameter kisi memiliki nilai yang lebih kecil. Keberhasilan dalam proses sintesis MCM-41 dikonfirmasi dengan membandingkan data JCPDF, dimana MCM-41 hasil sintesis dalam buku ini menunjukkan puncak dan jarak antar bidang yang hampir identik dengan data JCPDF No. 49-1712. Hal ini membuktikan keberhasilan sintesis MCM-41. Peningkatan intensitas puncak pada MCM-41 setelah kalsinasi ini disebabkan oleh hilangnya surfaktan CTAB, yang mengakibatkan material menjadi lebih kristalin dengan tata letak kristal yang lebih teratur. Selain itu, hilangnya surfaktan CTAB juga menyebabkan MCM-41 memiliki ukuran sel unit yang lebih kecil. Pola difraksi pada gambar 7.1 (b) menunjukkan tiga puncak utama pada sudut  $2\theta = 2,35^{\circ}$ ;  $2\theta = 4,19^{\circ}$ ; dan  $2\theta = 4,80^{\circ}$ yang masing-masing mewakili difraksi dari bidang kristal [100], [110], dan [200]. Ini menandakan bahwa MCM-41 hasil sintesis memiliki struktur pori yang teratur dengan adanya tiga puncak utama (Hasanah et al., 2018).

Selanjutnya, dalam penelitian lainnya, karakterisasi material TiO2 juga dilakukan dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) oleh Listanti dan rekannya (2018). Pola difraksi sinar-X dari TiO2 hasil sintesis dengan metode sol-gel dikarakterisasi dalam rentang sudut 20°-70° menggunakan sinar-X dengan panjang gelombang Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54$  Å). Dengan memadukan data dengan ICSD no. 9852, ditemukan posisi sudut 20 pada nilai 25,2; 38,1; 47,1; 54,8; dan 62,8. Semua puncak pada pola difraksi sampel TiO2 mengindikasikan bahwa sampel memiliki fasa anatas dengan konstanta kisi a = b = 3,789 Å dan c = 9,458 Å. Hasil analisis menunjukkan bahwa ukuran partikel kristal memiliki dimensi sekitar 9,8 nm (Listanti et al., 2018).



Gambar 7.2 Hasil Karakterisasi XRD TiO2 Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel

#### B. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah instrumen yang menggunakan bantuan berkas elektron terfokus untuk mendapatkan hasil karakterisasi dari suatu material. SEM menghasilkan gambar tiga dimensi yang beresolusi tinggi yang berisi informasi mengenai morfologis, topografi, dan komposisi dari suatu material dengan menampilkan gambar permukaan secara rinci (Inkson, 2016). Di bawah ini merupakan salah satu contoh hasil karakterisasi material MCM-41 menggunakan SEM yang dilakukan oleh Yang, dkk (2014).



Gambar 7.3 Morfologi MCM-41 Tanpa Surfaktan

Grafik SEM dari sampel MCM-41 tanpa surfaktan ditampilkan dalam gambar 7.3. Dari visualisasi tersebut, terlihat bahwa partikel dengan agregat senyawa kristal dalam Gambar (a) memiliki morfologi berbentuk bola yang seragam, dengan ukuran rata-rata sekitar 1-2  $\mu$ m. Gambar (b) memperlihatkan bahwa partikel-partikel ini terbentuk melalui agregasi butir-butir yang halus dan homogen, dengan ukuran sekitar 200 nm (Yang et al., 2014).

Selanjutnya, berikut merupakan salah satu contoh hasil karakterisasi material TiO2 menggunakan teknik SEM yang dilakukan oleh Astuti dan timnya (2017).

Buku ini tidak diperjualbelikan.



Gambar 7.4 Foto SEM dari sampel TiO2 dengan perlakuan variasi waktu kalsinasi: (a) 1 jam, (b) 2 jam, (c) 3 jam, dan (d) 6 jam

Hasil analisis SEM mengungkapkan bahwa partikel TiO2 yang terbentuk memiliki morfologi yang hampir serupa, yakni berbentuk bulat (spherical). Pada Gambar 7.4, dapat dilihat bahwa bentuk partikel relatif seragam. Dari empat sampel yang diuji, terutama pada sampel keempat (d) dengan waktu kalsinasi selama 6 jam, terlihat bahwa partikel TiO2 memiliki ukuran yang lebih kecil jika dibandingkan dengan tiga sampel lainnya (a, b, c). Fenomena ini muncul karena lama waktu kalsinasi menghasilkan pembentukan pori atau ruang di antara partikel-partikel, sehingga aglomerasi partikel terpisah menjadi partikel yang lebih kecil.

Pada gambar (a), distribusi diameter partikel berkisar antara (41-140) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 41 nm. Distribusi ukuran partikel pada gambar (b) berkisar antara (37-110) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 37 nm. Gambar (c) menunjukkan distribusi ukuran diameter partikel yang berkisar antara (25-65) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 26 nm. Sementara itu, ukuran partikel pada gambar (d) berkisar antara (13-60) nm dan didominasi oleh nanopartikel dengan ukuran 15 nm (Astuti & Ningsi, 2017).

#### C. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

*Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)* merupakan perangkat yang digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel padat, cair, dan gas (Dutta, 2017). Di bawah ini terdapat contoh hasil karakterisasi material MCM-41 dengan menggunakan FTIR, yang dilakukan oleh Tengker dan Falah (2017).

Data spektrum inframerah yang ditampilkan dalam Gambar 7.5 menunjukkan bahwa MCM-41 mengalami serapan yang mengungkapkan karakteristik metilena (-CH2). Serapan ini muncul pada daerah bilangan gelombang 2924,09 cm-1 dan juga pada daerah bilangan gelombang 2854,65 cm-1. Jenis vibrasi yang masing-masing terkait adalah vibrasi ulur asimetris dan vibrasi ulur simetris untuk ikatan C–H. Serapan dari ikatan C–H yang dikenali sebagai ikatan metilena (-CH2) pada spektrum inframerah Gambar 7.5 diduga berasal dari surfaktan CTAB. Surfaktan ini memiliki komponen utama dalam bentuk rantai karbon panjang, dengan kelimpahan ikatan -CH2, khususnya C16 yang memiliki ikatan -CH2 yang signifikan. Pendukungnya adalah munculnya serapan pada daerah bilangan gelombang 1481,33 cm-1, yang mengindikasikan vibrasi tekuk asimetris dari ikatan C-H pada ikatan metilena (-CH2).



Gambar 7.5 Spektra FTIR dari MCM-41

Spektrum inframerah pada Gambar 7.5 juga memberikan informasi mengenai karakteristik ikatan dalam material mesopori MCM-41, terutama ikatan T–O di mana T dapat berupa Si atau Al. Ikatan T–O dalam polimer tersebut memberikan serapan khas pada daerah inframerah tengah, yakni pada rentang 1250-300 cm-1. Pada posisi bilangan gelombang 1064,71 cm-1, terlihat vibrasi ulur asimetris dari ikatan T-O-T (T=Si/Al). Pada bilangan gelombang 964,41 cm-1, terjadi serapan vibrasi ulur simetris untuk ikatan T-O-R, dengan T sebagai Si dan R sebagai Al atau H. Vibrasi T-O dalam struktur tetrahedral TO4 dikenal sebagai vibrasi internal, sementara vibrasi antar ikatan T-O pada struktur tetrahedral disebut sebagai vibrasi eksternal. Serapan inframerah pada bilangan gelombang 794,67 cm-1 mencerminkan vibrasi ulur asimetris untuk ikatan T-O tetrahedral eksternal, sedangkan pada bilangan gelombang 455.20 cm-1 mengindikasikan vibrasi tekuk simetris untuk ikatan T-O tetrahedral internal dalam material hasil sintesis.

Selain itu, karakteristik vibrasi molekul untuk ikatan –OH juga terdeteksi dalam spektrum inframerah material hasil sintesis. Pada daerah bilangan gelombang 1635,64 cm-1, terjadi serapan vibrasi ikatan –OH yang kemungkinan berasal dari ikatan Si-OH dalam material hasil sintesis. Indikasi ini diperkuat oleh adanya serapan vibrasi ikatan –OH pada bilangan gelombang 3448,72 cm-1, yang diasosiasikan dengan molekul air (Tengker & Falah, 2017).

Selanjutnya, berikut merupakan contoh hasil karakterisasi material TiO2 menggunakan FTIR yang dilakukan oleh Listanti dan rekannya (2018).



Gambar 7.6 Hasil Karakterisasi FTIR TiO<sub>2</sub> Menggunakan Metode Sol-Gel

Karakterisasi FTIR dilakukan dengan menggunakan spektroskopi inframerah pada rentang nilai angka gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Hasil karakterisasi FTIR TiO<sub>2</sub> pada gambar 7.3 menunjukkan bahwa terdapat vibrasi atom Ti-O pada bilangan gelombang 633 cm<sup>-1</sup> dan 732 cm<sup>-1</sup>, pada bilangan gelombang 1400 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi atom Ti-O-Ti, dan terdapat absorpsi Ti-O-O pada bilangan gelombang 503 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 1047 cm<sup>-1</sup> terdapat regangan O-C-O. Vibrasi O-H terdapat pada bilangan gelombang 1632 cm<sup>-1</sup> dan 3368 cm<sup>-1</sup>. Sementara adsorpsi H<sub>2</sub>O terdapat pada bilangan gelombang 2377 cm<sup>-1</sup> (Listanti et al., 2018). Hal ini sesuai dengan hasil karakterisasi FTIR, dimana dapat teridentifikasi pada angka gelombang 400-850 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi Ti-O (Kaur & Verma, 2014), pada bilangan 1400 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi Ti-O-Ti (Cai et al., 2012), pada bilangan gelombang 514 cm<sup>-1</sup> terdapat absorpsi Ti-O-O (Shehap & Akil, 2016), pada bilangan gelombang 1630-1640 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi ikatan grup O-H akibat 应 adanya penyerapan air (Kongsong et al., 2014), pada bilangan

gelombang 3443 cm<sup>-1</sup> terdapat vibrasi O-H terkait dengan atom titanium (Ti-OH) (Kongsong et al., 2014), sedangkan pada bilangan gelombang 1052 cm<sup>-1</sup> terdapat regangan O-C-O (Karkare, 2015), serta pada bilangan gelombang 2360 cm<sup>-1</sup> terdapat molekul  $H_2O$  yang teradsorpsi (Bensaha & Bensouy, 2012).

#### D. Brunaeur-Emmet-Teller (BET)

BET (Brunauer-Emmett-Teller) merupakan perangkat yang digunakan untuk menganalisis luas permukaan, diameter pori-pori, dan volume pori dari suatu sampel (Mohan et al., 2020). Di bawah ini terdapat contoh hasil karakterisasi material MCM-41 dengan menggunakan BET, yang dilakukan oleh Syamsuri dan rekan-rekannya (2017).

Berdasarkan Gambar 7.7, sampel MCM-41 menunjukkan isoterm adsorpsi tipe IV. Pola loop histeresis yang terlihat mengikuti tipe H1. Hal ini mengindikasikan bahwa material hasil sintesis dalam buku ini memiliki pori berbentuk silinder dengan ukuran meso dan distribusi ukuran pori yang seragam. Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel MCM-41 setelah melalui proses kalsinasi memiliki luas permukaan spesifik sekitar 972,21 m2/g, volume pori sebesar 1,17 mL/g, diameter pori sekitar 30,96 Å, unit sel sekitar 42,73 Å, dan ketebalan dinding pori sekitar 11,77 Å (Syamsuri et al., 2017).



Buku ini tidak diperjualbelikan

Gambar 7.7 Kurva Adsorpsi Desorpsi sampel MCM-41

Selanjutnya merupakan salah satu contoh hasil karakterisasi material  $TiO_2$  menggunakan BET yang dilakukan oleh Sabri, dkk (2020).



Gambar 7.8 Kurva Adsorpsi Desorpsi TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/FeOCl

Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen dari fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/ FeOCl (20%) diperiksa, dan hasilnya diplot pada Gambar 7.8. Isoterm tersebut dapat diklasifikasikan sebagai isoterm tipe III menurut klasifikasi IUPAC, yang menunjukkan adanya pori makro. Dari Gambar 7.8, luas permukaan spesifik BET TiO<sub>2</sub> (45,8 m<sup>2</sup>/g) sedikit lebih tinggi daripada TiO<sub>2</sub>/FeOCl (20%) (44,6 m<sup>2</sup>/g). Terbukti, penurunan luas permukaan fotokatalis TiO<sub>2</sub>/FeOCl (20%) dapat dikaitkan dengan pemblokiran beberapa sisi aktif oleh FeOCl yang terdeposit pada TiO<sub>2</sub>. Dari hasil BET, ditunjukkan bahwa peningkatan efisiensi fotokatalitik untuk fotokatalis TiO<sub>2</sub>/FeOCl (20%) tidak dikaitkan dengan sifat tekstur (Sabri et al., 2020).

#### E. Spektrofotometer UV-Vis

Untuk mengetahui karakteristik optik larutan *Methylene Blue* maka dilakukan scanning spektrum absorpsi menggunakan spektrofotometer UV- Vis untuk beberapa variasi konsentrasi. Pada Gambar 7.9, tampak spektrum absorbansi larutan MB memiliki nilai maksimum pada panjang gelombang 664 nm, yang meningkat terhadap kenaikan konsentrasi larutan MB. Dari spektrum absorbansi ini dibuat kurva standar untuk larutan MB berdasarkan absorpsi maksimum pada 664 nm dan diperoleh kurva linier terhadap kenaikan konsentrasi MB.



Gambar 7.9 Karakteristik Absorpsi (a) dan Kurva Standar Larutan MB pada 664 nm (b)



Gambar 7.10 Kurva degradasi Fotokatalisis MB: (a) C/Co vs t dan (b) Ln C/Co vs t

Berdasarkan kurva-kurva pada Gambar 7.10 dapat diketahui bahwa laju degradasi menurun terhadap meningkatnya konsentrasi awal MB. Laju degradasi MB untuk masing-masing konsentrasi 5 mM, 6 mM, dan 7 mM adalah 0.0075, 0.0079, dan 0.0102 menit-1. Pada konsentrasi 5 mM diperoleh laju degradasi tertinggi dengan presentasi terdegradasi hingga 75%. Pada konsentrasi MB yang tinggi, jumlah molekul MB yang terkandung dalam larutan juga lebih tinggi sehingga memperlambat laju degradasi. Hal ini dikarenakan konsentrasi MB yang tinggi membutuhkan radikal hidroksil yang lebih banyak dalam proses degradasi. Luas permukaan katalis yang digunakan selama proses fotokatalisis tetap sehingga jumlah radikal OH• yang dihasilkan oleh katalis juga konstan. Akibatnya terjadi kekurangan pasokan radikal pada proses degradasi untuk konsentrasi awal yang tinggi, sehingga menghasilkan laju degradasi yang rendah (Maddu et al., 2008).

# BAB VIII Pembuatan Fotokatalis Silika Mesopori

#### A. Sintesis Silika Mesopori dari Gelatin dan CTAB

Proses sintesis silika mesopori dari gelatin dan CTAB (cetyltrimethylammonium bromide) dilakukan menggunakan metode soft-template atau cetakan lunak. Keputusan menggunakan metode soft-template didasarkan pada beberapa kelebihannya, termasuk kemampuan self-assembly yang baik dan interaksi antara molekul amfifilik dalam surfaktan dengan prekursor, yang dapat membentuk komposit nanopartikel seperti karbon dan besi oksida (Ulfa et al., 2021). Sebelumnya juga telah menggabungkan gelatin dengan templat sintetis untuk menciptakan struktur seperti lubang cacing busa karbon, mikrosfer karbon mesopori, dan serpihan heksagonal hematit dengan luas permukaan tinggi antara 90 hingga 220 m2/g dan ukuran pori sekitar 5-10 nm (Ulfa et al., 2020).

Penggunaan gelatin sebagai bahan yang mengandung gugus amina (-NH2) memiliki afinitas tinggi untuk berinteraksi kuat dengan gugus hidroksil (OH) melalui ikatan hidrogen. Sifat ini memberikan keunggulan sebagai agen pengarah pori, yang dapat menghasilkan material dengan karakteristik unik, seperti yang dilaporkan sebelumnya (Sachithanadam & Joshi, 2014). Oleh karena itu, dalam buku ini, silika mesopori disintesis menggunakan gelatin sebagai bahan template. Untuk mengurangi penggunaan template organik sintetis, oksida logam TiO2 diimpregnasi ke dalam silika mesopori yang dihasilkan dari template gelatin, dan kemampuan fotodegradasi metilen biru dievaluasi (Ulfa & Setiarini, 2022).

Surfaktan umumnya digunakan sebagai bahan templating untuk mendapatkan material mesopori dengan luas permukaan tinggi, ukuran pori yang dapat diatur, volume pori yang besar, dan morfologi yang beragam. Berbagai jenis surfaktan ionik dan nonionik telah diterapkan untuk memperoleh struktur silika berpori dengan ukuran pori dan karakteristik morfologi yang berbeda (Nuryanto et al., 2020).

Jenis soft-template atau cetakan lunak yang dipakai pada proses sintesis ini adalah soft-template sintetik berupa Cetyltrimethyl ammonium bromida (CTAB) dan soft-template non sintetik (biodegradable) berupa gelatin. CTAB adalah senyawa organik dengan rumus kimia  $(C_{16}H_{33})N(CH_3)_3Br$  yang memiliki massa molar sebesar 364,45 g/mol. CTAB merupakan *soft-template* yang banyak dimanfaatkan sebagai surfaktan karena sifatnya yang tidak beracun, murah, biodegradable dan memiliki stabilitas permukaan yang baik (D. Zhao et al., 1998). Gelatin adalah senyawa organik dengan rumus kimia C<sub>102</sub>H<sub>151</sub>N<sub>31</sub>, di dalamnya adalah asam amino seperti 14% Hidroxyprolin, 16% Prolin, 26% Glysine, kandungannya tergantung dari bahan mentahnya. Gelatin memiliki massa molar sebesar 80.000 gr/mol. Gelatin merupakan protein larut yang bersifat hidrofobik dan hidrofilik dalam strukturnya sebagai ciri khas suatu surfaktan, memiliki sifat yang lebih alami karena merupakan material dari bahan alam dan ramah lingkungan, lebih murah dan memenuhi aspek keterbaharuan sehingga sesuai untuk dipilih sebagai cetakan lunak (Ulfa et al., 2020). Berdasarkan kimia silika, gelatin dari protein alami larut air, yang memiliki banyak gugus amida (-CO-NH<sub>2</sub>) dapat memiliki afinitas tinggi untuk berinteraksi kuat dengan gugus silanol (Si-OH) pada spesies silikat melalui beberapa ikatan hidrogen. Selain itu, gelatin dengan banyak gugus pengkelat (-NH<sub>2</sub> dan -SH) juga dapat bertindak sebagai capping agent dari nanopartikel logam (H. J. Chang et al., 2008).

Ada dua metode utama yang digunakan yakni metode sol-gel dan metode sol-gel hidrotermal. Metode sol-gel dipilih karena kemampuannya dalam mengontrol sifat permukaan dari komposit oksida. Namun, hasil dari metode sol-gel umumnya memiliki struktur kristal vang tidak teratur, dan endapan turunan sol-gel cenderung amorf. Oleh karena itu, perlakuan panas lebih lanjut diperlukan untuk menginduksi kristalisasi. Proses kalsinasi dalam metode sol-gel seringkali menyebabkan aglomerasi partikel dan pertumbuhan butiran, serta potensial untuk terjadinya transformasi fasa. Untuk mengatasi masalah ini, metode sol-gel hidrotermal digunakan dengan tujuan untuk menghindari aglomerasi partikel dan transformasi fasa. Metode sol-gel hidrotermal melibatkan 🚎 pertumbuhan inti kristal secara bertahap melalui proses aging, yang

melibatkan hidrolisis dan kondensasi lebih lanjut serta penyusunan ulang struktur yang lebih teratur (Wang & Ying, 1999).

Metode sol-gel hidrotermal memiliki stabilitas termal yang baik dan dapat meningkatkan pertumbuhan kristal TiO2. Dalam konteks ini, struktur kristal anatase lebih dominan dan ukuran kristal menjadi lebih kecil dibandingkan dengan penggunaan metode solgel konvensional (Milawati et al., 2021).

Metode hidrotermal memungkinkan pengaturan morfologi, struktur, dan komposisi fase yang optimal tanpa memerlukan template. Metode ini juga menghasilkan produk dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi serta distribusi ukuran partikel yang homogen (Hasri et al., 2020).

Sintesis silika mesopori dengan metode sol-gel melibatkan dua tahap utama: hidrolisis dan polikondensasi. Pada tahap hidrolisis, CTAB, gelatin, dan NaOH dicampur dan diaduk selama 1 jam. Gelatin dan CTAB terhidrolisis dengan penambahan air dalam suasana basa (NaOH), menghasilkan sol (koloid dengan padatan terdispersi dalam larutan).

Tahap polikondensasi dalam metode sol-gel mengubah sol menjadi gel. Setelah gel terbentuk, dilakukan tahap hidrotermal pada suhu 80°C selama 24 jam. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan kristalinitas dan mencapai susunan kristal yang homogen pada material. Proses hidrotermal mendorong pembentukan embrio inti kristal dan penataan ulang struktur gel amorf yang terurai, sehingga membentuk susunan yang lebih teratur. Proses ini menciptakan kesetimbangan antara embrio inti kristal, sisa gel amorf, dan larutan jenuh dalam keadaan metastabil. Jika gel amorf larut kembali, maka pertumbuhan kristal dari embrio inti akan terjadi hingga sisa gel amorf habis dan kristal terbentuk dalam keadaan stabil. Tahap terakhir dalam metode sol-gel hidrotermal adalah pengeringan untuk menghilangkan air dan cairan berlebih dalam material, sehingga luas permukaan material dapat diperluas (Zahro et al., 2015). Proses sintesis silika mesopori dari gelatin dan CTAB dapat dilihat pada Gambar 8.1 di bawah ini.



Gambar 8.1 Proses Sintesis Silika Mesopori Metode Hidrotermal

Langkah pertama proses sintesis silika mesopori dari CTAB dan gelatin dengan metode sol-gel hidrotermal adalah dengan mencampurkan 1 gram CTAB dan 1% gelatin (gelatin: CTAB = 1:100 (b/b)) untuk variasi pertama dalam labu erlenmeyer. Kemudian membuat larutan NaOH 2M lalu mengambil 3,5 mL larutan NaOH tersebut. Selanjutnya menambahkan 3,5 mL NaOH 2M tadi kedalam 480 mL akuades. Setelah itu, memasukan larutan NaOH encer ke dalam campuran CTAB dan gelatin. Proses ini dilakukan dengan menuangkan sedikit demi sedikit larutan HCl ke dalam labu erlenmeyer berisi CTAB dan gelatin menggunakan buret. Mengaduk campuran dari awal penetesan menggunakan magnetic stirrer di atas hot plate dalam keadaan tertutup seperti pada Gambar 8.1 (a). Proses ini dilakukan pada suhu 80°C dengan kecepatan pengadukan 500 rpm selama 1 jam. Larutan NaOH berfungsi sebagai pelarut yang

membantu proses pembentukan cetakan lunak. Penetesan dan pengadukan dilakukan secara bersamaan bertujuan agar diperoleh larutan yang homogen. Warna larutan campuran antara NaOH dengan CTAB dan gelatin adalah bening dengan buih-buih di bagian atas larutan. Kemudian menambahkan 5 mL tetraethylorthosilicate (TEOS) tetes demi tetes (menggunakan buret) dan tetap menstirernya dengan suhu dan kecepatan yang sama selama 2 jam dalam keadaan tertutup agar tidak ada udara yang masuk dan terjadi kontaminasi. Pada proses ini larutan berubah warna menjadi putih seperti bubur atau terbentuk endapan putih seperti yang ditunjukan dalam Gambar 8.1 (b). Sumber silika yang digunakan pada sintesis material ini adalah TEOS karena stabilitas kimianya (lebih tinggi dari analog tetrametil), ketersediaan dan harganya yang lebih ekonomis. Pada sintesis material ini, terlepas dari basa yang digunakan, gugus silanol yang dihasilkan bertanggung jawab atas kondensasi TEOS meskipun menyebabkan adanya variabilitas vang signifikan tergantung pada kekuatan dasar dan konsentrasi. Oleh karena itu, untuk menghindari variabilitas ini, digunakan basa kuat seperti NaOH (Castillo et al., 2020)

Selanjutnya adalah menungkan sampel ke dalam hidrotermal autoclave 250 mL dan mengovennya pada suhu 80°C selama 24 jam seperti yang diperlihatkan Gambar 8.1 (c). Proses hidrotermal bertujuan untuk menstabilkan larutan, membantu mengontrol ukuran kristal, morfologi, dan tingkat aglomerasi dari nanopartikel. Penggunaan suhu 80°C pada proses hidrotermal bertujuan untuk mencegah adanya aglomerasi sehingga ukuran partikel menjadi tidak seragam, hal ini terjadi pada penggunaan suhu yang terlampau rendah. Sedangkan penggunaan suhu tinggi menyebabkan uap-uap yang terkumpul di dalam autoclave akan memberikan tekanan yang terlalu besar sehingga dapat menghambat pertumbuhan partikel (Famia & Muldarisnur, 2019).

Hasil hidrotermal berupa larutan berwarna bening dengan endapan putih seperti dalam Gambar 8.1 (d), kemudian mendiamkan larutan hingga suhu kamar. Setelah itu, menyaring larutan menggunakan kertas saring dan corong kaca kemudian mencucinya dengan aquades 100 mL sebanyak tiga kali. Selanjutnya mengoven padatan yang diperoleh dari proses filtrasi seperti yang ditunjukkan Gambar 8.1 (e) pada suhu 70°C selama 24 jam. Proses pengeringan menghasilkan serbuk putih yang halus ketika disentuh. Serbuk halus tersebut kemudian dikalsinasi dengan muffle furnace selama 5 jam pada suhu 550°C. Sampel yang telah dikalsinasi mengalami pengurangan massa dan perubahan warna menjadi lebih putih dan bersih serta lebih halus. Hal ini terjadi karena dalam proses kalsinasi, gas-gas dalam bentuk karbonat, hidroksida, dan air bebas (H<sub>2</sub>O) melepaskan diri (menguap) sehingga menghasilkan serbuk dengan kemurnian yang tinggi. Proses kalsinasi juga bertujuan untuk mendapatkan ukuran partikel yang optimum dan menguraikan senyawa-senyawa dalam bentuk garam atau hidrat menjadi oksida serta membentuk fase kristal (Nakonieczny et al., 2021). Sintesis silika mesopori dari CTAB dan gelatin berhasil dilakukan dengan hasil seperti Gambar 8.1 (f).

Sintesis silika mesopori dari CTAB dan gelatin dengan metode sol-gel prosedurnya hampir sama dengan metode sol-gel hidrotermal. Perbedaannya hanya terletak pada langkah setelah penambahan TEOS. Pada metode sol-gel hidrotermal, setelah penambahan TEOS kemudian larutan distirer selama 2 jam lalu hasilnya langsung di hidrotermal sedangkan pada metode sol-gel setelah penambahan TEOS kemudian larutan distirer selama 2 jam lalu hasilnya langsung disaring kemudian dikeringkan dengan cara dioven.

# B. Impregnasi TiO<sub>2</sub> dalam Silika Mesopori

Metode impregnasi merupakan pendekatan yang umum digunakan dalam preparasi fotokatalis, karena prosesnya praktis, cenderung berhasil, dan menghasilkan sedikit limbah. Impregnasi mengacu pada proses penyerapan zat tertentu secara total ke dalam material pendukung. Proses ini melibatkan pengisian pori-pori material pendukung dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam. Ini dilakukan dengan merendam material pendukung dalam larutan yang mengandung logam aktif. Dalam hal ini, material pendukung berfungsi sebagai media dengan permukaan luas yang memfasilitasi penyebaran situs aktif, meningkatkan luas permukaan kontak, dan efisiensi reaksi (Munnik et al., 2015).

Keuntungan utama dari metode impregnasi basah adalah kemampuan untuk mengendalikan jumlah logam yang akan diimpregnasikan. Logam aktif yang sering digunakan adalah logam transisi yang ditempatkan pada material pendukung dengan luas permukaan tinggi untuk mendistribusikan logam dengan efektif selama proses fotokatalisis (Batang & Sagu, 2013). Dalam konteks buku ini, logam yang digunakan adalah Titanium (Ti) dengan prekursor Titanium Tetraisopropoxide (TTiP), sementara material pendukungnya adalah silika mesopori yang berasal dari CTAB dan gelatin.

Proses impregnasi dimulai dengan melarutkan 0,03697 mL Titanium Tetraisopropoxide (TTiP) dalam 20 mL n-heksana dan diaduk selama 5 menit. Pelarut n-heksana digunakan karena lebih menghasilkan TiO2 fase anatase, meskipun fase rutile juga hadir. Pelarut lain seperti air, metanol, asam asetat, asetonitril, dan amonia dapat menghasilkan TiO2 fase brookite selain anatase dan rutile (Muhammad et al., 2019). Dalam fotokatalisis, TiO2 fase anatase lebih diinginkan daripada rutile dan brookite karena memiliki celah energi 3,2 eV dan lebih stabil (Rosanti et al., 2020).

Langkah selanjutnya adalah menambahkan 0,99 gram serbuk silika mesopori ke dalam campuran dan mengaduknya pada suhu 45°C selama 16 jam. Pengadukan dengan pemanasan di bawah titik didih n-heksana dilakukan untuk membentuk serbuk putih. Tujuan dari pengadukan selama 16 jam adalah untuk memastikan banyaknya logam Ti yang terisi ke dalam pori-pori silika mesopori. Setelah itu, sampel dioksidasi pada suhu 160°C selama 2 jam. Sampel kemudian dilarutkan dalam n-heksana, disaring, dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 45 menit untuk menghilangkan n-heksana. Proses pengeringan bertujuan untuk menghilangkan residu pelarut agar logam dapat mengendap pada permukaan pori silika mesopori.

Untuk mengubah kompleks logam menjadi oksidanya, meningkatkan stabilitas mekanik, dan menghilangkan residu nheksana, dilakukan proses kalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam. Hasil dari proses impregnasi ini adalah fotokatalis TiO2/Silika Mesopori dalam bentuk serbuk putih halus. Proses ini menghasilkan material yang lebih stabil dan bersih untuk aplikasi fotokatalisis (Munnik et al., 2015). Gambar 10.1 menunjukkan ilustrasi mekanisme pembentukan TiO2/Silika Mesopori dari tahap sintesis Silika Mesopori hingga impregnasi TiO2 dengan prekursor TTiP pada Silika Mesopori.



Gambar 8.2 Mekanisme sederhana pembentukan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori yang bermula dari Sintesis Silika Mesopori dan dilanjutkan proses impregnasi TiO<sub>2</sub> pada Silika Mesopori.

# C. Aktivasi Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori

Proses aktivasi pada TiO2/Silika Mesopori diperlukan untuk mengoptimalkan kinerja dalam penyerapan. Aktivasi bertujuan untuk memperbesar diameter pori, meningkatkan volume yang terserap dalam pori, serta membuka pori-pori baru (Erawati & Fernando, 2018). Terdapat dua metode aktivasi yang umum digunakan, yaitu metode fisika dan metode kimia. Aktivasi fisika melibatkan karbonisasi zat organik menjadi arang melalui pemanasan tanpa oksigen atau uap pada suhu tinggi, sering dengan penggunaan oksidator lemah seperti uap air, CO2, N2, O2, dan lainnya. Aktivasi kimia melibatkan pencampuran material silika dengan bahan kimia pengaktif, diikuti oleh pengeringan dan pemanasan (Mazlan et al., 2016).

Penulis menggunakan metode aktivasi kimia dengan menggunakan asam kuat sebagai pengaktif, khususnya asam klorida (HCl). Penggunaan asam klorida sebagai aktivator memiliki beberapa alasan. Asam kuat seperti HCl dapat merusak kompleks oksigen selama proses aktivasi, yang mengakibatkan pengurangan kadar air dalam silika mesopori, lebih sedikit dibandingkan aktivator basa (Erawati & Fernando, 2018). Selain itu, sifat asam dari HCl memungkinkan untuk pengikatan air yang lebih baik, yang dapat melarutkan zat organik dan anorganik yang terikat pada material silika mesopori. Akibatnya, hasilnya adalah nanopartikel dengan pori yang lebih bersih dan terbuka (Verayana et al., 2018).



Gambar 8.3 Proses Aktivasi Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori

Proses aktivasi dalam buku ini dapat dilihat dalam Gambar 8.3. Langkah pertama dari proses aktivasi adalah merendam 1,5 gram silika mesopori yang dihasilkan dari sintesis ke dalam 50 mL larutan HCl 0,1 M selama 24 jam, sebagaimana terlihat pada Gambar 8.3 (b). Kemudian, sampel disaring menggunakan kertas saring dan corong kaca, dan padatan putih yang dihasilkan dicuci tiga kali dengan menggunakan aquades sebanyak 100 mL, seperti yang terlihat pada Gambar 8.3 (c). Setelah proses penyaringan dan pencucian, sampel yang dihasilkan memiliki warna putih, seperti yang terlihat pada Gambar 8.3 (d).

Tahap berikutnya melibatkan pengeringan padatan putih silika mesopori dalam oven selama 24 jam pada suhu 100°C. Proses pengovenan pada suhu 100°C dilakukan untuk menguapkan molekul air yang mungkin masih terperangkap dalam pori silika mesopori. Hasil dari proses aktivasi ini berupa serbuk putih dengan tekstur yang lebih halus daripada sebelumnya, seperti yang terlihat pada Gambar 8.3 (d). Nanopartikel silika mesopori yang telah berhasil diaktivasi ini siap digunakan untuk tahap selanjutnya.

# BAB IX POTENSI KARAKTERISASI FOTOKATALIS

# A. X-Ray Diffraction (XRD)

Pada buku ini penulis melakukan pengujian menggunakan metode X-Ray Diffraction (XRD) terhadap serbuk Silika Mesopori dan TiO2/Silika Mesopori. Tujuan dari pengujian XRD adalah untuk mengidentifikasi fase-fase, kristalinitas, dan ukuran kristal dari TiO2, Silika Mesopori, serta TiO2/Silika Mesopori yang dihasilkan dari proses sintesis yang telah dilakukan. Gambar 10.3 dalam buku ini menampilkan hasil pengujian XRD dari berbagai sampel, termasuk TiO2, Silika Mesopori, dan TiO2/Silika Mesopori, dengan variasi massa gelatin yaitu 0%, 1%, 10%, 20%, dan 100%.

Berdasarkan difraktogram yang terlihat dalam gambar 8.3, dapat diamati adanya perbedaan dalam fasa-fasa masing-masing sampel uji dibandingkan dengan standar TiO2 anatase yang dicontohkan dalam data JCPDS No. 21-1276. Pada semua sampel, baik yang disintesis dengan metode sol-gel maupun sol-gel hidrotermal, terlihat adanya puncak difraksi yang menunjukkan fasa amorf. Hal ini mengindikasikan bahwa terdapat material silika mesopori dalam sampel dengan nilai puncak 2θ yang menghasilkan kurva lebar.

Puncak lebih tajam dalam beberapa sampel vang menunjukkan adanya pembentukan TiO2 yang terjadi selama proses impregnasi. Terbentuknya fasa TiO2 anatase dan rutile pada beberapa sampel dapat dipengaruhi oleh jenis pelarut yang digunakan selama proses impregnasi, yakni n-heksana. Jenis pelarut ini memainkan peran penting dalam pembentukan fase-fase TiO2 vang muncul dalam difraktogram. Selain untuk mengetahui fasanya, data difraktogram tersebut dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal dari silika nanopartikel mesopori dengan rumus Debye Scherrer seperti pada persamaan di bawah ini

$$D = \frac{0.9 \lambda}{B \cos \cos \theta} \dots (4.1)$$

D adalah ukuran kristal dalam Á,  $\lambda$  adalah panjang gelombang yang digunakan dalam pengujian XRD yaitu 1,540 Á, dan B adalah lebar setengah puncak dalam radian.  $\theta$  adalah posisi sudut terbentuknya puncak. Hasil XRD juga menunjukkan FWHM untuk dapat menentukan nilai B (rad). Dari perhitungan tersebut, didapatkan ukuran kristal dari Silika Mesopori dan Silika Mesopori yang diimpregnasi dengan TiO<sub>2</sub> sebesar 1% seperti yang ditunjukkan pada Tabel 9.1.



Gambar 9.1 Difraktogram sampel Silika Mesopori Sol-Gel (a), Silika Mesopori Sol-Gel Hidrotermal (b), TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori Sol-Gel (c), TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori Sol-Gel Hidrotermal (d) dan TiO<sub>2</sub> anatase berdasarkan data JCPDS No.21-1276 dari rentang 5-70°

Dimpregnasi dengan 110 <sub>2</sub>							
Sampel	λ (Å)	B (rad)	Posisi	D (nm)			
			puncak				
			20				
$SMG_1 NH$	1,540	14,158	38,092	0,593			
SMG10 NH	1,540	14,841	38,901	0,569			
SMG <sub>20</sub> NH	1,540	14,372	37,839	0,584			
SMC <sub>100</sub> NH	1,540	13,803	37,672	0,608			
$SMG_1 H$	1,540	15,083	39,288	0,559			
SMG <sub>10</sub> H	1,540	16,087	39,467	0,524			
SMG <sub>20</sub> H	1,540	15,581	40,306	0,543			
SMG <sub>100</sub> H	1,540	14,968	38,805	0,562			
SMC100 H	1,540	15,085	39,464	0,559			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> NH	1,540	16,284	40,275	0,519			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> NH	1,540	17,133	41,384	0,495			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> NH	1,540	16,739	40,992	0,506			
TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> NH	1,540	16,240	41,072	0,522			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H	1,540	17,182	41,580	0,494			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> H	1,540	17,581	39,306	0,479			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H	1,540	17,222	42,077	0,494			
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H	1,540	17,149	41,665	0,495			
TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H	1,540	17,087	40,465	0,495			
TiO <sub>2</sub> Anatase*	1,540	1,682	0,024	2,564			

Tabel 9.1 Ukuran Kristal Silika Mesopori dan Silika Mesopori yang Diimpregnasi dengan TiO<sub>2</sub>

Sumber: \* JCPDS No.21-1276

Berdasarkan ukuran kristal pada Tabel 9.1 proses sintesis dengan metode sol-gel atau metode tanpa hidrotermal menunjukkan ukuran kristal yang lebih besar karena pembentukan inti kristal yang belum sempurna sehingga ukuran kristalnya relatif lebih besar. Sedangkan dengan metode sol-gel hidrotermal telah terjadi penyusunan ulang inti kristal menjadi lebih teratur sehingga diperoleh ukuran kristal yang lebih kecil. Berdasarkan hasil XRD dapat disimpulkan bahwa metode sintesis sol-gel hidrotermal menghasilkan puncak yang cenderung tajam. Hal ini dikarenakan proses hidrotermal dapat meningkatkan pertumbuhan inti kristal sehingga kristalinitas yang terbentuk semakin tinggi serta susunan kristal yang lebih seragam (Milawati et al., 2021). Penelitian Hanipa et al., (2017) menyebutkan bahwa semakin lama waktu hidrotermal maka pertumbuhan kristal semakin meningkat.

Kristalinitas dari sampel juga dapat dihitung melalui data karakterisasi *X-Ray Diffraction* dengan menggunakan rumus berikut:

Kristalinitas = 
$$\frac{area \ puncak \ kristalin}{area \ puncak \ kristalin \ dan \ amorfus} \ge 100\% \dots (4.2)$$

Kristalin dapat diukur dari pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul (Sari et al., 2019). Hasil analisis kuantitatif yang diperoleh dari perhitungan sampel menggunakan data X-Ray Diffraction dapat dilihat pada Tabel 9.2.

Apabila ditinjau berdasarkan Tabel 9.2, maka terdapat pengaruh dari penambahan gelatin baik dengan massa 1, 10, maupun 20 wt% yang menunjukkan bahwa semakin banyak massa gelatin yang ditambahkan dapat meningkatkan ukuran kristal dan juga derajat kristalinitas silika sampai massa 10 wt% dan mengalami penurunan pada massa 20 wt%. dalam hal ini, Silika Mesopori bertindak sebagai host dari TiO<sub>2</sub> dan partikel TiO<sub>2</sub> terdistribusi ke dalam matriks raksasa dari Silika Mesopori. Hal ini dapat dilihat pada data 2 $\theta$  yang dihasilkan masing-masing difraktogram TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori yang tidak begitu menunjukkan kristal TiO<sub>2</sub> murni pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori.

	for fung anner ognast aongan		
Sampel	Derajat Kristalinitas (%)	D (nm)	5
$SMG_1 NH$	59,616	0,593	
SMG10 NH	63,386	0,569	
SMG <sub>20</sub> NH	62,962	0,584	
SMC <sub>100</sub> NH	58,040	0,608	let'
$SMG_1 H$	64,131	0,559	
SMG <sub>10</sub> H	65,217	0,524	Y
SMG <sub>20</sub> H	65,083	0,543	
$SMG_{100}$ H	57,413	0,562	
SMC <sub>100</sub> H	63,994	0,559	.=
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> NH	66,066	0,519	Ę
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> NH	66,822	0,495	21
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> NH	66,225	0,506	<u></u>

Tabel 9.2 Data Analisis Kuantitatif dari Silika Mesopori dan Silika Mesopori yang diimpregnasi dengan TiO<sub>2</sub>

Sampel	Derajat Kristalinitas (%)	D (nm)
TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub>	65,471	0,522
NH		
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H	69,306	0,494
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> H	73,705	0,479
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H	70,597	0,494
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H	67,807	0,495
TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> H	68,011	0,495
TiO <sub>2</sub> Anatase*	87,590	2,564

Sumber: \* JCPDS No. 21-1276

#### B. Bruneuer Emmet Teller (BET)

Analisis *surface area* menggunakan metode BET berfungsi untuk menentukan luas permukaan, volume pori, dan diameter pori dari Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori. Berdasarkan analisis BET didapatkan kurva adsorpsi-desorpsi Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori yang terdapat pada Gambar 9.2.





Gambar 9.2 Kurva Adsorpsi-Desorpsi dari sampel (a) SMG<sub>10</sub> NH (b) SMG<sub>10</sub> H (c) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> NH (d) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> H (e) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H (f) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> H (g) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H (h) TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> H

Tabel 9.3 menyajikan data eksperimen berdasarkan analisis luas permukaan, volume pori, diameter pori, luas permukaan mikropori, luas permukaan mesopori, volume mikropori, dan volume mesopori. Hasil korelasi positif ditemukan pada Tabel 9.3 dimana luas permukaan yang lebih tinggi akan menghasilkan diameter pori yang lebih rendah. Hal ini dapat dilihat pada luas permukaan SMG<sub>10</sub> H yaitu sebesar 810,462 m<sup>2</sup>/g yang memiliki diameter pori sebesar 2,868 nm. Sedangkan, material TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H memiliki luas permukaan sebesar 577,458 m<sup>2</sup>/g dengan diameter pori sebesar 5,359 nm. Hasil ini menunjukkan bahwa penambahan TiO<sub>2</sub> pada Silika Mesopori menurunkan luas permukaan pori. Namun, berdasarkan Tabel 9.3, penambahan gelatin dapat meningkatkan luas permukaan pori sampai massa 10% kemudian luas permukaan pori akan turun kembali setelah penambahan massa gelatin sebanyak 20%.

suku ini tidak diperjualbelikan.

Berdasarkan Tabel 9.3, volume pori tidak menunjukkan perubahan yang signifikan, hanya bekisar di 0,414 cc/g hingga 1,072 cc/g meskipun penambahan TiO<sub>2</sub> dalam Silika Mesopori tetap akan menurunkan volume total pori. Silika dengan volume pori terbesar adalah SMG<sub>10</sub> H dengan nilai sebesar 1,072 cc/g. Berdasarkan Gambar 9.2, diameter pori paling besar dimiliki oleh TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H yang memiliki puncak paling tinggi dengan nilai sebesar 5,359 nm. Hal ini berbanding terbalik dengan luas permukaan BET yang terdapat pada Tabel 9.3, dimana semakin tinggi luas permukaannya, maka semakin sempit diameter pori material. Hal ini disebabkan oleh peningkatan kontribusi karakter silika dalam sampel (Sahu et al., 2009).

Jenis Sampel	SMG10NH	SMG10 H	TiO <sub>2</sub> / SMG <sub>10</sub> NH	TiO <sub>2</sub> / SMG <sub>1</sub> H	TiO <sub>2</sub> / SMG <sub>10</sub> H	TiO <sub>2</sub> / SMG <sub>20</sub> H	TiO <sub>2</sub> / SMG <sub>100</sub> H	TiO <sub>2</sub> / SMC <sub>100</sub> H	TiO <sub>2</sub>
Luas Permukaan BET (m²/g)	809,509	810,462	735,874	769,085	799,895	791,925	577,458	763,226	135,230
Volume Pori Total (cc/g)	1,023	1,072	0,671	0,682	0,761	0,753	0,414	0,679	0,221
Diameter Pori (nm)	3,3139	2,868	5,320	3,715	3,576	3,695	5,359	3,844	3,560
Luas Permukaan Mikropori (m²/g)	0,009	0,038	0,026	0,015	0,005	0,025	0,042	0,026	-
Luas Permukann Mesopori (m²/g)	809,500	810,500	735,900	769,100	799,900	791,900	577,500	763,200	-
Volume Mikropori (cc/g)	0,539	0,728	0,356	0,392	0,504	0,403	0,342	0,360	-
Volume Mesopori (cc/g)	0,483	0,343	0,314	0,290	0,256	0,349	0,072	0,318	-

Tabel 9.3 Hasil Analisis Porositas Sampel Menggunakan Karakterisasi BET

Sumber: \*Fatimah et.al (2019)

Pada penelitian Taslimah, dkk menunjukkan penurunan ukuran pori rata-rata yang tidak signifikan, tetapi terjadi kenaikan luas permukaan dan volume total pori yang signifikan. Hal ini menandakan bahwa semakin besar konsentrasi gelatin membuat material lebih berpori, karena dapat membentuk misel surfaktan lebih banyak dan misel dapat mencetak pori lebih banyak sehingga meningkatkan luas permukaan dan volume total porinya. Hasil dari data distribusi ukuran pori, volume total pori dan luas permukaan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori hasil sintesis tanpa penambahan gelatin dan penambahan gelatin menunjukkan adanya pengaruh hasil yang signifikan. TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> cenderung memiliki partikel yang
menggumpal dengan pori-pori yang lebih teratur sedangkan TiO<sub>2</sub>/ SMG<sub>1</sub>, TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub>, dan TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> memiliki pori-pori seperti lubang cacing. Dalam hal ini semakin besar konsentrasi gelatin maka lubang cacing yang terbentuk semakin banyak sehingga luas permukaan yang dihasilkan semakin tinggi. (Nurvanto et al., 2020).

Dari Tabel 9.3 terlihat bahwa luas permukaan dan volume pori meningkat karena peningkatan konsentrasi gelatin pada konsentrasi gelatin rendah (<10% berat) dan kemudian menurun pada konsentrasi gelatin tinggi (>10% berat). Pada konsentrasi gelatin rendah, terdapat efek sinergis antara gelatin dan silika, dimana silika bermuatan negatif menginduksi agregasi gelatin bermuatan positif, membentuk jaringan gel vang mengarahkan pertumbuhan partikel silika. Dengan demikian, gelatin terperangkap di antara jaringan silika dan berperan sebagai cetakan, meninggalkan pori-pori setelah ekstraksi. Sebaliknya, pada konsentrasi gelatin yang tinggi, pada penambahan silika, endapan silika-gelatin pertama kali terbentuk, diikuti dengan pembentukan gel yang terdapat dalam endapan komposit (Editorial, 2009).

Di dalam CTAB terdapat gugus Br<sup>-</sup> dan di dalam gelatin terdapat gugus amina (NH<sub>3</sub><sup>+</sup>). Silika dari TEOS akan berikatan kuat dengan gugus amina pada gelatin karena amina dan gelatin memiliki sifat yang sama yaitu polar. Silika yang berikatan dengan amina memiliki afinitas tinggi karena memiliki elektronegativitas yang lebih tinggi yaitu 1,14 sehingga afinitasnya kuat (ikatannya kuat). Jika gelatin yang ditambahkan pada sampel terlalu banyak maka luas permukaan turun karena afinitasnya lebih tinggi (ikatannya kuat) dimana amina yang menempel di silika sulit untuk lepas dan tidak bisa diganti dengan yang lain. Sehingga jika amina sudah terlanjur berinteraksi dengan silika, ketika didekomposisi menyebabkan tidak munculnya pori-pori baru yang terbentuk. Jika gugus Br<sup>-</sup> yang masuk, masih memungkinkan terbentuknya pori baru walaupun nantinya terdapat gelatin yang menempel karena sudah ada ruang penjeda. Gugus Br<sup>-</sup> mudah terlepas jika berinteraksi dengan gugus silika karena gugus Br- bersifat nonpolar sedangkan silika bersifat polar. Molekul Br memiliki ukuran yang tidak terlalu besar sedangkan gelatin memiliki ukuran molekul yang sangat besar. Tetapi tanpa penambahan gelatin sama sekali, ikatan Si-Br tidak stabil. Oleh karena itu, gelatin berfungsi untuk menstabilkan 应 sehingga waktu pemanasan suhu tinggi, molekul tidak cepat pecah sehingga keteraturan porinya lebih bagus lebih stabil.

# C. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis FTIR dilakukan dengan tujuan untuk mengidentifikasi secara kualitatif gugus-gugus fungsional utama di dalam sampel. Pengamatan ini dilakukan pada bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Hasil analisis FTIR berupa spektrum FTIR dari sampel TiO<sub>2</sub>, Silika Mesopori, dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori yang dapat diamati pada Gambar 9.3.



Gambar 9.3 Spektra IR dari Silika Mesopori (a) dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori (b) pada bilangan gelombang 450-4000 cm<sup>-1</sup>

Ionio	Dilongon	Jonia Wibrosi	Deferenci
Spektra	Gelombang	Jenis Vibrasi	Referensi
SMC <sub>100</sub> NH	454,260	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	566,130	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	803,390	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	949,020	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1079,220	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1633,780	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)
	2856,700	Symmetric Stretching C–H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	2929,700	Asymmetric stretching C-H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	3380,400	Stretching O-H dan Bending molekul H <sub>2</sub> O	(Salama et al., 2021)
$SMG_1 NH$	463,900	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	525,620	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	559,390	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	804,350	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	949,980	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1081,150	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1628,950	Stretching O-H dan Bending molekul H2O	(Salama et al., 2021)

Tabel 9.4 Data Analisis FTIR dari sampel Silika Mesopori, TiO<sub>2</sub>, dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	2854,770	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz, 2017)
	2925,170	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3389,080	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
$SMG_{10} NH$	462,940	Bending Si–O	(Salama et al.,
			2021)
	560, 350	Bending Si–O	(Salama et al.,
			2021)
	805, 320	Stretching Si–O–	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	949, 980	Stretching Si–OH	(Mukherjee et
			al., 2019)
	1085, 010	Stretching Si–O–	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	1628, 950	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
	2854,770	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz, 2017)
	2926,140	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3382,320	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
SMG <sub>20</sub> NH	461,010	Bending Si–O	(Salama et al.,
	005 000		2021)
	805,320	Stretching Si–O–	(Mukherjee et
	050.050	51	al., 2019)
	950,950	Stretching SI–OH	(Mukherjee et
	1004 040		al., 2019)
	1084,040	Stretching Si–O–	(Mukherjee et
		51	ai., 2019)

Buku ini tidak diperjualbelikan.

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	1630,880	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)
	2855,730	Symmetric Stretching C–H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	2927,100	Asymmetric Stretching C-H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	3387,150	Stretching O-H dan Bending molekul H <sub>2</sub> O	(Salama et al., 2021)
$SMG_{100} H$	458,110	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	806,280	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1083,080	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1633,720	Stretching O-H dan Bending molekul H2O	(Salama et al., 2021)
	2858,630	Symmetric Stretching C–H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	2930	Asymmetric Stretching C-H	(Mermer & Yilmaz 2017)
	3454,660	Stretching O-H dan Bending molekul H <sub>2</sub> O	(Salama et al., 2021)
$SMC_{100}$ H	460,040	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	804,350	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	954,800	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1080,180	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1633,780	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)

Jenis Spektra	Bilangan Gelombang	Jenis Vibrasi	Referensi
эренна	2854.770	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz. 2017)
	2926,140	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3380,400	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
$SMG_1 H$	461,970	Bending Si–O	(Salama et al.,
			2021)
	804,350	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	949,980	Stretching Si–OH	(Mukherjee et
			al., 2019)
	1083,080	Stretching Si–O–	(Mukherjee et
	1000.010	Si Oli	al., 2019)
	1632,810	Stretching U-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
	2056 700	Molekul $H_2O$	(Manna en 8
	2650,700	Symmetric Strotoping C U	(Werner Q
	2028 070	Asymmetric	(Mermer &
	2920,070	Stretching C-H	Vilmaz 2017)
	3389 080	Stretching O-H	(Salama et al
	5505,000	dan Bending	(balania et al., 2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	2021)
$SMG_{10} H$	461.970	Bending Si–O	(Salama et al.,
10	- )	0	2021)
	550,700	Bending Si–O	, (Salama et al.,
	-	C	2021)
	803,390	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	949,020	Stretching Si–OH	(Mukherjee et
			al., 2019)
	1085,010	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)

Buku ini tidak diperjualbelikan.

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	1632,810	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
	3400,650	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
SMG <sub>20</sub> H	460,040	Bending Si–O	(Salama et al., 2021)
	805,320	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	950,950	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1085,010	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1627,990	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)
	2855,730	Symmetric Stretching C–H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	2927,100	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3369,790	Stretching O-H dan Bending molekul H <sub>2</sub> O	(Salama et al., 2021)
$TiO_2$	450,400	vibrasi Ti-O	(Listanti et al., 2018)
	507,300	Absorpsi Ti-O-O	(Listanti et al., 2018)
	1638,600	Bending Ti-OH	(J. Wei et al., 2018)
	2321,430	Adsorbsi $H_2O$	(Listanti et al., 2018)
	2857,660	symmetric stretching	(Morais et al., 2021)
		vibration of C–H	
	2923,250	Asymmetric	(Morais et al.,
		Stretching C-H	2021)

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	3424,760	Vibrasi O-H	(Listanti et al., 2018)
TiO <sub>2</sub> /	459,080	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,
51010100 11	678,010	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	806,280	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	963,480	Stretching Si-OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1086,930	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1633,780	Bending Ti-OH	(J. Wei et al., 2018)
	2025,340	Strecthing C=C	(Nguyen et al., 2020)
	2857,660	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	2928,070	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3429,580	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending molekul H2O	2021)
TiO <sub>2</sub> / SMC <sub>100</sub> H	459,080	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al., 2018)
100	642,320	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	678,970	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	803,390	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	950,950	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1085,970	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1627,990	Bending Ti-OH	(J. Wei et al., 2018)

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	2854,770	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz, 2017)
	2926,140	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3401,610	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
TiO <sub>2</sub> /	463,900	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,
$SMG_1 H$			2018)
	803,390	Ti-O-Ti	(Khan et al.,
			2021)
	950,950	Stretching Si-OH	(Mukherjee et
		-	al., 2019)
	1085,010	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	1628,950	Bending Ti-OH	(J. Wei et al.,
		2	2018)
	2856,700	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz, 2017)
	2928,070	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3392,930	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
TiO <sub>2</sub> /	465,830	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,
$SMG_{10} H$			2018)
	805,320	Ti-O-Ti	(Khan et al.,
			2021)
	951,910	Stretching Si-OH	(Mukherjee et
			al., 2019)
	1086,930	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	1628,950	Bending Ti-OH	(J. Wei et al.,
			2018)
	2855,720	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi	
Spektra	Gelombang			
	2927,100	Asymmetric	(Mermer &	
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)	
	3399,680	Stretching O-H	(Salama et al.,	
		dan Bending	2021)	
		molekul H <sub>2</sub> O	,	
TiO <sub>2</sub> /	463,900	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,	
$SMG_{20} H$			2018)	
	803,390	Ti-O-Ti	(Khan et al.,	
			2021)	
	951,910	Stretching Si-OH	, (Mukherjee et	
		U	al., 2019)	
	1058,970	Stretching Si-O-	(Mukherjee et	
	-	Si	al., 2019)	
	1632,810	Bending Ti-OH	(J. Wei et al.,	
	,	5	2018)	
	2854,770	Symmetric	, (Mermer &	
	,	Stretching C–H	, Yilmaz, 2017)	
	2926,140	Asymmetric	(Mermer &	
	,	Stretching C-H	, Yilmaz, 2017)	
	3391	Stretching O-H	(Salama et al.,	
		dan Bending	2021)	
		molekul H <sub>2</sub> O	,	
TiO <sub>2</sub> /	462.940	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al	
SMC <sub>100</sub>	- ,		2018)	an.
NH	553,590	Ti-O-Ti	(Khan et al	ika
		-	2021)	oel
	803.390	Ti-O-Ti	(Khan et al	all
		-	2021)	rju
	949.980	Stretching Si-OH	(Mukheriee et	be
			al., 2019)	di
	1085.970	Stretching Si-O-	(Mukheriee et	ak
		Si	al., 2019)	id
	1633 760	Bending Ti-OH	(J Wei et al	li t
	1000,100	200000 000	2018)	L IT
	2856.700	Symmetric	(Mermer &	lkt
	,	Stretching C–H	Yilmaz, 2017)	Bu

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	2929,030	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	3418,010	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	
TiO <sub>2</sub> /	461,010	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,
$SMG_1 NH$			2018)
	804,350	Ti-O-Ti	(Khan et al.,
			2021)
	949,020	Stretching Si-OH	(Mukherjee et
		C	al., 2019)
	1084,040	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	1629,920	Bending Ti-OH	(J. Wei et al.,
		0	2018)
	2857,660	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C–H	Yilmaz, 2017)
	2930	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	, Yilmaz, 2017)
	3380,400	Stretching O-H	(Salama et al.,
		dan Bending	2021)
		molekul H <sub>2</sub> O	,
TiO <sub>2</sub> /	462,940	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al.,
$SMG_{10} NH$			2018)
	805,320	Ti-O-Ti	(Khan et al.,
			2021)
	949,980	Stretching Si-OH	(Mukherjee et
		-	al., 2019)
	1085,970	Stretching Si-O-	(Mukherjee et
		Si	al., 2019)
	1629,920	Bending Ti-OH	(J. Wei et al.,
			2018)
	2856,700	Symmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)
	2929,030	Asymmetric	(Mermer &
		Stretching C-H	Yilmaz, 2017)

Jenis	Bilangan	Jenis Vibrasi	Referensi
Spektra	Gelombang		
	3377,500	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)
TiO2/ SMG20 NH	463,900	Vibrasi Ti-O	(Listanti et al., 2018)
	805,320	Ti-O-Ti	(Khan et al., 2021)
	951,910	Stretching Si–OH	(Mukherjee et al., 2019)
	1086,930	Stretching Si–O– Si	(Mukherjee et al., 2019)
	1629,920	Bending Ti-OH	(J. Wei et al., 2018)
	2857,660	symmetric stretching C–H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	2930	Asymmetric Stretching C-H	(Mermer & Yilmaz, 2017)
	3396,790	Stretching O-H dan Bending molekul H₂O	(Salama et al., 2021)

Impregnasi TiO<sub>2</sub> dalam Silika Mesopori menunjukkan adanya beberapa perbedaan yang cukup signifikan antara sampel Silika Mesopori dengan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori. Dalam sampel Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori terdapat sebuah pita penyerapan luas di wilayah hidroksil (-OH) pada bilangan gelombang 3369,790-3454,660 cm<sup>-1</sup> (h). Pita ini dikaitkan dengan peregangan getaran kelompok Si-O-H dan puncak pada bilangan gelombang 1627,990-1633,780 cm<sup>-1</sup> (e) dikaitkan dengan vibrasi lentur molekul air vang teradsorpsi pada permukaan silika. Puncak kecil pada 1050 cm<sup>-1</sup> dan 800 cm<sup>-1</sup> berhubungan dengan vibrasi tekuk dan regangan simetris dan asimetris dari hubungan Si-O-Si (c).Ξ Puncak pada bilangan gelombang 949,020-963,480 cm<sup>-1</sup> (d) disebabkan oleh vibrasi regangan simetris dari gugus Si-OH. Puncak intensitas rendah pada 2020 cm<sup>-1</sup> dan 1879 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi lentur terkait dengan molekul air yang teradsorpsi pada permukaan struktur silika.

Pada sampel TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori terdapat adanya bending Ti-OH yaitu pada bilangan gelombang 1627,990-1633,780 cm<sup>-1</sup> (e). Dalam sampel TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori puncak sekitar kisaran 803,390-806,280 cm<sup>-1</sup> (c) dikaitkan dengan ikatan Ti-O-Ti. Serapan karakteristik metilena (-CH<sub>2</sub>) muncul pada daerah bilangan gelombang 2925,170-2930 cm<sup>-1</sup> (g) dan pada daerah bilangan gelombang 2854,770-2858,630 cm<sup>-1</sup> (f) dengan jenis vibrasi masing-masing yaitu vibrasi ulur asimetris dan vibrasi ulur simetris untuk ikatan C–H. Ikatan C–H yang dikarakterisasi sebagai ikatan metilena (-CH<sub>2</sub>) pada serapan inframerah diperkirakan berasal dari surfaktan CTAB yang komponen utamanya tersusun atas rantai karbon panjang, dimana setil merupakan hidrokarbon C16 yang kaya akan ikatan -CH<sub>2</sub>.

Spektrum pada Silika Mesopori dan  $TiO_2/Silika$  Mesopori menunjukkan pita serapan yang cukup tajam pada bilangan gelombang 1058,970 cm<sup>-1</sup> hingga 1086,930 cm<sup>-1</sup> (d) yang menunjukkan karakteristik peregangan Si-O-Si. Ikatan ini adalah bagian dari silikat polimer yang dibentuk dalam perlakuan hidrotermal.

Pita serapan di bawah 1000 cm<sup>-1</sup> dikaitkan dengan mode vibrasi dari ion-ion logam. Dalam buku ini, dapat dilihat bahwa intensitas pita serapan pada rentang bilangan gelombang 700-800 cm<sup>-1</sup>. Jenis vibrasi dari masing-masing bilangan gelombag Silika Mesopori, TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori, dan TiO<sub>2</sub> dapat dilihat lebih lanjut pada tabel 9.4. pita-pita serapan ini menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori telah berhasil disintesis. Dari hasil diagram FTIR dan penjelasan di atas, maka dapat disimpulkan bahwa sampel yang dibuat baik dengan metode sol-gel maupun sol-gel hidrotermal memiliki gugus fungsi yang sama persis atau dapat dikatakan bahwa tidak terdapat perbedaan dari hasil FTIR dengan kedua metode sintesis.

# D. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) berfungsi untuk melihat morfologi, distribusi, dan bentuk partikel dari serbuk Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori. Gambar 9.3 menunjukkan hasil dari karakterisasi SEM dan histogram distribusi ukuran partikel Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori yang diperoleh dari hasil analisis SEM. Berdasarkan Gambar 9.3

, pola morfologi permukaan dari Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika mesopori adalah bentuk partikel bulat dengan terdapat aglomerasi atau penggumpalan dengan partikel-partikel tetangganya akibat gaya antar permukaan yang tinggi. Hal ini menyebabkan energi pada permukaan nanopartikel tinggi yang membuat nanopartikel tidak stabil, sehingga partikel satu dengan partikel yang lainnya akan berikatan satu dengan yang lainnya untuk membuat stabil kembali. Ikatan antar partikel tersebut yang menyebabkan terjadinya aglomerasi (Kiswanto, 2020). Ukuran rata-rata partikel vang terbentuk adalah 0,105 µm hingga 0,192 µm. Dari perhitungan histogram dan juga citra SEM didapatkan hasil bahwa ukuran partikel terbesar dimiliki oleh Silika Mesopori dengan gelatin 10% yang dibuat tanpa hidrotermal (SMG10 NH) dan ukuran partikel terkecil yaitu terdapat pada TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori dengan gelatin 10% yang dibuat hidrotermal (TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H). Hal ini dikarenakan partikel TiO<sub>2</sub> vang diimpregnasikan ke dalam Silika Mesopori mengalami gava tarik antar atom dan membentuk ukuran partikel vang semakin kecil (Suprivanto et al., 2014).

Besarnya ukuran partikel pada Silika Mesopori dikarenakan adanya proses aglomerasi partikel. Proses ini terjadi karena menggunakan temperatur yang tinggi pada proses kalsinasi yaitu sebesar 550°C dengan waktu penahanan selama 5 jam sehingga menyebabkan meningkatnya energi yang digunakan untuk menghilangkan kandungan volatile dan menjadikan partikel padatan akan saling berinteraksi atau menggumpal antara satu partikel dengan partikel lain. Semakin tinggi suhu kalsinasi yang digunakan akan memberikan energi yang lebih banyak kepada sistem. Ketika temperatur dinaikkan, sisa-sisa kandungan –OH ataupun –OR menguap, sehingga pori-pori yang sebelumnya terisi menjadi kosong. Hal ini dapat dikonfirmasikan pada hasil FTIR pada Gambar 9.3 di mana pada Silika Mesopori tidak terdapat pita serapan yang cukup tajam pada rentang bilangan gelombang 3300-3500 cm<sup>-1</sup> Sedangkan pada TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori terdapat pita serapan yang menandakan adanya stretching –OH sehingga masih terdapat gugus OH dari silanol atau air yang teradsorpsi. Adanya pori-pori kosong tersebut memberikan peluang yang besar untuk membentuk aglomerasi partikel dari sampel (Becker et al., 2015).

Semakin bertambahnya massa gelatin yang ditambahkan pada Silika Mesopori, maka semakin kecil ukuran partikelnya meskipun pada penambahan gelatin 20% mengalami sedikit penurunan ukuran partikel. Hal ini terjadi karena ketika penambahan 20% gelatin atau bahkan dengan 100% gelatin saja akan menyebabkan aglomerasi antar partikel tetangganya sehingga ukuran partikel membesar kembali karena adanya penggabungan antar partikel tetangganya (Supriyanto et al., 2014). Hal ini berkorelasi positif dengan luas permukaan pada pengujian BET di mana sampel TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H memiliki luas permukaan yang lebih besar dari pada TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> H yaitu sebesar 799,895 m<sup>2</sup>/g dengan luas permukaan mikro 0,005 m<sup>2</sup>/g. Dari gambar hasil karakterisasi SEM juga terlihat bahwa berkurangnya ukuran partikel ini sebanding dengan meningkatnya ukuran pori pada sampel.

Berkaitan dengan ukuran kristal yang diperoleh dari analisis SEM, luas permukaan yang tinggi disebabkan kristal yang dihasilkan relatif kecil sebagai pengaruh konsentrasi gelatin untuk mengontrol ukuran agregat karbon setelah reaksi hidrotermal dan pirolisis. Gambar 9.4 menunjukkan distribusi ukuran pori Silika Mesopori pada variasi konsentrasi gelatin. Ukuran partikel berkurang pada konsentrasi gelatin sampai 10% namun menjadi naik kembali setelah penambahan gelatin 20% (Ulfa et al., 2020a).

Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori ini merupakan sampel yang dikategorikan ke dalam bulk. Dalam skala bulk, ukuran partikel tidak identik dengan ukuran kristal. Kristal adalah bagian dari grain, sedangkan grain adalah bagian dari partikel sehingga ukuran kristal < butiran (grain) < partikel (Batang & Sagu, 2013). Oleh karena itu, ukuran kristal dari Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori tidak sama dan memiliki selisih yang jauh dengan ukuran partikelnya. Menurut data XRD, ukuran kristal sampel Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori adalah berukuran nano yaitu bekisar 0.479 nm hingga 0.608 nm. Sedangkan ukuran partikel dari Silika Mesopori hasil dari SEM yaitu berukuran mikro bekisar 0.094 µm hingga 0.192 µm.

Buku ini tidak diperjualbelikar





#### Gambar 9.4 Hasil Karakterisasi SEM 50.000x dan Histogramnya (a) SMG<sub>10</sub>NH (b) SMG<sub>10</sub> H (c) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> NH (d) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub>H (e) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H (f) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> H (g) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H (h) TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> H

Tabel 9.5 Ukuran Rat	ta-Rata Diameter	Partikel dan Standar
Deviasi Silika M	esopori dan TiO <sub>2</sub>	/Silika Mesopori

%	Ukuran Rata-Rata	Standar
Gelatin	<b>Diameter Partikel</b>	Deviasi
10%	0,192 µm	0,042 µm
10%	0,167 µm	0,027 µm
10%	0,127 µm	0,017 µm
1%	0,111 µm	0,012 µm
10%	0,094 µm	0,013 µm
20%	0,105 µm	0,013 µm
100%	0,119 µm	0,015 µm
0%	0,113 µm	0,014 µm
	%   Gelatin   10%   10%   10%   10%   10%   10%   10%   0%	% Ukuran Rata-Rata   Gelatin Diameter Partikel   10% 0,192 μm   10% 0,167 μm   10% 0,127 μm   10% 0,111 μm   10% 0,094 μm   20% 0,105 μm   100% 0,113 μm

Penambahan gelatin mempengaruhi pembentukan morfologi silika. Gelatin dapat mengaktifkan proses kondensasi prekursor silika melalui ikatan hidrogen atau interaksi elektrostatik dari gugus -NH<sub>3</sub><sup>+</sup> atau COO<sup>-</sup> pada rantai peptida dengan spesies silanol. Gelatin juga berperan dalam pertumbuhan inti silika hingga agregasi partikel silika yang merupakan proses agregasi berantai berperan penting dalam pembentukan morfologi material mesopori. (Ulfa & Apriliani, 2020). Transformasi antara struktur yang tidak seragam menjadi mikrosfer setelah penambahan 10% gelatin. Hal ini menunjukkan peran signifikan gelatin untuk mengarahkan pembentukan struktur mikrosfer. Analisis SEM membuktikan bahwa keberadaan gelatin dalam campuran reaksi memainkan peran penting dalam mengarahkan pembentukan mikrosfer dan juga bertanggung jawab untuk mengontrol diameter mikrosfer.

Analisis mikrosfer sampel yang disintesis menunjukkan bahwa intensitas gugus fungsi hidroksil meningkat secara signifikan dengan konsentrasi gelatin. Kehadiran hidroksil permukaan mencerminkan jumlah terminal karbon yang terikat pada atom oksigen yang mungkin disebabkan oleh pembentukan cacat permukaan. Peningkatan spesies hidroksil permukaan dalam mikrosfer karbon ketika meningkatkan jumlah gelatin menunjukkan efek gelatin dalam berkontribusi terhadap cacat permukaan dan juga meningkatkan fungsionalitas karbon.

Hasil SEM menunjukkan bahwa penambahan gelatin dapat memperkecil ukuran partikel dan ukuran partikel menurun seiring dengan bertambahnya massa gelatin yang ditambahkan. semakin tinggi konsentrasi gelatin yang digunakan maka akan didapatkan partikel yang tersebar dan sangat kristalin. Ukuran kristal dan ukuran partikel Silika Mesopori menurun dengan seiring meningkatnya konsentrasi gelatin (Wardani et al., 2015). Semakin besar konsentrasi gelatin dapat membuat material lebih berpori, karena dapat membentuk misel surfaktan lebih banyak dan misel dapat mencetak pori lebih banyak sehingga meningkatkan luas permukaan dan volume total porinya.

Gelatin dapat berfungsi sebagai agen pengarah struktur yang menghasilkan struktur silika dengan pori-pori yang mencakup kisaran 3-12 nm tergantung pada konsentrasi gelatin. Peningkatan konsentrasi gelatin menghasilkan ukuran pori yang lebih besar dan distribusi ukuran pori yang lebih luas. Ketergantungan ini juga diamati untuk luas permukaan dan volume pori tetapi hanya pada konsentrasi gelatin yang rendah (<10% berat). Luas permukaan dan volume pori cenderung menurun dengan meningkatnya konsentrasi gelatin pada konsentrasi gelatin tinggi (>10% berat). Peningkatan konsentrasi gelatin menghasilkan tidak hanya ukuran pori yang lebih besar tetapi juga distribusi ukuran pori yang lebih luas. Efek ini juga diamati untuk luas permukaan dan volume pori, tetapi hanya pada konsentrasi gelatin yang rendah. Pada konsentrasi gelatin yang tinggi, luas permukaan dan volume pori keduanya cenderung menurun dengan meningkatnya konsentrasi gelatin (Editorial, 2009).

Pada konsentrasi gelatin rendah, terdapat efek sinergis antara gelatin dan silika dimana silika bermuatan negatif menginduksi agregasi gelatin bermuatan positif membentuk jaringan gel yang mengarahkan pertumbuhan partikel. Dengan demikian, gelatin terperangkap di antara jaringan silika dan berperan sebagai cetakan, meninggalkan pori-pori setelah ekstraksi (Nuryanto et al., 2020).

Pada Gambar 9.4, menunjukan bahwa sebagian  $TiO_2$  telah terimpregnasi pada permukaan Silika Mesopori meskipun tidak merata. Ketidakmerataan ini terjadi karena proses pengadukan yang kurang lama dan hilangnya sebagian  $TiO_2$  ketika proses penyaringan sehingga untuk mencegah hal serupa terjadi kembali maka perlu

penambahan lamanya waktu pengadukan dan pemilihan kertas saring yang lebih kecil ukuran porinya. Adanya logam Ti yang menempel pada permukaan partikel Silika Mesopori dapat dilihat dari banyaknya butiran yang berwarna putih. Sedangkan untuk Silika Mesopori sendiri ditunjukan pada gambar yang berbentuk bulat dan merupakan morfologi dari senyawa Silika Mesopori. Fakta ini dapat membuktikan terjadinya interaksi antar muka atau ikatan hidrogen telah terbentuk antara gugus hidroksil Silika Mesopori dengan gugus Ti-OH dari TTiP di dalam pelarut n-heksana.

Dibandingkan dengan partikel yang disintesis melalui proses sol-gel, partikel hidrotermal memiliki aglomerasi yang rendah dan morfologi yang teratur (Hou et al., 2006). Adapun morfologi kristal tidak beraturan dapat disebabkan karena proses nukleasi yang terjadi bersifat heterogen akibat keberadaan senyawa lain (impurities) yang juga menyebabkan komposisi dari produk menjadi heterogen (Hasri et al., 2020). Preparasi sol-gel menghasilkan aglomerat (100-200 nm), sedangkan preparasi sol-gel-hidrotermal menghasilkan partikel yang jauh lebih kecil dan terkristalisasi dengan baik (50-60 nm) (Yu et al., 2009).

# E. Energy Dispersive X-Ray (EDX)

Analisis EDX bertujuan untuk mengetahui komposisi dari unsur-unsur yang terdapat pada sampel Silika Mesopori dan  $TiO_2/Silika$  Mesopori. Selain itu, hasil analisis EDX juga dapat menunjukkan apakah  $TiO_2$  telah berhasil di impregnasi ke dalam Silika Mesopori. Hasil analisis EDX dapat dilihat pada Tabel 9.6.

Dari Tabel 9.6 dapat dilihat bahwa masing-masing fotokatalis memiliki persentase kandungan unsur O tertinggi yaitu lebih dari 40% kecuali pada sampel SMG<sub>10</sub> H yang hanya memiliki kandungan unsur O sebanyak 25,150%. Pada fotokatalis Silika Mesopori yang telah terimpregnasi TiO<sub>2</sub> teridentifikasi adanya kandungan Ti di dalamnya sehingga proses impregnasi Ti ke dalam Silika Mesopori telah berhasil dilakukan.

Partikel dari Silika Mesopori dan TiO <sub>2</sub> /Silika Mesopori							
Fotokatalis	Diameter,	Analisis Komposisi Unsur					
	μm	C, %	0, %	Si, %	Ti, %		
SMG <sub>10</sub> NH	0,192 µm	8,460	45,990	45,550	-		
SMG <sub>10</sub> H	0,167 µm	2,160	25,150	72,690	-		
$TiO_2/SMG_{10}$	0,127 µm	9,060	53,480	37,040	0,420		
NH							
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H	0,111 µm	43,920	46,050	9,520	0,510		
$TiO_2/SMG_{10}$	0,094 µm	8,140	51,070	40,470	0,320		
Н							
$TiO_2/SMG_{20}$	0,105 µm	19,520	53,710	26,520	0,250		
Н							
$TiO_2/SMG_{100}$	0,119 µm	7,010	52,790	39,850	0,340		
Н							
$TiO_2/SMC_{100}$	0,113 µm	-	52,030	47,720	0,250		
Н							
$TiO_2$ *	0,050-	-	42,770	-	57,230		
	0,250 µm						

Tabel 9.6 Analisis Komposisi Unsur dan Rata-Rata Diameter Partikel dari Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori

Sumber: \* Li et al (2020)

Besarnya % massa Ti yang diembankan dalam Silika Mesopori adalah 1%, akan tetapi kandungan Ti pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori berbeda dengan presentasi Ti yang diembankan yaitu hanya sebesar 0,250%-0,510%. Perbedaan presentase Ti yang diembankan dengan yang terdeteksi oleh instrumen EDX ini diasumsikan karena sebagian logam Ti masuk ke dalam pori-pori Silika Mesopori. Selain itu, penyebab lain dari ketidaksesuaian Ti yang diembankan ialah karena hilangnya logam Ti ketika proses penyaringan berlangsung.

Logam Ti yang diembankan pada Silika Mesopori menyebabkan presentase C meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa dengan pengembanan TiO<sub>2</sub> pada Silika Mesopori dapat meningkatkan jumlah dekomposisi senyawa organik dari prekursor Silika Mesopori. Besarnya presentase C disebabkan karena gas-gas dalam bentuk karbonat dan hidroksida belum sepenuhnya menghilang dari permukaan fotokatalis. Hal ini dapat pula dikonfirmasi oleh hasil FTIR pada Gambar 9.4 di mana muncul pita serapan pada bilangan gelombang di atas 3000 cm<sup>-1</sup> yang berasal dari ikatan hidrokarbon yang menunjukkan bahwa fotokatalis belum terkarbonisasi secara sempurna. Pengembanan TiO<sub>2</sub> pada Silika Mesopori dapat mempengaruhi komposisi sampel dan memberikan morfologi struktur yang berbeda pula dari sampel TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori.

Buku ini tidak diperjualbelikan.

# BAB X APLIKASI FOTOKATALIS SILIKA MESOPORI, SILIKA MESOPORI, DAN TIO<sub>2</sub>

Uji pengaruh besarnya persentase massa gelatin yang ditambahkan pada Silika Mesopori sebagai fotokatalis memiliki tujuan untuk menentukan fotokatalis yang paling efektif dalam menghasilkan radikal •OH dalam proses degradasi methylene blue. Gambar 9.4 dalam buku ini menjelaskan tentang lamanya penyinaran dalam proses fotodegradasi. Gambar ini menggambakan pengaruh durasi interaksi (kontak) antara fotokatalis dan sinar (hv) terhadap pembentukan radikal •OH, serta kontak antara radikal •OH dengan substrat methylene blue dalam proses degradasi.

Pada kondisi gelap atau ketika fotokatalis tidak dikenai sinar (0 menit waktu penyinaran), nilai degradasi methylene blue yang terjadi sangat rendah. Hal ini dapat dijelaskan karena pada kondisi ini tidak ada sumber sinar yang dapat memberikan energi foton yang diperlukan untuk menghasilkan radikal •OH. Oleh karena itu, interaksi antara fotokatalis dan methylene blue hanya sebatas penyerapan pada permukaan fotokatalis, dan proses degradasi tidak berjalan secara optimal.

Penyebab lain dari hasil rendah pada kondisi gelap adalah kurangnya energi foton yang bisa mendorong eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dalam fotokatalis, sehingga tidak ada radikal •OH yang terbentuk. Kondisi ini mengindikasikan bahwa pembentukan radikal •OH yang efektif memerlukan energi foton sebagai pendorong reaksi tersebut.

Namun, ketika fotokatalis dikenai sinar (penyinaran), terjadi peningkatan dalam efisiensi degradasi. Hasil pengujian

menunjukkan bahwa fotokatalis TiO2/Silika Mesopori memiliki nilai efisiensi degradasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan kondisi gelap. Hal ini menunjukkan bahwa sinar (hv) berperan penting dalam menghasilkan energi foton yang cukup untuk mengaktifkan fotokatalis, membentuk radikal •OH, dan kemudian memicu proses degradasi methylene blue.

Fotokatalis	Efisiensi Degradasi (%)
SMG <sub>1</sub> NH	69,631
SMG10 NH	73,031
SMG <sub>20</sub> NH	71,218
SMC <sub>100</sub> NH	66,572
$SMG_1 H$	78,356
SMG <sub>10</sub> H	79,376
SMG <sub>20</sub> H	78,696
SMG100 H	40,169
SMC <sub>100</sub> H	76,091
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> NH	80,623
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>10</sub> NH	82,889
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> NH	82,436
TiO <sub>2</sub> /SMC <sub>100</sub> NH	79,603
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>1</sub> H	89,575
$TiO_2/SMG_{10}H$	95,807
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>20</sub> H	91,274
TiO <sub>2</sub> /SMG <sub>100</sub> H	83,229
$TiO_2/SMC_{100}H$	88,215
TiO <sub>2</sub>	20,793

Tabel 10.1 Nilai efisiensi degradasi methylene blue oleh fotokatalis Silika Mesopori, TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori, dan TiO<sub>2</sub> pada menit ke-90 waktu penvinaran

TiO2/SMG1H89,575TiO2/SMG10H95,807TiO2/SMG20H91,274TiO2/SMG100H83,229TiO2/SMC100H88,215TiO220,793 blue meningkat seiring dengan peningkatan lamanya penyinaran sinar UV. Dapat diamati bahwa pada rentang waktu penyinaran antara 10 hingga 40 menit, terjadi peningkatan degradasi yang cukup signifikan. Namun, setelah waktu penyinaran mencapai 40 menit hingga 90 menit, tingkat degradasi tampaknya cenderung stabil atau konstan.

Penjelasan dari fenomena ini adalah bahwa semakin lama waktu penyinaran, warna larutan methylene blue menjadi semakin pudar. Akibatnya, sinar UV memiliki kemampuan yang lebih baik untuk menembus larutan dan mencapai fotokatalis. Oleh karena itu, pada rentang waktu penyinaran awal (10-40 menit), reaksi degradasi methylene blue berjalan lebih efisien karena fotokatalis menerima lebih banyak energi foton dari sinar UV.

Selain peran fotokatalisis, juga terjadi proses adsorpsi dalam kondisi gelap sebelum penyinaran. Proses adsorpsi dalam gelap dilakukan selama 30 menit sebelum dimulainya penyinaran. Tujuan dari proses ini adalah untuk mencapai kesetimbangan dalam penyerapan methylene blue oleh permukaan Silika Mesopori, sehingga saat proses penyinaran dimulai, sejumlah molekul methylene blue telah terperangkap pada permukaan fotokatalis. Hal ini mempermudah jalannya cahaya UV menuju hole pada fotokatalis, sehingga proses degradasi methylene blue menjadi lebih efisien.

Dengan bertambahnva waktu penvinaran. fotokatalis TiO2/Silika Mesopori menyerap semakin banyak energi foton dari sinar UV. Hal ini memungkinkan fotokatalis untuk lebih efektif mendegradasi molekul methylene blue. Perubahan dalam konsentrasi methylene blue pada 0 menit waktu penyinaran menunjukkan bahwa proses adsorpsi dalam gelap telah berjalan dengan baik, dan pada akhirnya, dengan peningkatan waktu penyinaran, energi foton yang diserap oleh fotokatalis semakin meningkat, yang berdampak pada peningkatan efisiensi degradasi methylene blue.



ambar 10.1 Pengaruh waktu penyinaran terhadap efisiensi degradasi *methylene blue* 

Berdasarkan tabel 10.1, peningkatan degradasi pada TiO<sub>2</sub>/ SMG<sub>10</sub> H mencapai hingga 95,807% sedangkan pada TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> H hanya 89,575% selama 90 menit. Hal tersebut menunjukan bahwa besarnya penambahan massa gelatin yang ditambahkan pada Silika Mesopori dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik di daerah sinar UV. Dari gambar 10.1 terlihat bahwa dengan semakin besar penambahan massa gelatin yang ditambahkan dalam Silika Mesopori maka dilihat dari grafik efisiensi nilai degradasinya pun semakin naik. Hal ini selaras dengan hasil uji SEM dimana semakin besar ukuran partikel akan memperkecil luas permukaan mesopori TiO<sub>2</sub>/Silika dari Silika Mesopori dan Mesopori sehingga memperkecil interaksi antara Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori dengan partikel polutan methylene blue.

Pada fotokatalis Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub> terdapat perbedaan yang cukup tajam dari fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori. Berdasarkan Gambar 10.1 terlihat bahwa dari semua fotokatalis, penyerapan tertinggi terjadi pada TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H. Pernyataan ini didukung dengan tingginya luas permukaan BET yaitu sebesar 799,895 m<sup>2</sup>/g dan kecilnya ukuran kristal (0.479 nm) fotokatalis TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H dibanding sampel lain sehingga menyebabkan tingginya adsorpsi permukaan pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H. Fotokatalis Silika Mesopori dan TiO<sub>2</sub> memiliki efisiensi degradasi yang jauh lebih rendah jika dibandingkan dengan fotokatalis TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori. Hal ini terjadi karena pada Silika Mesopori tidak memiliki pita valensi maupun pita konduksi sehingga nilai efisiensi degradasi pada 0 menit dengan 90 menit tidak jauh berbeda. Nilai efisiensi degradasi yang tidak jauh berbeda ini dapat dilihat lebih jelas pada spektra UV-Vis Silika Mesopori Gambar 10.1 dimana puncak absorbansi tertinggi dari larutan *methylene blue* per menitnya tidak jauh berbeda bahkan setelah menit ke-20, nilai absorbansi menjadi lebih besar dengan arti lain konsentrasi *methylene blue* blue

Pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>, terjadi kenaikan nilai efisiensi degradasi yang cukup tinggi di menit ke-50 hingga 90 tetapi besarnya presentasi efisiensi degradasi methylene blue-nya tidak sebesar TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori dan Silika Mesopori. Hal ini berkaitan dengan nilai band gap TiO<sub>2</sub> yang lebih tinggi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> yang telah terimpregnasi ke dalam Silika Mesopori. Semakin kecil nilai dari band gap, maka semakin mudah pula fotokatalis menyerap foton dengan tingkat energi yang lebih kecil (Y. D. Lestari et al., 2015) atau dengan kata lain, semakin kecil nilai band gap maka semakin tinggi nilai persentase efisiensi degradasi *methylene blue*nya. Oleh karena itu, dari hasil adsorpsi-fotodegradasi yang telah dilakukan menunjukkan bahwa nilai efisiensi degradasi dari TiO<sub>2</sub> lebih rendah jika dibandingkan dengan fotokatalis lain yaitu sebesar 20,793% pada menit ke-90.

Mekanisme reaksi dari degradasi *methylene blue* pada fotokatalis  $TiO_2$  dan  $TiO_2/Silika$  Mesopori pada penyinaran cahaya UV dapat dituliskan seperti berikut ini:

$TiO_2 + hv \rightarrow TiO_2 (e - + h^+)$	(1)
$OH^{-} + h^{+} \rightarrow OH$	(2)
$H_2O + h^+ \rightarrow OH + H^+$	(3)
$OH + Methylene \ blue \rightarrow CO_2 + H_2O$	(4)
Methylene blue + $e^- \rightarrow CO_2 + H_2O$	(5)

Ketika fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori menyerap foton dengan energi yang sama atau lebih besar daripada lebar energi celah pita  $TiO_2$ , maka elektron dalam  $TiO_2$  akan bereksitasi dari pita valensi menuju pita konduksi. Kemudian, dihasilkan pula pasangan lubang elektron (hole electron). Dimana e<sup>-</sup> dan h<sup>+</sup> masingmasing adalah elektron pada pita konduksi (e<sup>-</sup>) dan kekosongan elektron pada pita valensi (h<sup>+</sup>). Kedua entitas ini dapat bermigrasi ke permukaan TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori dan akan masuk dalam reaksi redoks dengan polutan organic dalam hal ini adalah methylene blue yang ada dipermukaan. Hole electron akan bereaksi dengan HO atau OH<sup>-</sup> menghasilkan radikal hidroksil (•OH, radikal ini merupakan agen oksida yang sangat kuat dan pengoksidasi utama dalam proses oksidasi fotokatalitik methylene blue menjadi karbon dioksida, air, dan produk-produk termineralisasi lainnya. Sedangkan elektron (e<sup>-</sup>) akan bereaksi dengan methylene blue menghasilkan produk hasil reduksi juga vaitu CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O (Wahyu & Dini, 2014).

Berdasarkan Gambar 10.2 dapat dilihat hasil adsorpsifotodegradasi masing-masing fotokatalis yang dituangkan dalam botol vial bening. Hasil tersebut urut dari kiri ke kanan merupakan hasil degradasi dari menit ke-0 hingga menit ke-90. Dapat dilihat dari masing-masing sampel bahwa semakin ke kanan warna biru akan semakin memudar, sehingga dengan bertambahkan waktu penyinaran maka zat *methylene blue* yang didegradasi akan semakin banyak. Kemudian dari gambar 10.2 terlihat pula bahwa warna larutan paling pekat ialah pada pemakaian fotokatalis TiO<sub>2</sub>, lalu ketika TiO<sub>2</sub> diimpregnasikan e dalam Silika Mesopori terlihat bahwa warna larutan hasil degradasi tidak sepekat pada penggunaan fotokatalis TiO<sub>2</sub> yang berarti efisiensi degradasi larutan methylene *blue* menggunakan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori lebih besar daripada TiO<sub>2</sub>. Hal ini sesuai dengan hasil perhitungan efisiensi degradasi (%) yang dituangkan dalam grafik pada Gambar 10.1 dimana TiO<sub>2</sub> memiliki nilai efisiensi terendah dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>/Silika Mesopori dan Silika Mesopori.

Terlihat pada Gambar 10.2 bahwa larutan dengan warna biru paling muda (paling pudar) adalah pada larutan *methylene blue* dengan  $TiO_2/SMG_{10}$  H sebagai fotokatalisnya. Hal ini sesuai dengan grafik hasil perhitungan efisiensi degradasi vs lamanya waktu penyinaran pada gambar 10.1 yang mana persentase efisiensi

degradasi TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H adalah 95,807% pada menit ke-90. Berdasarkan gambar 10.2 dapat disimpulkan bahwa penambahan massa gelatin dapat meningkatkan nilai efisiensi degradasi *methylene blue*.



3uku ini tidak diperjualbelik



Buku ini tidak diperjualbelikan.



Buku ini tidak diperjualbelikan.



Gambar 10.2 Perbedaan warna ketika fotodegradasi langsung dari menit 0 (kiri) sampai menit 90 (kanan) pada sampel (a) TiO<sub>2</sub> (b) SMC<sub>100</sub> NH (c) SMG<sub>1</sub> NH (d) SMG<sub>10</sub> NH (e) SMG<sub>20</sub> NH (f) SMG<sub>100</sub> H (g) SMC<sub>100</sub> H (h) SMG<sub>1</sub> H (i) SMG<sub>10</sub> H (j) SMG<sub>20</sub> H (k) TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> NH (l) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> NH (m) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> NH (n) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> NH (o) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H (p) TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> H (q) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> H (r) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H (s) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> H

Faktor-faktor yang memengaruhi efisiensi degradasi methylene blue menggunakan fotokatalis TiO2/Silika Mesopori telah dijelaskan. Penambahan gelatin pada Silika Mesopori memiliki dampak positif terhadap efisiensi fotokatalitik, terutama karena peranannya dalam mereduksi ukuran kristal. Semakin kecil ukuran kristal yang dihasilkan, semakin banyak pori yang terbentuk, yang pada gilirannya meningkatkan jumlah dye (methylene blue) yang dapat terserap. Ini akan menghasilkan penyerapan lebih banyak foton, yang mempercepat proses transfer elektron dalam reaksi fotokatalisis.

Pada Gambar 10.2, terlihat bahwa sampel TiO2/Silika Mesopori menunjukkan penyerapan yang paling baik, dengan penurunan absorbansi secara gradual seiring bertambahnya waktu penyinaran dengan lampu UV. Hal ini mengindikasikan bahwa fotokatalis TiO2/Silika Mesopori mampu secara efektif mendegradasi methylene blue seiring dengan bertambahnya waktu penyinaran.

Dalam analisis spektrofotometer UV-Vis, perubahan absorbansi pada berbagai panjang gelombang dapat memberikan informasi tentang perubahan struktur molekul dan transisi elektronik. Penurunan absorbansi pada panjang gelombang tertentu dapat mengindikasikan terjadinya reaksi fotokatalisis yang menghasilkan produk degradasi yang lebih sederhana. Namun, penting untuk dicatat bahwa efisiensi fotokatalisis tidak selalu naik secara linear seiring dengan peningkatan waktu penyinaran atau konsentrasi fotokatalis. Setelah mencapai nilai maksimum, efisiensi degradasi mungkin akan mengalami penurunan karena reaksi fotokatalisis telah mencapai kesetimbangan atau karena adanya reaksi samping yang mengurangi efisiensi reaksi utama.

Penambahan gelatin pada Silika Mesopori dan penggunaan TiO2 sebagai fotokatalis memberikan hasil yang menggembirakan dalam meningkatkan efisiensi degradasi methylene blue melalui reaksi fotokatalisis.







Gambar 10.3 Spektra UV-Vis larutan methylene blue yang didegradasi oleh fotokatalis (a) TiO<sub>2</sub> (b) SMG<sub>1</sub> H (c) SMG<sub>10</sub> H (d) SMG<sub>20</sub> H (e) SMG<sub>100</sub> H (f) SMC<sub>100</sub> H (g) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>1</sub> H (h) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>10</sub> H (i) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>20</sub> H (j) TiO<sub>2</sub>/SMG<sub>100</sub> H (k) TiO<sub>2</sub>/SMC<sub>100</sub> H

Berdasarkan Gambar 10.3 terlihat bahwa panjang gelombang serapan maksimum larutan *methylene blue* rata-rata terdapat pada panjang gelombang 664-665 nm, hal ini sesuai dengan hasil pengukuran panjang selombang serapan maksimum *methylene blue* yang dilakukan oleh Huda et al. (2018) yaitu sebesar 665 nm dan yang dilakukan oleh (H. Chang et al., 2004) sebesar 664 nm. Pergeseran panjang gelombang maksimum menuju panjang gelombang yang lebih rendah ini dikarenakan perbedaan besarnya absorbansi maksimum dari masing-masing larutan *methylene blue*. Semakin besar nilai absorbansi maksimumnya maka panjang gelombang larutan methylene blue-nya akan semakin pendek (Rahmalia et al., 2014).
Buku ini telah menguraikan dengan rinci tentang penggunaan Silika Mesopori Gelatin-CTAB dalam pengembangan fotokatalis Titania, sebuah topik yang memiliki dampak besar dalam peningkatan teknologi fotokatalisis untuk menjawab tantangan lingkungan dan energi di masa depan. Dalam eksplorasi ini, kita telah belajar bahwa Silika Mesopori Gelatin-CTAB bukan hanya pendukung material fotokatalitik Titania, tetapi juga kunci dalam meningkatkan efisiensi, daya tahan, dan kinerja secara keseluruhan.

Melalui metode sintesis dan karakterisasi yang telah diuraikan, eksperimen yang dibahas dalam buku ini membuka jalan bagi pengembangan teknologi fotokatalisis yang lebih canggih dan efektif. Dengan pemahaman yang lebih dalam tentang peran krusial Silika Mesopori Gelatin-CTAB dalam memaksimalkan potensi Titania, kita memasuki era penelitian yang menjanjikan dalam upaya memecahkan tantangan global terkait lingkungan dan energi.

Kita semakin mendekati harapan masa depan yang lebih hijau dan berkelanjutan, di mana teknologi fotokatalisis berperan besar dalam membentuk dunia yang lebih bersih dan lebih aman bagi semua makhluk hidup. Dengan demikian, buku ini tidak hanya tentang potensi fotokatalis Titania, tetapi juga membuka pintu untuk penelitian lanjutan dan inovasi yang akan membentuk masa depan yang lebih cerah bagi kita semua.

## Daftar Pustaka

- Aliah, H., & Karlina, Y. (2015). Semikonduktor TiO<sub>2</sub> Sebagai Material Fotokatalis Berulang. *Jurusan FIsika UIN SGD Bandung, IX*(1), 185–203.
- Anwar, D. I., & Mulyadi, D. (2015). Synthesis of Fe-TiO<sub>2</sub> Composite as a Photocatalyst for Degradation of Methylene Blue. *Procedia Chem*, *17*, 49–54.

https://doi.org/10.1016/j.proche.2015.12.131

- Ariapad, A., & Zanjanchi, M. A. (2011). Effect of successive incorporation of tungstophosphoric acid into TiO<sub>2</sub> on the activity of photocatalysts for the degradation of methylene blue. *Superlattices Microstruct*, 49(4), 422–432. https://doi.org/10.1016/j.spmi.2010.12.012
- Astuti, A., & Ningsi, S. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Menggunakan Metode Sonokimia. *Jurnal Ilmu Fisika* | *Universitas Andalas*, 9(1), 26–32. https://doi.org/10.25077/jif.9.1.26-32.2017
- Balaganapathi, T., KaniAmuthan, B., Vinoth, S., & Thilakan, P. (2017). Synthesis, characterization and dye adsorption studies of porous brookite and mixed brookite with rutile TiO<sub>2</sub> using PEG assisted sol-gel synthesis process. *Mater. Res.Bull*, *91*, 114–121. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.03.036
- Basumatary, B., Basumatary, R., Ramchiary, A., & Konwar, D. (2022). Evaluation of Ag@TiO<sub>2</sub>/WO<sub>3</sub> heterojunction photocatalyst for enhanced photocatalytic activity towards methylene blue degradation. *Chemosphere*, *286*(P2), 131848. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131848
- Batang, L., & Sagu, P. (2013). Pengaruh Diameter Kanal Pelet Katalis Zeolit Aktif dan Ni-Zeolit. Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi. 16(1), 33–37.
- Baunsele, A. B., & Missa, H. (2020). Kajian Kinetika Adsorpsi Metilen Biru Menggunakan Adsorben Sabut Kelapa. *Akta Kimia Indonesia*, *5*(2), 76.

https://doi.org/10.12962/j25493736.v5i2.7791

- Becker, F. G., & Cleary, M. (2015). The Sol-Gel Preparation of Silica Gels. *Syria*, 7(1), 37–72. https://www.jstor.org/stable/41857625
- Bekena, F. T., & Kuo, D. H. (2020). 10 nm sized visible light TiO<sub>2</sub> photocatalyst in the presence of MgO for degradation of methylene blue. *Mater Sci Semicond*, *116*(April), 105152. https://doi.org/10.1016/J.Mssp.2020.105152
- Bensaha, R., & Bensouy, H. (2012). Synthesis, Characterization and Properties of Zirconium Oxide (ZrO<sub>2</sub>)-Doped Titanium Oxide (TiO<sub>2</sub>) Thin Films Obtained via Sol-Gel Process. *Heat Treatment - Conventional and Novel Applications*. https://doi.org/10.5772/51155
- Brawijaya, U. (2014). Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-zeolit untuk degradasi metilen biru. *Prog.Chem.*, 7(1), 9–14. https://doi.org/10.35799/cp.7.1.2014.4848
- Buhani, B., Narsito, N., Nuryono, N., & Kunarti, E. S. (2010). Amino And Mercapto-Silica Hybrid For Cd(Ii) Adsorption In Aqueous Solution. *Indones. J. Chem.*, 9(2), 170–176. https://doi.org/10.22146/ijc.21525
- Cahyono, E., Rahmatu, R., Ndobe, S., & Mantung, A. (2018). Ekstraksi dan Karakterisasi Gelatin Tulang Tuna Pada Berbagai Konsentrasi Enzim Papain. *Jurnal Fishtec*, 7(2), 148– 153. https://doi.org/10.36706/fishtech.v7i2.6594
- Cai, J. H., Huang, J. W., Yu, H. C., & Ji, L. N. (2012). Synthesis, characterization, and photocatalytic activity of TiO<sub>2</sub> microspheres functionalized with porphyrin. *Int. J. Photoenergy*, 2012. https://doi.org/10.1155/2012/348292
- Castillo, R. R., De La Torre, L., García-Ochoa, F., Ladero, M., & Vallet-Regí, M. (2020). Production of MCM-41 nanoparticles with control of particle size and structural properties: Optimizing operational conditions during scale-up. *Int. J. Mol. Sci.*, *21*(21), 1–18. https://doi.org/10.3390/ijms21217899
- Chandra, D. E., Hindryawati, N., & Koesnarpadi, S. (2019). Degradasi
   Metilen Biru Dengan Metode Fotokatalitik Berdasarkan
   Variasi Berat Katalis Zeolit-Wo3. *Prosiding Seminar Kimia*,
   *SEMINAR NASIONAL KIMIA 2019*, 127–130.
   http://jurnal.kimia.fmipa.unmul.ac.id/index.php/prosiding/a
   rticle/view/873

- Chang, H. J., Luo, Y. C., Mou, C. Y., & Lin, H. P. (2008). Synthesis of gold nanoparticles containing mesoporous silica by using gelatin as template: CO oxidation reaction. In *Stud. Surf. Sci. Catal.* (Vol. 174, Issue SUPPL. PART A). Elsevier B.V. https://doi.org/10.1016/S0167-2991(08)80201-7
- Chang, H., Su, C., Lo, C. H., Chen, L. C., Tsung, T. T., & Jwo, C. S. (2004). Photodecomposition and surface adsorption of methylene blue on TiO<sub>2</sub> nanofluid prepared by ASNSS. *Mater. Trans.*, 45(12), 3334–3337.

https://doi.org/10.2320/matertrans.45.3334

- Chatzisymeon, E., Foteinis, S., Mantzavinos, D., & Tsoutsos, T. (2013). Life cycle assessment of advanced oxidation processes for olive mill wastewater treatment. J. Clean. Prod., 54, 229– 234. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2013.05.013
- Che Ramli, Z. A., Asim, N., Isahak, W. N. R. W., Emdadi, Z., Ahmad-Ludin, N., Yarmo, M. A., & Sopian, K. (2014). Photocatalytic Degradation of Methylene Blue under UV Light Irradiation on Prepared Carbonaceous. *Sci. World J.*, *2014*(C), 1–8. http://www.hindawi.com/journals/tswj/2014/415136/
- Dan, S., Serta, K. M.-, Gugus, T., Yanti, A., Sari, P., Taba, P., Budi, P., Yanti, A., Sari, P., & Res, J. C. (2015). Synthesis and Characterization of the Mcm-48 and Modified Nh 2. 1999, 249– 253.
- Darmansyah, D., Ginting, S., Ardiana, L., & Saputra, H. (2016). Mesopori MCM-41 sebagai Adsorben: Kajian Kinetika dan Isotherm Adsorpsi Limbah Cair Tapioka. J. Rekayasa Kim. Lingkung., 11(1), 10. https://doi.org/10.23955/rkl.v11i1.4228
- Deraz, N. M. (2018). comparative jurisprudence of catalysts preparation methods: I. precipitation and impregnation methods. *J. Environ. Chem.*, *2*(1), 19–21.
- Dewi, W. P., Haryati, T., Suwardiyanto, S., Sulistiyo, Y. A., & Andarini, N. (2019). Variasi Penambahan CTABr Sebagai Template Terhadap Pembentukan TiO2 Anatase Dari Natrium Titanat Aplikasinya Sebagai Senyawa dan Fotokatalis. Berkala Sainstek. 7(2), 43. https://doi.org/10.19184/bst.v7i2.12857
- Diban, N., Pacuła, A., Kumakiri, I., Barquín, C., Rivero, M. J., Urtiaga, A., & Ortiz, I. (2021). Tio2–zeolite metal composites for photocatalytic degradation of organic pollutants in water.

Catalysts, 11(11). https://doi.org/10.3390/catal11111367

Dotto, J., Fagundes-Klen, M. R., Veit, M. T., Palácio, S. M., & Bergamasco, R. (2019). Performance of different coagulants in the coagulation/flocculation process of textile wastewater. J. *Clean. Prod.*, 208, 656–665.

https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.112

- Dutta, A. (2017). Fourier Transform Infrared Spectroscopy. In Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization (Vol. 2). Elsevier Inc. https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46140-5.00004-2
- Editorial, G. (2009). Membrane reactors Part I. *Technology*, *17*, 743–753. https://doi.org/10.1002/apj
- Elías, V. R., Oliva, M. I., Vaschetto, E. G., Urreta, S. E., Eimer, G. A.,
  & Silvetti, S. P. (2010). Magnetic properties of iron loaded MCM-48 molecular sieves. J. Magn. Magn. Mater., 322(21), 3438–3442. https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2010.06.041
- Erawati, E., & Fernando, A. (2018). Pengaruh Jenis Aktivator Dan Ukuran Karbon Aktif Terhadap Pembuatan Adsorbent Dari Serbik Gergaji Kayu Sengon (Paraserianthes Falcataria). Jurnal Integrasi Proses, 7(2), 58.

https://doi.org/10.36055/jip.v7i2.3808

Fahyuan, H. D., Dahlan, D., & -, A. (2013). Pengaruh Konsentrasi Ctab Dalam Sintesis Nanopartikel Tio2 Untuk Aplikasi Sel Surya Menggunakan Metode Sol Gel. Jurnal Ilmu Fisika | Universitas Andalas, 5(1), 16–23.

https://doi.org/10.25077/jif.5.1.16-23.2013

- Falsafi, S. R., Rostamabadi, H., & Jafari, S. M. (2020). X-ray diffraction (XRD) of nanoencapsulated food ingredients. In *Characterization of Nanoencapsulated Food Ingredients*. Elsevier Inc. https://doi.org/10.1016/b978-0-12-815667-4.00009-2
- Famia, A. D., & Muldarisnur. (2019). Effect of Hydrothermal Synthesis Temperature on Diameter of Zinc Oxide Nanoparticles. Jurnal Fisika Unand, 8(2), 127–132.
- Fitriani, D., Oktiarni, D., & Lusiana. (2015). Pemanfaatan Kulit Pisang sebagai Adsorben Zat Warna Methylene Blue. Jurnal Gradien, 11(2), 1091–1095.
- Gau, A. A., Taba, P., & Budi, P. (2015). Modifikasi Silika Mesopori MCM-48 dengan 3 Aminopropiltrimetoksisilan (3-APTMS) dan Uji Adsorpsivitasnya Terhadap Ion Pb 2+. Jurnal Techno,

04(2), 23-30.

- Gava, U. I., & Abdullah, A. H. (2008). Heterogeneous photocatalytic degradation of organic contaminants over titanium dioxide: A review of fundamentals, progress and problems. J. Photochem. Photobiol. 9(1). 1 - 12. https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2007.12.003
- Ghosh, R. K., Ray, D. P., Debnath, S., Tewari, A., & Das, I. (2019). Optimization of process parameters for methylene blue removal by jute stick using response surface methodology. Environ. Sustain., 620-634. Prog. 38(5). https://doi.org/10.1002/ep.13146
- Haider, A. J., Jameel, Z. N., & Al-Hussaini, I. H. M. (2019). Review on: Titanium dioxide applications. Energy Procedia, 157, 17–29. https://doi.org/10.1016/j.egypro.2018.11.159
- Handavani, N. I., Setianingsih, N. I., & Moenir, M. (2018). Performance Of Immobilized-Selected Microorganisms In The Biodegradation Of Textile Industry Waste Water. Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, 9(1), 29-37. https://doi.org/10.21771/jrtppi.2018.v9.no1.p29-37
- Hanipa, P., Pardoyo, P., Taslimah, T., Arnelli, A., & Astuti, Y. (2017). Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi. Jurnal Kimia Sains 20(2). 79-83. Dan Aplikasi, https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.79-83
- Hasanah, N., Sutarno, S., & Kunarti, E. S. (2018). Characteristic Study of the MCM-41 Modified with Zn by Direct Synthesis. JKPK (Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia). *3*(3). 183. https://doi.org/10.20961/jkpk.v3i3.22808
- Hashemian, S., Ardakani, M. K., & Salehifar, H. (2013). Kinetics and Thermodynamics of Adsorption Methylene Blue onto Tea Waste/CuFe<sub&gt;2&lt;/sub&gt;O&lt;sub&gt;4&lt;/sub &gt: Composite. J. Anal. Chem.. 04(07). 1 - 7. https://doi.org/10.4236/ajac.2013.47a001
- Hasri, Muharram, & Nadwi, F. (2020). Sintesis Nanosilika Daun Jurnal Kartika Kimia, 3(November), 96–100. http://jkk.unjani.ac.id/index.php/jkk He, H., & Zhou, Z. (2017). Electro-fenton process for water and wastewater treatment. Crict. Rev. Environ. Sci. Technol. 47(201)

2100-2131.

https://doi.org/10.1080/10643389.2017.1405673

- Hikmawati, D. I., & Haqiqi, E. R. (2019). Surface Chemical Structure and Morphological Analysis of Fallen Teak Leaves (Tectona grandis) Powder for Methylene Blue Adsorption. *CHEESA*, *2*(1), 42. https://doi.org/10.25273/cheesa.v2i1.4334
- Homoro, O., Michel, M., & Baranger, T. N. (2020). Dry mineral preimpregnation for enhancing the properties of glass FRCM composites. *Constr. Build. Mater.*, *263*, 120597. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120597
- Hou, Y. D., Hou, L., Huang, S. Y., Zhu, M. K., Wang, H., & Yan, H. (2006). Comparative study of K0.5Bi0.5TiO3 nanoparticles derived from sol-gel-hydrothermal and sol-gel routes. *Solid State Commun*, *137*(12), 658–661. https://doi.org/10.1016/j.ssc.2006.01.023

 Huda, T., & Yulitaningtyas, T. K. (2018). Kajian Adsorpsi Methylene
 Blue Menggunakan Selulosa dari Alang-Alang. *IJCA* (Indonesian Journal of Chemical Analysis), 1(01), 9–19.

(Indonesian Journal of Chemical Analysis), 1(01), 9–19. https://doi.org/10.20885/ijca.v1i01.11322

Hudaya, T., & Wiratma, I. G. P. (2015). Kajian Kinerja Katalis Ni-Mo-S/γ-Al2O3 Proses Hidrotreating Minyak Biji Kapok (Ceiba pentandra) untuk Sintesa Biohidrokarbon. 22(2), 184–206.

Ibrahim, A. A., Salama, R. S., El-Hakam, S. A., Khder, A. S., & Ahmed, A. I. (2021). Synthesis of sulfated zirconium supported MCM-41 composite with high-rate adsorption of methylene blue and excellent heterogeneous catalyst. *Colloids Surf, A Physicochem Eng Asp, 616*(February), 126361.

https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.126361

- Inkson, B. J. (2016). Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) for Materials Characterization. In *Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods*. Elsevier Ltd. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00002-X
- Janzeer, Y. (2016). Surface Modification Of Titanium And Titanium Alloys To Surface Modification Of Titanium And Titanium Alloys To Enhance Doctor of Philosophy By. May, 0–206. https://doi.org/10.13140/RG.2.1.4790.1042
- K, S. T., Pavithran, R., & A, V. (2021). Design of 3D-supramolecular metal organic framework of zinc as photocatalyst for the

degradation of methylene blue through advanced oxidation process. J. Mol. Struct., 1245, 131039.

https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.131039

- Karkare, M. M. (2015). Estimation of Band Gap and Particle size of TiO2 nanoparticle synthesized using Sol gel technique. *Proceedings - 2014 IEEE Int. Conf. Adv. Commun.Control Comput. Technol., ICACACT 2014, Iv,* 2–6. https://doi.org/10.1109/EIC.2015.7230747
- Kaur, M., & Verma, N. K. (2014). CaCO3/TiO2 nanoparticles based dye sensitized solar cell. J. Mater. Sci. Technol., 30(4), 328–334. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.10.016
- Khairy, M., & Zakaria, W. (2014). Effect of metal-doping of TiO<sub>2</sub> nanoparticles on their photocatalytic activities toward removal of organic dyes. *Egypt. J. Pet.*, *23*(4), 419–426. https://doi.org/10.1016/j.ejpe.2014.09.010
- Khan, M. S., Riaz, N., Shaikh, A. J., Shah, J. A., Hussain, J., Irshad, M., Awan, M. S., Syed, A., Kallerhoff, J., Arshad, M., & Bilal, M. (2021). Graphene quantum dot and iron co-doped TiO2 photocatalysts: Synthesis, performance evaluation and phytotoxicity studies. *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 226, 112855. https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2021.112855
- Khoeini, M., Najafi, A., Rastegar, H., & Amani, M. (2019). Improvement of hollow mesoporous silica nanoparticles synthesis by hard-templating method via CTAB surfactant. *Ceram*, 45(10), 12700–12707.

https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.03.125

- Kim, Y., Kim, J., & Kim, D. H. (2018). Investigation on the enhanced catalytic activity of a Ni-promoted Pd/C catalyst for formic acid dehydrogenation: Effects of preparation methods and Ni/Pd ratios. *RSC Advances*, 8(5), 2441–2448. https://doi.org/10.1039/c7ra13150j
- Kongsong, P., Sikong, L., Niyomwas, S., & Rachpech, V. (2014). Photocatalytic antibacterial performance of glass fibers thin film coated with N-doped SnO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>. *Sci. World J.*, 2014. https://doi.org/10.1155/2014/869706
- Kusiak-Nejman, E., Wanag, A., Kapica- Kozar, J., Kowalczyk, Ł.,
   Zgrzebnicki, M., Tryba, B., Przepiórski, J., & Morawski, A. W.
   (2020). Methylene blue decomposition on TiO<sub>2</sub>/reduced graphene oxide hybrid photocatalysts obtained by a two-step

hydrothermal and calcination synthesis. *Catal*, *357*(May 2019), 630–637. https://doi.org/10.1016/j.cattod.2019.04.078

- Kustiningsih, I., Platina, D., Mareta, H., Mustofa, D., Purwanto, W., Kimia, D. T., Air, D., Metode, D., & Pengaruh, F. (2010). Dengan Metode Fotokatalisis. 14(1), 11–16.
- Kustomo, & Santosa, S. J. (2019). Studi Kinetika dan Adsorpsi Zat Warna Kation (Metilen Biru) dan Anion (Metil Orange) pada Magnetit Terlapis Asam Humat. *Jurnal Jejaring Matematika Dan Sains*, 1(2), 64–69.

https://doi.org/10.36873/jjms.v1i2.212

- Lestari, M. W., Hadi, S., & Wahyuni, S. (2013). Sintesis Dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> Yang Diaplikasikan Pada Proses Degradasi Limbah Fenol. *Indones. J. Chem.*, 2(2).
- Lestari, Y. D., Wardhani, S., & Khunur, M. M. (2015). Degradasi Methylene Blue Menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit dengan Sinar Matahari. *Kimia.Student Journal*, 1(1), 592–598.
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., & Sunaryono, S. (2018). Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano Tio2 Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *JPSE (J. Phys. Sci. Eng.)*, *3*(1), 8–15.

https://doi.org/10.17977/um024v3i12018p008

- Maddu, A., Palupi, E., Pramudito, S., & Indro, M. N. (2008). Pengaruh Konsentrasi Awal Dan Penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Terhadap Efektivitas Degradasi Fotokatalisis Methylene Blue Pada Film TiO<sub>2</sub>. Jurnal Purifikasi, 10, No. 1(jurnal purifikasi), 71–78.
- Mazlan, M. A. F., Uemura, Y., Yusup, S., Elhassan, F., Uddin, A., Hiwada, A., & Demiya, M. (2016). Activated Carbon from Rubber Wood Sawdust by Carbon Dioxide Activation. *Procedia Eng.*, 148, 530–537.

https://doi.org/10.1016/j.proeng.2016.06.549

Mehmood, U., Ahmad, S. H. A., Khan, A. U. H., & Qaiser, A. A. (2018). Co-sensitization of graphene/TiO2 nanocomposite thin films with ruthenizer and metal free organic photosensitizers for improving the power conversion efficiency of dye-sensitized solar cells (DSSCs). J. Sol. Energy, 170(April), 47–55.

https://doi.org/10.1016/j.solener.2018.05.051

Mermer, N. K., & Yilmaz, M. S. (2017). Synthesis of Functionalized Mcm-41 Mesoporous Silica. *CBU International Conference*  Proceedings, 5, 1164–1168.

https://doi.org/10.12955/cbup.v5.1089

- Milawati, S., Syahbanu, I., Sasri Program Studi Kimia, R., & Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, F. (2021). Sintesis Komposit TiO2-SiO2 Menggunakan Metode Sol-Gel-Hidrotermal Synthesis TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Composites Using The Method Sol-Gel-Hydrothermal. 22(1), 51.
- Minah, F., Drira, M., Siga, W., & Pratiwi, C. (2016). Ekstraksi Gelatin dari Hidrolisa Kolagen Limbah Tulang Ikan Tuna dengan Variasi Jenis Asam dan Waktu Ekstraksi. *SENIATI Institut Teknologi Nasional Malang*, 26–32.
- Mohan, V. B., Jayaraman, K., & Bhattacharyya, D. (2020). Brunauer– Emmett–Teller (BET) specific surface area analysis of different graphene materials: A comparison to their structural regularity and electrical properties. *Solid State Commun*, *320*(January), 114004. https://doi.org/10.1016/j.ssc.2020.114004
- Morais, E., O'Modhrain, C., Thampi, K. R., & Sullivan, J. A. (2021). RuO2/TiO2 photocatalysts prepared via a hydrothermal route: Influence of the presence of TiO2 on the reactivity of RuO2 in the artificial photosynthesis reaction. *Catal*, 401, 288– 296. https://doi.org/10.1016/j.jcat.2021.08.007
- Muh. Fitrah & Luthfiyah. (2018). Metode Penelitian: Penelitian Kualitatif, Tindakan Kelas & Studi Kasus. April 2012, 44.
- Muhammad, B., Bibi, A., Javed, A., Irfana, S., Adnan, M., Syed Shah, H., & Ullah Khan, A. (2019). Effects of solvent on the structure and properties of titanium dioxide nanoparticles and their antibacterial activity. *Iran. J. Chem. Chem. Eng.*, 38(4), 261–272.
- Mukherjee, S., Akshay, & Samanta, A. N. (2019). Amine-impregnated MCM-41 in post-combustion CO2 capture: Synthesis, characterization, isotherm modelling. *Adv Power Technol*, *30*(12), 3231–3240.

https://doi.org/10.1016/j.apt.2019.09.032

- Munnik, P., De Jongh, P. E., & De Jong, K. P. (2015). Recent Developments in the Synthesis of Supported Catalysts. *Chem. Rev.*, *115*(14), 6687–6718. https://doi.org/10.1021/cr500486u
- Nakonieczny, D. S., Kern, F., Dufner, L., Dubiel, A., Antonowicz, M., & Matus, K. (2021). Effect of calcination temperature on the phase composition, morphology, and thermal properties of zro2 and al2 o3 modified with aptes (3-

aminopropyltriethoxysilane). *Materials*, *14*(21). https://doi.org/10.3390/ma14216651

- Nas, M. S. (2021). AgFe2O4/MWCNT nanoparticles as novel catalyst combined adsorption-sonocatalytic for the degradation of methylene blue under ultrasonic irradiation. *J. Environ. Chem. Eng.*, *9*(3), 105207. https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.105207
- Nasri, N., Subagyono, R. R. D. J. N., & Gunawan, R. (2017). Sintesis Silika Mesopori Sba-15 Dari Abu Daun Jagung (Zea Mays L). *Jurnal Kimia Mulawarman*, 15(1), 60. https://doi.org/10.30872/jkm.v15i1.524
- Nasution, N., & Fitri, A. (2018). Synthesis Of Rutile TiO<sub>2</sub> Nanoparticles By Co-. Jurnal Ilmu Fisika Dan Teknologi, 2(2), 18–25.
- Nguyen, Q. N. K., Yen, N. T., Hau, N. D., & Tran, H. L. (2020). Synthesis and Characterization of Mesoporous Silica SBA-15 and ZnO/SBA-15 Photocatalytic Materials from the Ash of Brickyards. J. Chem., 2020. https://doi.org/10.1155/2020/8456104

https://doi.org/10.1155/2020/8456194

- Nuryanto, R., Trisunaryanti, W., & Triyono. (2020). Variation of gelatin amount as template for mesoporous silica-alumina synthesis based on lapindo mud. *Asian J. Chem.*, *32*(7), 1576–1580. https://doi.org/10.14233/ajchem.2020.22412
- Oko, S., & Feri, M. (2019). Pengembangan Katalis CaO dari Cangkang Telur Ayam dengan Impregnasi KOH dan Aplikasinya Terhadap Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak. Jurnal Teknologi Universitas Muhammadiyah Jakarta, 11(2), 103–110.
- Özer, A., & Dursun, G. (2007). Removal of methylene blue from aqueous solution by dehydrated wheat bran carbon. *J. Hazard. Mater.*, *146*(1–2), 262–269.

https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.12.016

- Padmini, M., Balaganapathi, T., & Thilakan, P. (2021). Mesoporous rutile TiO2: Synthesis, characterization and photocatalytic performance studies. *Mater. Res. Bull.*, 144(July), 111480. https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2021.111480
- Panjaitan, T. F. C. (2016). Optimasi Ekstraksi Gelatin dari Tulang Ikan Tuna (Thunnus albacares ). Jurnal Wiyata, 3(1), 11–16.

- Permana, E., Cristine, I., Murti, S. D. S., & Yanti, F. M. (2020). Preparation and Characterization of Cu/ZnO Catalysts With Activated Carbon Support Using H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and ZnCl<sub>2</sub> Activators. *Jurnal Teknologi*, 13(1), 6–15.
- Permatasari, O. S., Wardhan, S., & Darjito. (2014). Studi Pengaruh Penambahan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) Terhadap Degradasi. 2(2), 569–575.
- Pertiwi, M., Atma, Y., Mustopa, A., & Maisarah, R. (2018). Karakteristik Fisik dan Kimia Gelatin dari Tulang Ikan Patin dengan Pre-Treatment Asam Sitrat. Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan, 7(2), 83–91. https://doi.org/10.17728/jatp.2470
- Rahmalia, W., Fabre, J. F., Usman, T., & Mouloungui, Z. (2014).
  Aprotic solvents effect on the UV-visible absorption spectra of bixin. *SAA*, *131*, 455–460.

https://doi.org/10.1016/j.saa.2014.03.119

- Rahmawati, F., & Wahyuningsih, S. (2006). 21 Synthesis Of Thin Film Of TiO<sub>2</sub> On Graphite Substrate By Chemical Bath Deposition Sintesis Lapis Tipis TiO<sub>2</sub> Pada Substrat Grafit Secara Chemical Bath Deposition. 6(2), 121–126.
- Rame, R., Purwanto, P., & Sudarno, S. (2020). Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri Potential of Catalytic Ozonation in Treatment of Industrial Textile Wastewater in Indonesia. 11(1), 1–11.
- Rauf, M. A., Meetani, M. A., & Hisaindee, S. (2011). An overview on the photocatalytic degradation of azo dyes in the presence of TiO<sub>2</sub> doped with selective transition metals. *Desalination*, 276(1-3), 13–27. https://doi.org/10.1016/j.desal.2011.03.071
- Reed, M. D. (2019). Critical Care Toxicology. Diagnosis and Management of the Critically Poisoned Patient, Second Edition. JeffrevBrent. senior editor. KeithBurkhart. PaulDargan, BenjaminHatten. BrunoMegarbane, RobertPalmer, JulianWhite, editors. Springer International Publi. J. Clin. Pharmacol. *59*(10), 1425-1426. https://doi.org/10.1002/jcph.1492
- Ridhawati, R., Wahab, A. W., La Nafie, N., & Raya, I. (2018). Pengaruh Metode Sintesis Silika Mesopori SBA-15 terhadap Analisis Differential Scanning Calorimetry dan Pengukuran Low Angles X-Ray Diffraction. *INTEK: Jurnal Penelitian*, 5(1), 39. https://doi.org/10.31963/intek.v5i1.198

- Riskiani, E., Suprihatin, I. E., & Sibarani, J. (2018). Fotokatalis Bentonit-Fe2O3 untuk Degradation Zat Warna Remazol Brilliant Blue. *Cakra Kimia*, 7(1), 46–54.
- Rizki, A., Syahputra, E., Pandia, S., & Halimatuddahliana. (2019). Pengaruh Waktu Kontak dan Massa Adsorben Biji Asam Jawa (Tamarindus indica) dengan Aktivator H3PO4 terhadap Kapasitas Adsorpsi Zat Warna Methylene Blue. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 8(2), 54–60.

https://doi.org/10.32734/jtk.v8i2.1881

- Rosanti, A. D., Wardani, A. R., & Latifah, E. U. (2020). Pengaruh Variasi Konsentrasi Urea Terhadap Fotoaktivitas Material Fotokatalis N/TiO2 Untuk Penjernihan Limbah Batik Tenun Ikat Kediri. *Jurnal Kimia Riset*, *5*(1), 55. https://doi.org/10.20473/jkr.v5i1.18169
- Sabri, M., Habibi-Yangjeh, A., Chand, H., & Krishnan, V. (2020). Activation of persulfate by novel TiO2/FeOCl photocatalyst under visible light: Facile synthesis and high photocatalytic performance. *Sep. Purif. Technol.*, 250(May), 117268. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117268
- Sachithanadam, M., & Joshi, S. C. (2014). A new phenomenon of compressive strain recovery in gelatin-silica aerogel composites with sds. *Procedia Eng.* 75(June), 51–55. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.11.010
- Salama, R. S., El-Bahy, S. M., & Mannaa, M. A. (2021). Sulfamic acid supported on mesoporous MCM-41 as a novel, efficient and reusable heterogenous solid acid catalyst for synthesis of xanthene, dihydropyrimidinone and coumarin derivatives. *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.*, 628(July), 127261. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127261
- Sandi, D. N., S, I. E. P., Ediati, D. R., & Ph, D. (2010). Sintesis dan Karakterisasi Katalis Al-MCM-41, Fe-Al-MCM-41, serta Fe-MCM-41 Dedi Navia Sandi, Ir. Endang Purwanti S, MT, Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D.
- Saputra, H., Murbantan, T., Ghofar, A., Rosjidi, M., Ismail, M., & Islami, D. B. (n.d.). Anoda Pb Dan Gel Elektrolit Untuk Propulsi Kapal Pb Anode And Gel Electrolyte For Sub Marine Propulsion. 139–144.
- Sari, R. N., Irianto, H. E., & Ayudiarti, D. L. (2019). Penggunaan Oven Microwave Untuk Mensintesis Nanopartikel ZnO

menggunakan ekstrak Sargassum sp. dan Padina sp. Jphpi, 22(2), 375–390.

Setyani, A., & Wibowo, E. A. P. (2017). Pengaruh Pelarut Terhadap Karakteristik Nanopartikel Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>). *Jurnal Ilmiah Sains*, *17*(1), 26.

https://doi.org/10.35799/jis.17.1.2017.15103

- Shehap, A. M., & Akil, D. S. (2016). Structural and optical properties of TiO2 nanoparticles/PVA for different composites thin films. *Int. J. Nanoelectron Mater.*, 9(1), 17–36.
- Shin, S. C., Park, B. K., Chung, T. M., & Han, J. H. (2020). Highly efficient photocatalytic methylene blue degradation over Sn(O,S)/TiO2 photocatalyst fabricated via powder atomic layer deposition of SnO and subsequent sulfurization. *Mater. Lett.*, 272, 127868.

https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127868

- Silaen, N. R., & Ginting, S. (2021). Pengaruh Penambahan Madu Pada Pembuatan Permen Jelly Kolang-Kaling (Arenga pinnata). *Jurnal Teknologi Pangan Dan Hasil Pertanian, 3*(2), 64–72.
- Stephen Inbaraj, B., & Chen, B. H. (2011). Dye adsorption characteristics of magnetite nanoparticles coated with a biopolymer poly(γ-glutamic acid). *Bioresour. Technol.*, *102*(19), 8868–8876. https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.06.079
- Studi, P., Lingkungan, T., Teknik, F., Ilmu, D. A. N., & Bakrie, U. (2020). Adsorben Zat Warna Pada Industri Tekstil (Studi Kasus Pt. Tci Kabupaten Bandung) Tugas Akhir. 10(1), 35–46.
- Supriyanto, E., Holikin, A., & Suwardiyanto, S. (2014). The thermal annealing effect on Crystal Structure and Morphology of Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) powder. *Jurnal ILMU DASAR*, 15(1), 37. https://doi.org/10.19184/jid.v15i1.638
- Syahroni, C., & Djarwanti, D. (2015). Pengembangan Reaktor Fotokatalitik Rotating Drum untuk Pengolahan Air Limbah Industri Tekstil. Jurnal Riset Teknologi Pencegahan Pencemaran Industri, 6(2), 35–44.

https://doi.org/10.21771/jrtppi.2015.v6.no2.p35-44

Syamsuri, M. M. F., Sutarno, & Suyanta. (2017). Pengaruh Waktu Sonikasi Selama Sintesis terhadap Kristalinitas MCM-41 berbasis Silikat. CAKRA KIMIA (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry), 5, 58–66.

https://ojs.unud.ac.id/index.php/cakra/index

- Taheri, R., Bahramifar, N., Zarghami, M. R., Javadian, H., & Mehraban. Z. (2017). Nanospace engineering and functionalization of MCM-48 mesoporous silica with dendrimer amines based on [1,3,5]-triazines for selective and pH-independent sorption of silver ions from aqueous solution and electroplating industry wastewater. Powder Technol., 321, 44-54. https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.08.022
- Tengker, S. M. T., & Falah, I. I. (2017). Sintesis dan karakterisasi material mesopori MCM-41 menggunakan TMAOH dan garam anorganik K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Fullerene Journal of Chemistry*, 2(2), 61. https://doi.org/10.37033/fjc.v2i2.10
- Tengker, S. M. T., & Kumajas, J. (2019). Karakterisasi material mesopori Ni/MCM-41 dan pengaruh penambahan logam nikel terhadap tingkat keasaman material. *Fullerene Journal of Chemistry*, 4(2), 61. https://doi.org/10.37033/fjc.v4i2.83
- Thirugnanam, N., Song, H., & Wu, Y. (2017). Photocatalytic degradation of Brilliant Green dye using CdSe quantum dots hybridized with graphene oxide under sunlight irradiation. *Chinese J. Catal*, 38(12), 2150–2159. https://doi.org/10.1016/S1872-2067(17)62964-4
- Ulfa, M., & Apriliani, W. (2020). Physico-chemical characteristics of gelatin as green template for nanomaterial production. *AIP Conference Proceedings*, *2237*(June). https://doi.org/10.1063/5.0006142
- Ulfa, M., Prasetyoko, D., Bahruji, H., & Nugraha, R. E. (2021a). Green synthesis of hexagonal hematite (α-fe2o3) flakes using pluronic f127-gelatin template for adsorption and photodegradation of ibuprofen. *Materials*, *14*(22). https://doi.org/10.3390/ma14226779
- Ulfa, M., Prasetyoko, D., Bahruji, H., & Nugraha, R. E. (2021b). *Pluronic F127-Gelatin Template for Adsorption and Photodegradation of Ibuprofen.*
- Ulfa, M., Prasetyoko, D., Mahadi, A. H., & Bahruji, H. (2020a). Size tunable mesoporous carbon microspheres using Pluronic F127 and gelatin as co-template for removal of ibuprofen. *Sci. Total Environ.*, *711*, 135066. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135066
- Ulfa, M., Prasetyoko, D., Mahadi, A. H., & Bahruji, H. (2020b). Size tunable mesoporous carbon microspheres using Pluronic F127

and gelatin as co-template for removal of ibuprofen. *Sci. Total Environ.*, *711*(xxxx), 135066.

https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.135066

- Ulfa, M., & Setiarini, I. (2022). The Effect of Zinc Oxide Supported on Gelatin Mesoporous Silica (GSBA-15) on Structural Character and Their Methylene Blue Photodegradation Performance. *Bull. Chem. React. Eng.*, 17(2), 363–374. https://doi.org/10.9767/bcrec.17.2.13712.363-374
- Uricanu, V. I., Duits, M. H. G., Filip, D., Nelissen, R. M. F., & Agterof, W. G. M. (2006). Surfactant-mediated water transport at gelatin gel/oil interfaces. J. Colloid Interface Sci., 298(2), 920– 934. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2006.01.030
- Verayana, Paputungan, M., & Iyabu, H. (2018). Pengaruh aktivator HCl dan H 3PO4 terhadap karakteristik (morfologi pori) arang aktif tempurung kelapa serta uji adsorpsi pada logam timbal (Pb). Jurnal Entropi, 13(1), 67–75.
- Wahyu, E., & Dini, P. (2014). Degradasi metilen blue menggunakan fotokatalis ZnO-zeolit. *Chemistry Progress*, 7(1), 29–33. https://doi.org/10.35799/cp.7.1.2014.4852
- Wahyudi, D., Akbar, M., & Ula, R. (n.d.). Rendemen dan pH Gelatin Kulit Ikan Nila (Oreochromis Niloticus) yang Direndam Pada Berbagai Kosentrasi HCl Rendement And pH Of Gelatin In The Skin Of Tilapia (Oreochromis Niloticus) Immersed Into Various Hcl Consentration. 3(1), 22–27.
- Wang, C. C., & Ying, J. Y. (1999). Sol-gel synthesis and hydrothermal processing of anatase and rutile titania nanocrystals. *Chem. Mater.*, *11*(11), 3113–3120.

https://doi.org/10.1021/cm990180f

- Wardani, R. K., Pembimbing, D., Atmaja, L., Magister, P., Keahlian,
  B., Fisik, K., Kimia, J., Matematika, F., Ilmu, D. A. N., & Alam,
  P. (2015). Kationik Pada Filler Terhadap Sifat Dan Kinerja Membran Komposit Kitosan / Monmorilonit Termodifikasi Silan Untuk Addition for Filler Towards Characteristic and Performance Composite Membrane Chitosan / Montmorillonite Silane Modified for.
- Wardhani, S., Bahari, A., & Misbah Khunur, M. (2016). Aktivitas Fotokatalitik Beads TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit-Kitosan Pada Fotodegradasi Metilen Biru (Kajian Pengembanan, Sumber Sinar Dan Lama Penyinaran). *JEEST*, 3(2), 78–84.

https://doi.org/10.21776/ub.jeest.2016.003.02.2

- Wei, J. Q., Chen, X. J., Wang, P. F., Han, Y. B., Xu, J. C., Hong, B., Jin, H. X., Jin, D. F., Peng, X. L., Li, J., Yang, Y. T., Ge, H. L., & Wang, X. Q. (2018). High surface area TiO2/SBA-15 nanocomposites: Synthesis, microstructure and adsorptionenhanced photocatalysis. *Chem. Phys.*, *510*, 47–53. https://doi.org/10.1016/j.chemphys.2018.05.012
- Wei, J., Wen, X., & Zhu, F. (2018). Influence of Surfactant on the Morphology and Photocatalytic Activity of Anatase TiO<sub>2</sub> by Solvothermal Synthesis. *Journal of Nanomaterials*, 2018. https://doi.org/10.1155/2018/3086269
- Widihati, I., Diantariani, N., & Nikmah, Y. (2011). Fotodegradasi Metilen Biru Dengan Sinar UV dan Katalis Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Jurnal Kimia*, *5*(1), 31–42.
- Wongcharee, K., Meeyoo, V., & Chavadej, S. (2007). Dye-sensitized solar cell using natural dyes extracted from rosella and blue pea flowers. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, *91*(7), 566–571. https://doi.org/10.1016/j.solmat.2006.11.005
- Yang, G., Deng, Y., & Wang, J. (2014). Non-hydrothermal synthesis and characterization of MCM-41 mesoporous materials from iron ore tailing. *Ceram*, 40(5), 7401–7406. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.12.086
- Yelmida, A., Shiqhi, N., Kimia, J. T., Teknik, F., & Riau, U. (2017). Impregnasi Logam Cu Pada Hidroksiapatit dari Kulit Kerang Darah (Anadara granosa). Jurnal Sains Dan Teknologi, 16(1), 20–23.
- Yu, F., Yang, J., Ma, J., Du, J., & Zhou, Y. (2009). Preparation of nanosized CoAl2O4 powders by sol-gel and sol-gelhydrothermal methods. J. Alloys Compd., 468(1–2), 443–446. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.018
- Zahro, A., Amalia, S., Adi, T. K., & Aini, N. (2015). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu Variasi Rasio Molar SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan Metode Sol Gel Hidrotermal. *Alchemy*, 1. https://doi.org/10.18860/al.v0i1.2912
- Zhang, J., Xu, L. J., Zhu, Z. Q., & Liu, Q. J. (2015). Synthesis and properties of (Yb, N)-TiO2 photocatalyst for degradation of methylene blue (MB) under visible light irradiation. *Mater. Res. Bull.*, 70, 358–364.

https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2015.04.060

- Zhao, D., Feng, J., Huo, Q., Melosh, N., Fredrickson, G. H., Chmelka, B. F., & Stucky, G. D. (1998). Triblock copolymer syntheses of mesoporous silica with periodic 50 to 300 angstrom pores. *Science*, 279(5350), 548–552. https://doi.org/10.1126/science.279.5350.548
- Zhao, S., Su, D., Che, J., Jiang, B., & Orlov, A. (2011). Photocatalytic properties of TiO2 supported on SBA-15 mesoporous materials with large pores and short channels. *Mater. Lett.* https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.07.053
- Zuo, J. M., & Spence, J. C. H. (2017). Jian Min Zuo, John C.H. Spence (auth.)-Advanced Transmission Electron Microscopy\_ Imaging and Diffraction in Nanoscience-Springer-Verlag New York (2017) (1).pdf.

## Glosarium

Gelatin	:	Senyawa organik yang didalamnya
		terdapat asam amino seperti 14%
		Hidroxyprolin, 16% Prolin, 26%
		Glysine, kandungannya tergantung dari
		bahan mentahnya.
Titanium Dioksida	:	Padatan berwarna putih dengan berat
(TiO2)		molekul 79,90 dan massa jenis 4,26
		g/cm3.
Methylene Blue	:	Salah satu pewarna yang sering
-		digunakan dalam industri tekstil untuk
		memberikan warna pada berbagai jenis
		bahan seperti kain, sutra, dan kertas.
Scanning Electron	:	Instrumen yang menggunakan bantuan
Microscopy (SEM)		berkas elektron terfokus untuk
		mendapatkan hasil karakterisasi dari
		suatu material.
СТАВ	:	Senyawa organik dengan rumus
		kimia (C <sub>16</sub> H <sub>33</sub> )N(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Br yang memiliki
		massa molar sebesar 364,45 g/mol.
MCM-41	:	Material yang terdiri dari silika murni,
		namun memiliki sisi asam Lewis yang
		lemah dan tidak memiliki sisi asam
		Bronsted.
SBA-15	:	Jenis silika mesopori yang memiliki
		berbagai keunggulan, termasuk luas
		permukaan yang besar,
		biokompatibilitas yang tinggi, serta
		stabilitas termal dan hidrotermal yang
		tinggi, sehingga cocok untuk digunakan
		dalam proses katalisis dan adsorpsi.
Metode impregnasi	:	Proses penjenuhan suatu zat tertentu 🗟
		secara total pada support katalis.
		· · · ·

Fourier Transform	:	Perangkat yang diguna	kan untuk
Infrared		mengidentifikasi gugus fu	ngsi dalam
Spectroscopy (FTIR)		sampel padat, cair, dan gas	
BET (Brunauer-	:	Perangkat yang diguna	kan untuk
Emmett-Teller)		menganalisis luas permukaan, diameter	
		pori-pori, dan volume por	i dari suatu
		sampel.	

# Daftar Singkatan

BET	: Brunaeur-Emmet-Teller
CTAB	: Cetyltrimethylammonium Bromide
EDX	: Energy Dispersive X-Ray
MB	: Methylene Blue
MCM-41	: Mobil Composition of Matter No. 41
MCM-48	: Mobil Composition of Matter No. 48
MCMs	: Mesoporous Carbon Microspheres
SBA-15	: Santa Barbara Amorphous-15
SEM	: Scanning Electron Microscopy
Ti	: Titanium
TiO2	: Titanium Dioksida
TtiP	: Titanium Tetraisopropoxide
XRD	: X-Ray Diffraction

## Indeks

Α Adsorpsi, 39, 40, 58, 98, 100, 103, 105, 109 F Fotodegradasi, x, 5, 23, 27, 112, 113 G Gelatin, 200, 202, 203, vi, 3, 5, 17, 43, 44, 45, 77, 78, 97, 99, 106, 107, 108, 111, 112, 115 н Hidrotermal, 46, 54, 102, 106, 113 I Industri, 1, 102, 108, 110 L Limbah, 23, 100, 105, 106, 109, 110 М Mesopori, 200, 202, 203, x, 5, 13, 43, 46, 48, 49, 50, 51,

53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 61, 62, 71, 72, 73, 74, 77, 78, 79, 80, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 92, 93, 97, 100, 101, 107, 108 Molekul, 60 N Nanoteknologi, 13 Ρ Partikel, x, 9, 77, 80, 105 Senyawa, 1, 100, 115 Silika, 200, 202, 203, x, 5, 13, 43, 46, 48, 49, 50, 51, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 71, 72, 73, 74, 77, 78, 79, 80, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 92, 93, 97, 101, 107, 108

#### Т

Tekstil, 110