

**SINTESIS NANOKOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 -KARBON
TERMODIFIKASI GUGUS AMIN DENGAN METODE ARC
DISCHARGE DALAM MEDIA CAIR ETANOL**



Disusun oleh :

ERLINA ARIKAWATI

M0312020

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan mendapatkan gelar
Sarjana Sains dalam bidang ilmu kimia**

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SEBELAS MARET

SURAKARTA

2016

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi

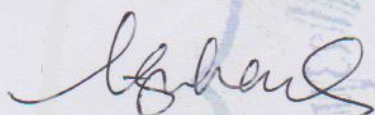
**SINTESIS NANOKOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 -KARBON
TERMODIFIKASI GUGUS AMIN DENGAN METODE ARC
DISCHARGE DALAM MEDIA CAIR ETANOL**

ERLINA ARIKAWATI
M0312020

Skripsi ini dibimbing oleh :

Pembimbing I

Pembimbing II



Teguh Endah Saraswati, Ph.D
NIP.19790326 200501 2001



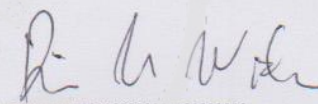
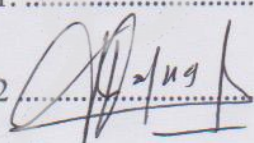
Dr. Pranoto, M.Sc
NIP. 195410301984031002

Dipertahankan di depan Tim Penguji Skripsi pada :

Hari : Rabu
Tanggal : 27 Juli 2016


Anggota Tim Penguji :

1. Dr. Dian Maruto Widjonarko S.Si, M.Si
NIP. 197003302000031001
2. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si
NIP 19730124 199903 2 001

1. 
2. 

Disahkan oleh

Kepala Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Sebelas Maret Surakarta



Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si
NIP. 19730124 199903 2 001

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul “SINTESIS NANOKOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 -KARBON TERMODIFIKASI GUGUS AMIN DENGAN METODE *ARC DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL” belum pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga belum pernah ditulis atau dipublikasikan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Surakarta, Juli 2016

ERLINA ARIKAWATI

SINTESIS NANOKOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 -KARBON
TERMODIFIKASI GUGUS AMIN DENGAN METODE *ARC DISCHARGE*
DALAM MEDIA CAIR ETANOL

ERLINA ARIKAWATI

Program Studi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
Universitas Sebelas Maret.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanokomposit TiO_2 -karbon termodifikasi gugus amin untuk diaplikasikan sebagai fotokatalitik. Proses sintesis dilakukan dengan metode *arc discharge* menggunakan elektroda grafit dan media cair yang terdiri dari etanol 50% dengan penambahan urea dan etilendiamin. Analisis karakter nanokomposit TiO_2 -karbon dengan menggunakan XRD, TEM, SEM, FTIR, dan UV reflektan. Pola difraktogram dari XRD baik dengan penambahan urea maupun etilendiamin menunjukkan adanya puncak pada $25,32^\circ$; $26,61^\circ$; dan $36,14^\circ$ yang merupakan puncak karakteristik utama dari TiO_2 , C grafit, dan titanium karbida. Analisis menggunakan TEM menunjukkan nanokomposit yang terbentuk berukuran 60-70 nm untuk penambahan etilendiamin dan 70-80 nm untuk penambahan urea, struktur nanopartikel berupa TiO_2 yang terselubung karbon dan terdapat nanopartikel karbon. Analisis SEM menunjukkan nanokomposit yang terbentuk memiliki morfologi sperikal dan teratur. Analisis menggunakan UV reflektan menunjukkan terjadi penyempitan energi celah pita pada material hasil sintesis.

Keberhasilan modifikasi permukaan ditunjukkan dari peningkatan dispersitas nanokomposit dalam air dan etanol. Hal ini dibuktikan pula pada spektra FTIR TiO_2 -karbon yang telah disintesis dalam media cair etanol-urea terdapat serapan menunjukkan serapan C=O, C-N, C-O dan vibrasi ulur N-H yang ditunjukkan pada serapan 1600-1700, 1400-1100, 1200-1300, dan 3300-3400 cm^{-1} secara berturut-turut. Pada TiO_2 -karbon yang telah disintesis dalam media cair etanol-etilendiamin terdapat serapan N-H *bend*, C-N, C-O dan vibrasi ulur N-H pada 1500-1600, 1100-1200, 1200-1300, dan 3300-3400 cm^{-1} secara berturut-turut. Material TiO_2 -karbon yang telah disintesis dalam etanol-urea dan etanol-etilendiamin memiliki efisiensi untuk mendegradasi metilen biru sebesar 79,09% dan 47,15% dibawah radiasi lampu UV selama 60 menit.

Kata Kunci: *arc discharge*, fotokatalis, nanokomposit, TiO_2 -karbon, gugus amin

SYNTHESIS OF TiO_2 -CARBON PHOTOCATALYST NANOCOMPOSITE MODIFIED AMINE GROUP BY ARC DISCHARGE METHOD IN ETHANOL LIQUID MEDIA

ERLINA ARIKAWATI

Chemistry Department, Mathematic and Natural Science Faculty
Sebelas Maret University

ABSTRACT

This study aims to determine character and the photocatalytic activity of TiO_2 -carbon nanocomposite modified amine groups. Synthesis process performed by arc discharge method using graphite electrodes and liquid media consist of ethanol 50% with the addition of urea and ethylenediamine. Analysis of TiO_2 -carbon nanocomposite characters using XRD, TEM, SEM, FTIR and UV reflectance. Diffractogram pattern of XRD either with the addition of urea or ethylenediamine showed a peak at 25.32° ; 26.61° ; and 36.14° which is the main characteristic peak of TiO_2 , C graphite, and titanium carbide. TEM analysis found that size of nanoparticles was 60-70 nm for the addition of ethylenediamine and 70-80 nm for the addition of urea. SEM analysis showed the structure of the nanocomposite had a spherical structure. Analysis using UV reflectance spectroscopy the bandgap energy presented of material synthesized was narrower than the bandgap energy of TiO_2 .

The successful surface modification of TiO_2 -carbon synthesized in liquid media ethanol-urea and ethanol-ethylenediamine represented better dispersion of nanocomposite in water and ethanol. It was supported by FTIR spectra of TiO_2 -carbon synthesized in liquid media ethanol-urea revealed C=O, C-N, C-O and N-H stretching vibration shown at 1600-1700, 1400-1100, 3300-3400 cm^{-1} , respectively. Meanwhile, TiO_2 -carbon synthesized in liquid media ethanol-etilendiamin revealed N-H bend, C-N, C-O, and N-H stretching vibration shown at 1500-1600, 1100-1200, 1200-1300 and 3300-3400 cm^{-1} respectively. Furthermore, it had high efficiency in methylene blue degradation 79.09% and 47.15% under UV lamp irradiation in 60 minutes for TiO_2 -carbon synthesized in ethanol-urea and ethanol-ethylenediamine, respectively.

Keywords: arc discharge, amine group, nanocomposite, photocatalyst, TiO_2 -carbon.

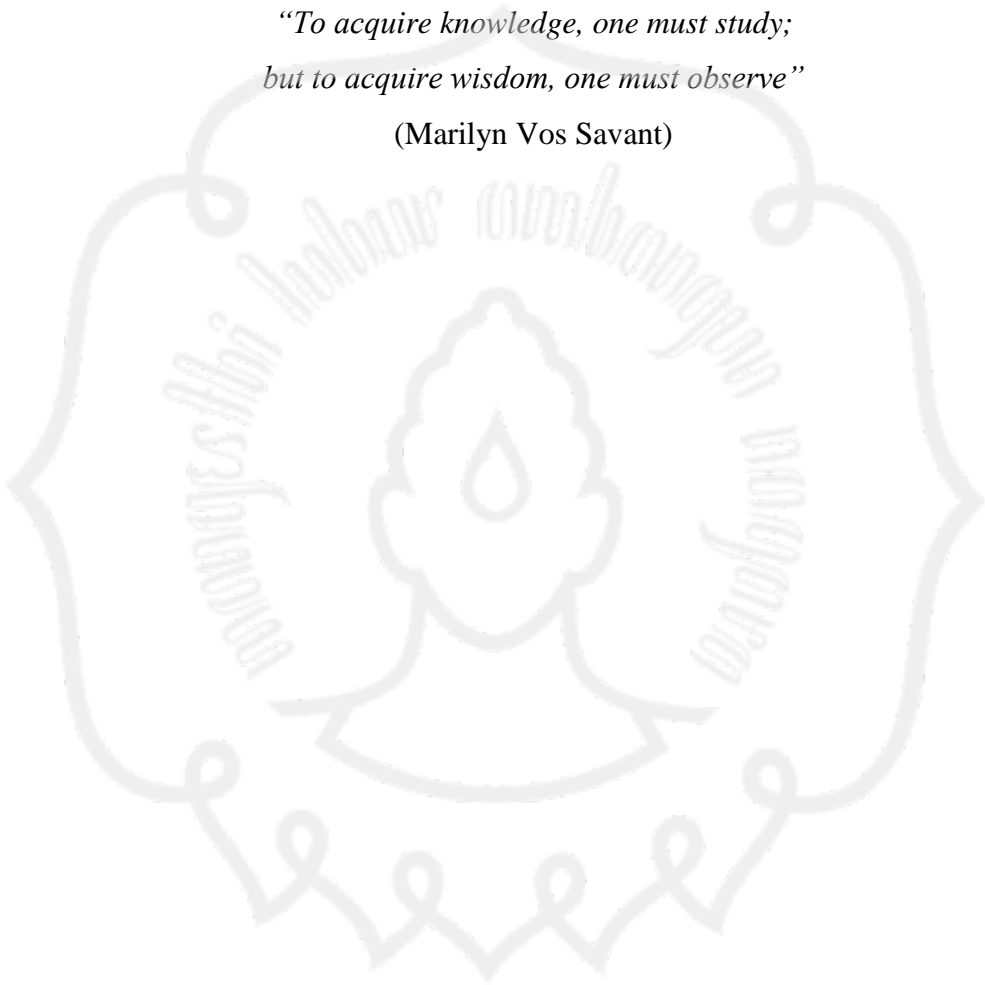
MOTTO

“Bila kau tak tahan lelahnya belajar, maka kau harus tahan menanggung perihnya
kebodohan”

(Imam Syafi’i)

*“To acquire knowledge, one must study;
but to acquire wisdom, one must observe”*

(Marilyn Vos Savant)



PERSEMBAHAN

Skripsi ini penulis persembahkan untuk:
Ibu, Bapak, dan Adik tercinta yang selalu mendoakan, menyemangati, dan
menguatkan.



KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah Ta'ala yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang. Karena-Nya, penulis mampu menyelesaikan skripsi dengan judul “SINTESIS NANOKOMPOSIT FOTOKATALIS TiO_2 -KARBON TERMODIFIKASI GUGUS AMIN DENGAN METODE *ARC DISCHARGE* DALAM MEDIA CAIR ETANOL”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Kimia di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNS

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada berbagai pihak yang turut memberikan doa serta bantuan dari awal penyusunan hingga akhir penyusunan skripsi. Secara khusus, penulis aturkan terima kasih kepada:

1. Allah Ta'ala, atas keridhaan dan kasih sayang-Nya.
2. Nabi Muhammad SAW, yang mengizinkan umatnya untuk menjadikan wasilah kepada Allah Ta'ala.
3. Prof. Ir. Ari Handono Ramelan, M.Sc. (Hons), Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA UNS
4. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si, selaku Kepala Program Studi Kimia FMIPA UNS
5. Teguh Endah Saraswati, Ph.D selaku Dosen Pembimbing Skripsi I Terima kasih atas ilmu, wawasan, dan kesabaran membimbing penulis dalam penyusunan skripsi ini
6. Dr. Pranoto, M.Sc selaku Dosen Pembimbing Skripsi II yang telah memberikan ilmu, bimbingan, dan pengarahan selama ini
7. Dr. Triana Kusumaningsih, M.Si selaku Pembimbing Akademik yang telah banyak memberikan bimbingan dalam kegiatan akademik selama kuliah.
8. Bapak dan Ibu Dosen dan seluruh staf Program Studi Kimia FMIPA UNS
9. Ketua dan seluruh staf serta laboran Laboratorium Kimia Dasar FMIPA, Laboratorium Terpadu FMIPA, dan Sub Laboratorium Kimia Pusat Universitas Sebelas Maret

10. Ibu Sriwati, Bapak Sunawi, adik Rizky Dwi Ramadhan dan mas Kharis Pratama yang telah memberikan perhatian, dukungan, doa, nasihat dan motivasi kepada penulis.
11. Dewi, Kartiko, mba patimah, dan mba Nela, partner penelitian yang selalu sabar membantu dan menyemangati selama penelitian
12. Susi, Dewi, Wulan, Indri, Riski, dan Tami sahabat-sahabat terbaik dan Teman-teman Kimia 2012 FMIPA UNS yang selalu memberikan dukungan dan semangat selama penelitian hingga penyusunan skripsi
13. Teman-teman kos pondokan putri zahra Mela, dek nisa, dek dian, dek muthi, mba ken, dan yuni rosa yang selalu memberikan dukungan, doa dan semangat
14. Teman-teman KKN Gadingan 2016 mas Cahyo, mas Edo, mas Janu, mas Yusuf, Icut, Devita, Puput, Rani, dan Monic yang selalu memberikan semangat dan dukungan.

Penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis berharap adanya kritik maupun saran yang membangun dari pembaca. Semoga menjadi amalan yang baik dan berguna untuk kemanfaatan yang lebih besar.

Surakarta, 12 Juli 2016

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT.....	v
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang Masalah	1
B. Perumusan Masalah	2
1. Identifikasi Masalah.....	3
2. Batasan Masalah	4
3. Rumusan Masalah.....	5
C. Tujuan Penelitian	6
D. Manfaat Penelitian	6
BAB II LANDASAN TEORI	7
A. Tinjauan Pustaka.....	7
1. Prinsip Dasar Fotokatalitik.....	7
2. Titanium dioksida (TiO ₂)	9
3. Karbon	10
4. Metode <i>Arc Discharge</i>	11
5. Modifikasi Permukaan	12
6. Karakterisasi TiO ₂ -Karbon.....	13
B. Kerangka Pemikiran	18
C. Hipotesis	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	22
A. Metode Penelitian	22
B. Tempat dan Waktu.....	23
C. Alat dan Bahan	23
1. Alat.....	23

2. Bahan.....	23
D. Prosedur Penelitian	24
1. Preparasi sampel.....	24
2. Karakterisasi.....	25
3. Uji fotokatalitik	25
E. Teknik Pengumpulan Data	28
F. Teknik Analisa dan Penyimpulan Hasil	29
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	30
A. Fabrikasi Nanokomposit TiO ₂ -Karbon.....	30
B. Karakterisasi	33
1. <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	33
2. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	39
3. <i>Transsmision Electron Microscopy</i> (TEM)	40
4. UV-Reflektansi.....	41
5. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	41
6. Uji dispersitas	44
C. Aplikasi Uji fotokatalitik.....	47
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
DAFTAR PUSTAKA	52
LAMPIRAN.....	58

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Massa hasil fabrikasi nanopartikel $\text{TiO}_2\text{-C}$	33
Tabel 4.2. Nilai Energi celah pita masing-masing sampel hasil fabrikasi	40
Tabel 4.3. Nilai Energi celah pita masing-masing sampel hasil fabrikasi dengandari hasil plotting $(F(R)h\nu)^{1/2}$ vs E.....	41
Tabel 4.4. Daftar Serapan analisis FTIR dari $\text{TiO}_2\text{-C}$ -Etilendiamin.....	43
Tabel 4.5. Daftar Serapan analisis FTIR dari $\text{TiO}_2\text{-C}$ -Urea.....	44
Tabel 4.6. Nilai %Eff sampel uji pada waktu penyinaran 60 menit	50

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Jenis fasa kristal TiO_2	8
Gambar 2.2. Skema fotoeksitasi yang diikuti oleh deeksitasi pada permukaan Semikonduktor	11
Gambar 2.3. Pola XRD dari (a) material TiO_2 (P25) dan (b) material nanokomposit TiO_2 termodifikasi karbon <i>graphene</i> (P25/GR)	12
Gambar 2.4. Hasil karakterisasi SEM (A dan B) dan TEM (C dan D) dari <i>C doped</i> TiO_2 yang disintesis pada suhu 400°C selama 2 jam	13
Gambar 2.5. Hasil karakterisasi SEM pemetaan karbon (A), Oksigen (B), dan Titanium (C) dari <i>C doped</i> TiO_2	14
Gambar 2.6. Hasil karakterisasi TEM (a) TiO_2/AC , (b) TiO_2/AC DETA dan (c) TiO_2/AC -DETA dengan resolusi tinggi	14
Gambar 2.7. Hasil karakterisasi FSEM pada skala 1000 nm (a) skala 100 nm (b) dan HR-TEM skala 3nm (c) dari $\text{TiO}_2\text{-C}$ (Kang et., 2009)	15
Gambar 2.8. Grafik koefisien adsorpsi terhadap panjang gelombang pada pengukuran reflektan (a) dan grafik <i>Tauc Plot</i> yang menunjukkan besar energi <i>band gap</i> tiap material (b)	16
Gambar 2.9. Spektra FTIR <i>carbon-doped mesoporous</i> TiO_2 pada temperatur berbeda 180°C (CT1), 200°C (CT2), 300°C (CT3), 400°C (CT4), dan 500°C (CT5)	17
Gambar 2.10. Skematik rangkaian alat percobaan pada (a) metode <i>arc-discharge</i> konvensional (b) metode <i>arc-discharge</i> dalam media cair	18
Gambar 2.11. Mekanisme Pembentukan Nanopartikel TiO_2 -Karbon	20
Gambar 3.1. Desain penelitian	24
Gambar 3.2. Skematik alat metode <i>arc-discharge</i>	26

Gambar 4.1. Difraktogram (a) TiO_2 Anatase standar (JCPDS No. 86-1157) dan (b) TiO_2 bahan awal TiO_2 anatase.....	34
Gambar 4.2. Difraktogram (a) Karbon grafit standar (JCPDS No. 75-2078) dan (b) Karbon grafit bahan awal.	34
Gambar 4.3. Perbandingan difraktogram: TiO_2 -C-ED 100(a); TiO_2 -C-ED 50(b); TiO_2 -C-ED 25(c); TiO_2 -C-ED0(d); TiO_2 (e); Grafit (f).	35
Gambar 4.4. Perbandingan difraktogram: TiO_2 -C-U50 (a); TiO_2 -C-U25 (b); TiO_2 -C-U10 (c); TiO_2 -C-U0 (d) ; TiO_2 (e) ; Grafit (f).	36
Gambar 4.5. Analisis SEM (a) TiO_2 anatase (b) TiO_2 -C-ED99 dan TiO_2 -C-U50.....	37
Gambar 4.6. Hasil analisis TEM TiO_2 -C-ED99 (a) dan TiO_2 -C-U50 (b).....	38
Gambar 4.7. Histogram sebaran ukuran nanokomposit TiO_2 -C-U50 dan TiO_2 -C-ED99.....	38
Gambar 4.8. Grafik absorbansi terhadap panjang gelombang	39
Gambar 4.9. Hasil ekstrapolasi langsung pada plotting $(F(R)h\nu)^{1/2}$ vs E	41
Gambar 4.10. Spektra FTIR dari grafit (a) TiO_2 anatase (b) Etilendiamin (c) TiO_2 -C-ED0 (d) TiO_2 -C-ED 25(e) TiO_2 -C-ED50 (f) TiO_2 -C-ED99 (g).....	42
Gambar 4.11. Spektra FTIR dari TiO_2 anatase (a) urea (b) grafit (c) TiO_2 -C-U0 (d) TiO_2 -C-U10 (e) TiO_2 -C-U25 (f) TiO_2 -C-U50 (g) .	43
Gambar 4.12. Uji dispersi TiO_2 -C-urea dan TiO_2 -C-Etilendiamin di dalam akuades dan etanol	45
Gambar 4.13. Ilustrasi karakter permukaan nanopartikel dari struktur heksagonal karbon.....	46
Gambar 4.14. Skema mekanisme fotodegradasi nanokomposit TiO_2 /karbon	48
Gambar 4.15. Grafik waktu penyinaran (menit) terhadap C/C0 pada sampel uji metilen biru (MB), metilen biru dengan TiO_2 ($\text{MB}+\text{TiO}_2$), metilen biru dengan TiO_2 -C-Etilendiamin 99% ($\text{MB}+\text{TiO}_2$ -C-ED99), metilen biru dengan TiO_2 -C-Urea50% ($\text{MB}+\text{TiO}_2$ -C-U50) dan metilen biru dengan TiO_2 -C-	

Etilendiamin 99% menggunakan penyinaran lampu merkuri (MB+TiO ₂ -C-ED99*).....	49
---	----



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	58
A. Perhitungan media cair.....	58
B. Prosedur penelitian	60
1) Preparasi elektroda(Pra-Fabrikasi).....	60
2) Tahapan fabrikasi nanopartikel.....	61
3) Tahapan pengumpulan nanokomposit (Pasca-Fabrikasi)	62
Lampiran 2	63
A. Data analisis	63
1) JCPDS (<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standard</i>)	63
2) <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	65
3) <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i> (EDX)	72
4) Gambar TEM dan Ukuran Partikel	74
Lampiran 3	77
A. Data spektrofotometer UV-Vis	77
B. Uji anova	78
C. Kurva standar metilen biru	79