

**TUGAS AKHIR - TL234839**

**ANALISIS PENGARUH pH ASAM PADA SINTESIS  $\text{TiO}_2$   
DALAM FABRIKASI NANOKOMPOSIT  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  UNTUK  
DEGRADASI *METHYLENE BLUE***

**AWUD EDO**  
NRP 5011201111

Dosen Pembimbing  
**Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si.**  
NIP 197410172006042001  
**Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**  
NIP 198902132020122016

**Program Studi Teknik Material**  
Departemen Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2024





TUGAS AKHIR - TL234839

**ANALISIS PENGARUH pH ASAM PADA SINTESIS TiO<sub>2</sub>  
DALAM FABRIKASI TiO<sub>2</sub>/GQDs UNTUK DEGRADASI  
*METHYLENE BLUE***

**AWUD EDO**  
NRP 5011201111

Dosen Pembimbing  
**Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si.**  
NIP 197410172006042001  
**Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**  
NIP 198902132020122016

**Program Studi Teknik Material**  
Departemen Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2024

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*



**FINAL PROJECT - TL234839**

**ANALYSIS OF ACIDIC pH EFFECT ON TiO<sub>2</sub> SYNTHESIS IN  
THE FABRICATION OF TiO<sub>2</sub>/GQDs NANOCOMPOSITE FOR  
METHYLENE BLUE DEGRADATION**

**AWUD EDO**  
NRP 5011201111

Advisor  
**Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si.**  
NIP 197410172006042001  
**Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.**  
NIP 198902132020122016

**Study Program of Material Engineering**  
Department of Materials and Metallurgical Engineering  
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya  
2024

*(This page is intentionally blank)*

## LEMBAR PENGESAHAN

### ANALISIS PENGARUH pH ASAM PADA SINTESIS $\text{TiO}_2$ DALAM FABRIKASI $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ UNTUK DEGRADASI *METHYLENE BLUE*

#### TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat  
memperoleh gelar Sarjana Teknik pada  
Program Studi S-1 Teknik Material  
Departemen Teknik Material dan Metalurgi  
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

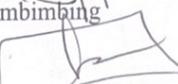
Oleh : Awud Edo  
NRP. 5011201111

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.
2. Vania Mitha Prawiti, S.T., M.T.
3. M. Bagas Ananda, S.T., M.T.
4. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T



  
Pembimbing

  
Ko-Pembimbing

  
Penguji

  
Penguji

SURABAYA  
Juli, 2024

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

**APPROVAL SHEET**

**ANALYSIS OF ACIDIC pH EFFECT ON TiO<sub>2</sub> SYNTHESIS IN THE FABRICATION OF TiO<sub>2</sub>/GQDs NANOCOMPOSITE FOR METHYLENE BLUE DEGRADATION**

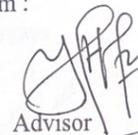
**FINAL PROJECT**

Submitted to fulfill one of the requirements  
for obtaining a degree of Bachelor of Engineering at  
Undergraduate Study Program of Material Engineering  
Department of Materials and Metallurgical Engineering  
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

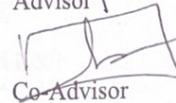
By : **Awud Edo**  
NRP. 5011201111

Approved by Final Project Examiner Team :

1. Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.

  
Advisor

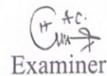
2. Vania Mitha Prawiti, S.T., M.T.

  
Co-Advisor

3. M. Bagas Ananda, S.T., M.T.

  
Examiner

4. Haniffudin Nurdiansah, S.T., M.T.

  
Examiner



**SURABAYA**  
July, 2024

*(This page is intentionally blank)*

## PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP : Awud Edo / 5011201111  
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS  
Dosen Pembimbing/NIP : Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. /  
197410172006042001  
Dosen Ko-Pembimbing/NIP : Vania Mitha Prawiti, S.T., M.T. / 198902132020122016

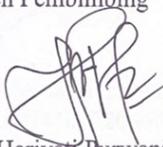
dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “ANALISIS PENGARUH pH ASAM PADA SINTESIS  $\text{TiO}_2$  DALAM FABRIKASI  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  UNTUK DEGRADASI METHYLENE BLUE” adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penelitian ilmiah.

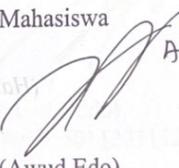
Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 25 Juli 2024

Mengetahui  
Dosen Pembimbing

Mahasiswa

  
(Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si)  
NIP. 197410172006042001

  
(Awud Edo)  
NRP. 5011201111

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of Student/NRP : Awud Edo / 5011201111  
Department : Materials and Metallurgical Engineering INDSYS-ITS  
Advisor/NIP : Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si. / 197410172006042001  
Co-Advisor/NIP : Vania Mitha Prawiti, S.T., M.T. / 198902132020122016

hereby declare that the Final Project with the title of "ANALYSIS OF ACIDIC pH EFFECT ON TiO<sub>2</sub> SYNTHESIS IN THE FABRICATION OF TiO<sub>2</sub>/GQDs NANOCOMPOSITE FOR METHYLENE BLUE DEGRADATION" is the result of my own work, is original, and is written by following the rules of scientific writing.

If in the future there is a discrepancy with this statement, then I am willing to accept sanctions in accordance with the provisions that apply at Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

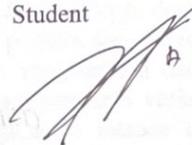
Surabaya, July 25<sup>th</sup> 2024

Acknowledged  
Advisor



(Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.)  
NIP. 197410172006042001

Student



(Awud Edo)  
NRP. 5011201112

*(This page is intentionally blank)*

## ANALISIS PENGARUH pH ASAM PADA SINTESIS TiO<sub>2</sub> DALAM FABRIKASI NANOKOMPOSIT TiO<sub>2</sub>/GQDs UNTUK DEGRADASI METHYLENE BLUE

Nama Mahasiswa / NRP : Awud Edo / 5011201111  
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS  
Dosen Pembimbing : Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si,M.Si.  
Dosen Ko-Pembimbing : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

### Abstrak

Saat ini industri tekstil dan produk tekstil memiliki peran yang cukup penting bagi perekonomian di Indonesia. Pewarna tekstil yang umum digunakan adalah *methylene blue* karena hasil warna yang dihasilkan cerah dan memiliki stabilitas yang baik. Namun jika limbah pewarna tersebut tercemar ke lingkungan maka akan mengakibatkan dampak buruk bagi masyarakat. Degradasi *methylene blue* dengan menggunakan fotokatalis bisa menjadi sebuah solusi sebagai pengolahan air limbah pewarna organik. Pada penelitian ini digunakan material semikonduktor TiO<sub>2</sub> untuk proses fotokatalis karena memiliki *band gap* yang kecil yaitu 3,0 eV dan struktur yang lebih terbuka karena adanya vakansi oksigen pada permukaan. Namun masih terdapat kekurangan dalam penggunaan semikonduktor TiO<sub>2</sub> karena reaksi rekombinasi terjadi secara cepat dan *surface area* yang tidak luas serta penyerapan sinar UV yang terbatas. Perlu dilakukan modifikasi sehingga menjadi sebuah komposit yang berbasis TiO<sub>2</sub>. Dalam hal ini TiO<sub>2</sub> akan membentuk komposit dengan *Graphene Quantum Dots* karena memiliki luas permukaan yang tinggi, dapat mentransfer elektron lebih cepat, serta mampu meningkatkan interaksi antara fotokatalis TiO<sub>2</sub> dengan polutan *methylene blue* sehingga dapat mendegradasi polutan dengan baik dan meningkatkan efisiensi degradasi polutan. *Graphene Quantum Dots* disintesis dengan cara memproses Graphene Oxide (GO) yang berasal dari grafit dengan metode hummer. Tujuan penelitian ini adalah menganalisis pengaruh variasi pH terhadap karakteristik material TiO<sub>2</sub> dari prekursor TiCl<sub>3</sub> menggunakan metode co-precipitation, pengaruh penambahan GQDs terhadap karakterisasi material nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs serta aktivitas katalitik dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dalam mendegradasi polutan *methylene blue*. Metode penelitian dilakukan dengan sintesis TiO<sub>2</sub>, sintesis GQDs, dan sintesis nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH dalam pembentukan TiO<sub>2</sub> dari prekursor TiCl<sub>3</sub> pada pH 3, pH 4, dan pH 5. Kemudian dilakukan pengujian karakterisasi material meliputi uji XRD, FTIR, SEM/EDX, BET, PL dan performa fotokatalis dengan uji fotokatalisis. Berdasarkan pengujian karakterisasi XRD, FTIR, SEM/EDX menunjukkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs berhasil terbentuk. Pada hasil uji BET diperoleh luas permukaan nanokomposit variasi pH 3, pH 4 dan pH 5 sebesar 27,063, 34,980, dan 38,392 m<sup>2</sup>/g dengan ukuran pori sebesar 5,504 nm, 5,758 nm, 5,586 nm yang termasuk dalam jenis mesopori. Pada hasil uji PL menunjukkan pH 5 memiliki intensity paling rendah dan seiring dengan penurunan pH menyebabkan intensity meningkat pada wavelength 530 nm. Kemudian pada hasil uji fotokatalisis dan spektrofotometri UV-Vis menunjukkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan pH 5 memiliki persentase degradasi paling baik dibandingkan variasi lainnya pada waktu penyinaran 6 jam sebesar 98,70%.

**Kata Kunci:** Fotokatalis, GQDs, Methylene blue, TiO<sub>2</sub>

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# ANALYSIS OF ACIDIC pH EFFECT ON TiO<sub>2</sub> SYNTHESIS IN THE FABRICATION OF TiO<sub>2</sub>/GQDs NANOCOMPOSITE FOR METHYLENE BLUE DEGRADATION

**Student Name / NRP** : Awud Edo / 5011201111  
**Department** : Materials and Metallurgical Engineering INDSYS-ITS  
**Advisor** : Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si,M.Si.  
**Co-Advisor** : Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T.

## Abstract

Currently, the textile and textile product industry plays a significant role in Indonesia's economy. One commonly used textile dye is *methylene blue*, known for its bright color and good stability. However, if this dye waste contaminates the environment, it can have adverse effects on the community. The degradation of *methylene blue* using photocatalysts can be a solution for treating organic dye wastewater. This study uses TiO<sub>2</sub> semiconductor material for the photocatalysis process due to its small band gap of 3.0 eV and more open structure due to oxygen vacancies on its surface. Nevertheless, there are drawbacks to using TiO<sub>2</sub> semiconductor, such as rapid recombination reactions, limited surface area, and restricted UV light absorption. Therefore, modification is needed to create a TiO<sub>2</sub>-based composite. In this case, TiO<sub>2</sub> will form a composite with *Graphene Quantum Dots* (GQDs) because they have a high surface area, can transfer electrons faster, and can enhance the interaction between TiO<sub>2</sub> photocatalyst and *methylene blue* pollutants, thus improving pollutant degradation efficiency. *Graphene Quantum Dots* are synthesized by processing Graphene Oxide (GO) derived from graphite using the Hummer method. The aim of this study is to analyze the effect of pH variations on the characteristics of TiO<sub>2</sub> material from TiCl<sub>3</sub> precursor using the co-precipitation method, the impact of adding GQDs on the characterization of TiO<sub>2</sub>/GQDs nanocomposite material, and the catalytic activity of TiO<sub>2</sub>/GQDs nanocomposite in degrading *methylene blue* pollutants. The research method involves synthesizing TiO<sub>2</sub>, GQDs, and TiO<sub>2</sub>/GQDs nanocomposite with pH variations in the formation of TiO<sub>2</sub> from TiCl<sub>3</sub> precursor at pH 3, pH 4, and pH 5. Material characterization tests include XRD, FTIR, SEM/EDX, BET, PL, and photocatalytic performance with photocatalysis tests. Based on XRD, FTIR, SEM/EDX characterization tests, it was shown that the TiO<sub>2</sub>/GQDs nanocomposite was successfully formed. The BET test results showed that the surface area of the nanocomposite at pH variations of 3, 4, and 5 were 27.063, 34.980, and 38.392 m<sup>2</sup>/g with pore sizes of 5.504 nm, 5.758 nm, and 5.586 nm, respectively, classified as mesopores. The PL test results indicated that pH 5 had the lowest intensity, and as the pH decreased, the intensity increased at a wavelength of 530 nm. The photocatalysis and UV-Vis spectrophotometry test results showed that the TiO<sub>2</sub>/GQDs nanocomposite at pH 5 had the best degradation percentage compared to other variations, with 98.70% after 6 hours of irradiation.

**Keywords:** *GQDs, Methylene blue, Photocatalyst, TiO<sub>2</sub>*

*(This page is intentionally blank)*

## KATA PENGANTAR

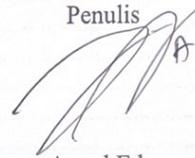
Puji syukur atas kehadiran Allah SWT atas rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan laporan Tugas Akhir yang berjudul “Analisis Pengaruh pH Asam Pada Sintesis TiO<sub>2</sub> Dalam Fabrikasi Nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs Untuk Degradasi *Methylene Blue*”. Selama proses penelitian, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah membantu dan memberi dukungan kepada penulis, di antaranya adalah:

1. Ibu Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si.,M.Si. dan Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T selaku dosen pembimbing yang telah mencurahkan segenap waktu, tenaga, dan pikiran untuk membimbing penulis dalam penelitian ini, serta memberikan motivasi yang membangun.
2. Bapak Sigit Tri Wicaksono, S.Si., M.Si., Ph.D. selaku Kepala Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS.
3. Ibu Azzah Dyah Pramata, S.T., M.T., M.Eng., Ph.D. selaku dosen wali.
4. Orang tua penulis yang tiada hentinya mendoakan dan memberikan dukungan kepada penulis.
5. Pihak lainnya yang berkontribusi dalam Tugas Akhir yang belum dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari penulisan laporan ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca. Semoga laporan ini dapat berguna bagi penulis dan seluruh pihak terkait.

Surabaya, 29 Juli 2024

Penulis



Awud Edo

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>APPROVAL SHEET</b> .....	<b>vii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS</b> .....	<b>ix</b>
<b>STATEMENT OF ORIGINALITY</b> .....	<b>xi</b>
<b>Abstrak</b> .....	<b>xiii</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>xv</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xxi</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xxiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1 Fotokatalis.....	5
2.2 Titanium Oksida (TiO <sub>2</sub> ).....	6
2.2.1 Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> .....	7
2.2.2 Sifat Optik.....	11
2.2.3 Nanopartikel TiO <sub>2</sub> .....	13
2.2.4 Prekursor pembentuk TiO <sub>2</sub> .....	13
2.3 <i>Graphene Quantum Dots</i> (GQDs).....	15
2.4 Nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs.....	17
2.5 Lingkungan Limbah.....	19
2.6 Kajian Penelitian Sebelumnya.....	21
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>23</b>
3.1 Diagram Alir.....	23
3.1.1 Diagram Alir Sintesis TiO <sub>2</sub> .....	23
3.1.2 Diagram Alir Sintesis Graphene Oksida.....	24
3.1.3 Diagram Alir <i>Graphene Quantum Dots</i> .....	25
3.1.4 Diagram Alir Nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs.....	25
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	26
3.2.1 Bahan Penelitian TiO <sub>2</sub> .....	26
3.2.2 Bahan Penelitian GQDs.....	26
3.2.3 Alat Penelitian.....	28
3.3 Metode Penelitian.....	29
3.3.1 Preparasi Sintesis TiO <sub>2</sub> .....	29
3.3.2 Preparasi Sintesis Graphene Oksida.....	29
3.3.3 Preparasi Sintesis <i>Graphene Quantum Dots</i> .....	29
3.3.4 Preparasi Sintesis Nanokomposit GQDs/TiO <sub>2</sub> .....	30
3.4 Pengujian.....	30
3.4.1 Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray (SEM/EDX).....	30
3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD).....	31
3.4.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	33

3.4.4	Brunaur, Emmett, and Teller (BET) .....	34
3.4.5	Fotokatalitik .....	35
3.4.6	Spektrofotometri UV-Vis.....	36
3.4.7	Photoluminescence (PL) .....	37
3.5	Rancangan Penelitian .....	37
3.6	Jadwal Penelitian.....	38
<b>BAB IV</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>39</b>
4.1	Sintesis dan Karakterisasi TiO <sub>2</sub> .....	39
4.1.1	Hasil Pengujian X-Ray Diffraction (XRD) .....	39
4.1.2	Hasil Pengujian Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR) .....	42
4.1.3	Hasil Pengujian UV-Vis.....	45
4.1.4	Hasil Pengujian Photoluminescence (PL).....	49
4.1.5	Hasil Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM).....	50
4.1.6	Hasil Pengujian Brunaur, Emmett, and Teller (BET).....	56
4.1.7	Hasil Pengujian Fotokatalitik.....	58
<b>BAB V</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>69</b>
5.1	Kesimpulan .....	69
5.2	Saran.....	69
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>71</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>		<b>77</b>
<b>UCAPAN TERIMA KASIH .....</b>		<b>103</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>		<b>105</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b> Skema ilustrasi fotokatalis TiO <sub>2</sub> (Zangeneh et al., 2015). .....	6
<b>Gambar 2.2</b> Skematik fasa dari TiO <sub>2</sub> , (a) anatase, (b) rutile, dan (c) brookite.....	9
<b>Gambar 2.3</b> Hasil Pengujain XRD TiO <sub>2</sub> Rutile .....	10
<b>Gambar 2.4</b> XRD TiO <sub>2</sub> Rutile sesuai JCPDS No.21-1276 .....	10
<b>Gambar 2.5</b> Hasil Pengujain FTIR TiO <sub>2</sub> .....	10
<b>Gambar 2.6</b> Hasil Pengujian SEM pada TiO <sub>2</sub> Rutile.....	11
<b>Gambar 2.7</b> Struktur pita elektronik TiO <sub>2</sub> fase anatase U+7eV.....	12
<b>Gambar 2.8</b> Struktur 2D TTIP .....	14
<b>Gambar 2.9</b> Sintesis QD Fluorisiensi pemisahan top-down dari molekul besar dan bottom-up dari molekul kecil. ....	16
<b>Gambar 2.10</b> Hasil pengujian XRD dari GQDs.....	17
<b>Gambar 2.11</b> Hasil pengujian FTIR dari GQDs .....	17
<b>Gambar 2.12</b> Hasil pengujian XRD dari Nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs .....	18
<b>Gambar 2.13</b> Hasil pengujian FTIR dari Nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs.....	19
<b>Gambar 2.14</b> Gugus – gugus kromofor dalam zat warna .....	20
<b>Gambar 2.15</b> Struktur Metilen Biru .....	20
<b>Gambar 3.1</b> Diagram alir sintesis TiO <sub>2</sub> .....	23
<b>Gambar 3.2</b> Diagram alir sintesis graphene oksida.....	24
<b>Gambar 3.3</b> Diagram alir sintesis GQDs top-down metode asam .....	25
<b>Gambar 3.4</b> Diagram alir nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs.....	25
<b>Gambar 3.5</b> TiCl <sub>3</sub> dengan kandungan 15% HCl.....	26
<b>Gambar 3.6</b> Ammonia Solution 25% atau NH <sub>4</sub> OH .....	26
<b>Gambar 3.7</b> Natrium Hidroksida atau NaOH.....	26
<b>Gambar 3.8</b> Sulfuric Acid atau H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	26
<b>Gambar 3.9</b> Hydrochloric Acid atau HCl .....	27
<b>Gambar 3.10</b> Potassium Permanganate atau KMnO <sub>4</sub> .....	27
<b>Gambar 3.11</b> Sodium Nitrate atau NaNO <sub>3</sub> .....	27
<b>Gambar 3.12</b> Hydrogen Peroxide atau H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	28
<b>Gambar 3.13</b> Instrumen SEM .....	30
<b>Gambar 3.14</b> Instrumen XRD .....	31
<b>Gambar 3.15</b> Prinsip kerja XRD .....	31
<b>Gambar 3.16</b> Instrumen Pengujian FTIR.....	33
<b>Gambar 3.17</b> Skema kerja alat FTIR .....	33
<b>Gambar 3.18</b> Instrumen Pengujian BET .....	34
<b>Gambar 3.19</b> (a) Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut IUPAC dan (b) klasifikasi berdasarkan loop <i>hysteresis</i> .....	34
<b>Gambar 3.20</b> Instrumen UV-Vis Genesys 10S UV-Vis Spectrometer .....	36
<b>Gambar 3.21</b> Skema uji PL.....	37
<b>Gambar 4.1</b> Hasil Pengujian XRD pada TiO <sub>2</sub> dengan pH 3, pH 4, dan pH 5.....	39
<b>Gambar 4.2</b> Hasil Pengujian XRD pada Grafit, GO, dan GQDs .....	40
<b>Gambar 4.3</b> Hasil pengujian XRD nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs dengan masing-masing variasi pH.....	41
<b>Gambar 4.4</b> Hasil pengujian FTIR pada TiO <sub>2</sub> dengan pH 3, pH 4, dan pH 5.....	42
<b>Gambar 4.5</b> Hasil pengujian FTIR pada Graphite, Graphene Oxide, dan <i>Graphene</i> <i>Quantum Dots</i> .....	43
<b>Gambar 4.6</b> Hasil pengujian FTIR pada TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3, TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4, TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5 .....	44

<b>Gambar 4.7</b> Hasil pengujian Uv-Vis <i>Methylene blue</i> .....	45
<b>Gambar 4.8</b> Kurva regresi linear hubungan konsentrasi terhadap absorbansi <i>methylene blue</i> .....	46
<b>Gambar 4.9</b> Hasil Perhitungan <i>Band Gap</i> pada TiO <sub>2</sub> dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5.....	47
<b>Gambar 4.10</b> Hasil Perhitungan <i>Band Gap</i> pada TiO <sub>2</sub> /GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5.....	48
<b>Gambar 4.11</b> Hasil Pengujian PL pada nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada masing-masing variasi.....	49
<b>Gambar 4.12</b> Hasil pengujian SEM pada TiO <sub>2</sub> dengan variasi pH, pada pH 3 (a) perbesaran 5.000x, (b) perbesaran 10.000x, pada pH 4 (c) perbesaran 5.000x, (d) perbesaran 10.000x, pada pH 5 (e) perbesaran 5.000x, (f) perbesaran 10.000x.....	50
<b>Gambar 4.13</b> Hasil pengujian SEM pada (a) Grafit perbesaran 10000x, (b) Grafit perbesaran 15000x, (c) Graphene Oxide perbesaran 10000x, (d) Graphene Oxide perbesaran 15000x, (e) <i>Graphene Quantum Dots</i> perbesaran 10000x, (f) <i>Graphene Quantum Dots</i> perbesaran 15000x.....	52
<b>Gambar 4.14</b> Hasil pengujian SEM pada TiO <sub>2</sub> /GQDs dengan variasi pH, pada pH 3 (a) perbesaran 5.000x, (b) perbesaran 10.000x, pada pH 4 (c) perbesaran 5.000x, (d) perbesaran 10.000x, pada pH 5 (e) perbesaran 5.000x, (f) perbesaran 10.000x.....	53
<b>Gambar 4.15</b> Hasil kurva EDX nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 3.....	54
<b>Gambar 4.16</b> Hasil kurva EDX nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 4.....	55
<b>Gambar 4.17</b> Hasil kurva EDX nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 5.....	56
<b>Gambar 4.18</b> Kurva adsorpsi isothermal TiO <sub>2</sub> /GQDs pada masing-masing variasi pH.....	57
<b>Gambar 4.19</b> Hubungan ukuran pori dengan volume pori nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada masing-masing variasi.....	58
<b>Gambar 4.20</b> Pengamatan visual larutan <i>methylene blue</i> setelah uji fotokatalisis berdasarkan pH dengan (a) TiO <sub>2</sub> pH 3, (b) TiO <sub>2</sub> pH 4, (c) TiO <sub>2</sub> pH 5.....	59
<b>Gambar 4.21</b> Pengamatan visual larutan <i>methylene blue</i> setelah uji fotokatalisis berdasarkan pH dengan (a) TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3, (b) TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4, (c) TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5.....	59
<b>Gambar 4.22</b> Grafik nilai absorbansi katalis pada TiO <sub>2</sub> dan nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada setiap variasi pH terhadap <i>Methyelen Blue</i> .....	61
<b>Gambar 4.23</b> Diagram Batang nilai absorbansi katalis pada TiO <sub>2</sub> dan nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada setiap variasi pH terhadap <i>Methyelen Blue</i> .....	61
<b>Gambar 4.24</b> Grafik nilai absorbansi katalis pada TiO <sub>2</sub> dan nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada setiap variasi pH terhadap <i>Methyelen Blue</i> .....	63
<b>Gambar 4.25</b> Diagram Batang nilai absorbansi katalis pada TiO <sub>2</sub> dan nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada setiap variasi pH terhadap <i>Methyelen Blue</i> .....	63
<b>Gambar 4.26</b> Grafik konsentrasi <i>methylene blue</i> terhadap waktu sesuai kinetika <i>zero order</i> .....	64
<b>Gambar 4.27</b> Grafik ln C terhadap waktu sesuai kinetika <i>first order</i> .....	65
<b>Gambar 4.28</b> Grafik 1/C terhadap waktu sesuai kinetika <i>second order</i> .....	65
<b>Gambar 4.29</b> Hubungan nilai absorbansi dengan panjang gelombang terhadap degradasi <i>methylene blue</i> .....	66

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b> Sifat fisika TiO <sub>2</sub> .....	7
<b>Tabel 2.2</b> Sifat fisik dan Kimia Pada Struktur TiO <sub>2</sub> .....	9
<b>Tabel 2.3</b> Sifat dan Koordinat Energi Celah Pita TiO <sub>2</sub> .....	12
<b>Tabel 2.4</b> Sifat Fisika dan Kimia TiCl <sub>3</sub> .....	14
<b>Tabel 2.5</b> Sifat Fisika dan Kimia TiCl <sub>4</sub> .....	14
<b>Tabel 2.6</b> Sifat kimia titanium isopropoksida .....	15
<b>Tabel 2.7</b> Kajian Penelitian Sebelumnya .....	21
<b>Tabel 3.1</b> Informasi hasil pengujian XRD .....	32
<b>Tabel 3.2</b> Rancangan Penelitian.....	37
<b>Tabel 3.3</b> Jadwal Penelitian .....	38
<b>Tabel 4.1</b> Hasil perhitungan nilai ukuran kristal pada sampel TiO <sub>2</sub> dengan variasi pH.....	40
<b>Tabel 4.2</b> Daerah serapan FTIR TiO <sub>2</sub> dari masing-masing variasi.....	42
<b>Tabel 4.3</b> Daerah serapan FTIR dari Grafit, GO, dan GQDs .....	43
<b>Tabel 4.4</b> Daerah serapan FTIR dari TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3, TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4, TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5 .....	44
<b>Tabel 4.5</b> Nilai absorbansi <i>methylene blue</i> .....	46
<b>Tabel 4.6</b> Hasil perhitungan <i>band gap energy</i> pada TiO <sub>2</sub> .....	47
<b>Tabel 4.7</b> Hasil perhitungan <i>band gap energy</i> pada TiO <sub>2</sub> /GQDs .....	48
<b>Tabel 4.8</b> Komposisi unsur pada nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 3.....	54
<b>Tabel 4.9</b> Komposisi unsur pada nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 4.....	55
<b>Tabel 4.10</b> Komposisi unsur pada nanokomposit TiO <sub>2</sub> /GQDs pada pH 5.....	56
<b>Tabel 4.11</b> Hasil pengujian BET.....	56
<b>Tabel 4.12</b> Nilai absorbansi larutan <i>methylene blue</i> setiap sampel .....	60
<b>Tabel 4.13</b> Nilai konsentrasi (ppm) larutan <i>methylene-blue</i> di setiap sampel .....	62
<b>Tabel 4.14</b> Nilai persentase degradasi larutan <i>methylene blue</i> di setiap sampel .....	62
<b>Tabel 4.15</b> Perbandingan kinetika degradasi <i>methylene blue</i> sesuai <i>zero order, first order</i> , dan <i>second</i> .....	66
<b>Tabel 4.16</b> Tabulasi Hasil Pengujian .....	67

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Dengan berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi, maka perkembangan industri berada pada garis yang sama terhadap segala bidang yang ada. Salah satu contoh perkembangan industri yang mengalami peningkatan yang cukup pesat yaitu dalam dunia tekstil. Selain memberikan banyak hal positif bagi kehidupan manusia, perkembangan industri tekstil juga menimbulkan dampak negatif bagi lingkungan. Salah satu efek samping dari meningkatnya industri tekstil ini yaitu meningkatnya jumlah penggunaan zat warna. Terdapat lebih dari 700.000 ton bahan pewarna yang diproduksi tiap tahun dengan 10.000 jenis pewarna dan sekitar 20% dari zat warna tekstil yang telah digunakan akan terbuang bersama limbah pada tahap pewarnaan (Haryo Tejo Prakoso, 2022). Salah satu zat warna tekstil yang sering digunakan dalam industri tekstil yaitu metilen biru karena relatif murah dan mudah didapatkan. Metilen biru merupakan zat warna yang stabil sehingga sulit terdegradasi di alam dan berbahaya bagi lingkungan apabila dalam konsentrasi yang tinggi. Oleh karena itu, diperlukan pengelolaan limbah metilen biru ini agar tidak dibuang sembarangan sehingga mencemari dan merusak ekosistem, menyebabkan kematian bagi makhluk hidup perairan, dan berbahaya bagi manusia dan satwa lainnya apabila zat tersebut masuk ke dalam tubuh makhluk hidup tersebut. Berdasarkan dampak yang ditimbulkan dari penggunaan metilen biru ini, menjadi alasan pentingnya menghilangkan zat warna tersebut agar tidak sampai mencemari lingkungan. Terdapat berbagai metode yang bisa diterapkan dalam mengatasi masalah limbah zat warna ini seperti teknik klorinasi, biodegradasi, dan ozonasi. Namun biaya yang relatif mahal dan berakibat kurangnya efisiensi jika metode tersebut digunakan. Sehingga perlu dikembangkan metode yang murah dan cukup praktis untuk digunakan dalam pengelolaan limbah yaitu menggunakan metode fotokatalitik, metode ini dapat digunakan untuk mendegradasi polutan sehingga tidak mencemari lingkungan. Proses ini dibantu dengan semikonduktor seperti :  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dan lainnya (Ida Ayu Gede Widihati, 2011).

Pada penelitian ini digunakan semikonduktor berupa  $\text{TiO}_2$  karena sifatnya memiliki kestabilan yang tinggi, ketersediaan yang melimpah di alam, dan harga yang relatif murah. Titanium dioksida atau titania ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan semikonduktor yang memiliki *band gap* sekitar (3,0 eV-3,5 eV) tetapi hanya memiliki efisiensi fotokatalitik sebesar 5% dari energi matahari. Agar penggunaan energi matahari lebih optimal, maka perlu dilakukan upaya untuk memperkecil *band gap* dengan cara memodifikasi struktur, luas permukaan dan ukuran partikel dengan menambahkan dopan ataupun komposit (Nurmawarti et al., 2009).

Untuk mengatasi masalah  $\text{TiO}_2$  tersebut, maka perlu meningkatkan efisiensi kerjanya dengan membentuk  $\text{TiO}_2$  berukuran nano.  $\text{TiO}_2$  yang memiliki ukuran nano akan menurunkan *band gap* sehingga memudahkan elektron yang tereksitasi pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Pergeseran penyerapan ke daerah sinar tampak juga dilakukan dengan mengkompositkan  $\text{TiO}_2$  karena pada umumnya  $\text{TiO}_2$  digunakan dalam bentuk serbuk. Hal ini tidak cukup efektif, karena diperlukan jumlah  $\text{TiO}_2$  yang cukup banyak (D'Amato et al., 2018). Untuk mengatasi tersebut dapat dilakukan dengan cara mengembangkannya sebagai suatu komposit. Salah satu material yang bisa digunakan yaitu *Graphene Quantum Dots* (GQDs) karena memiliki luas permukaan yang besar, dimana hal ini sangat baik untuk meningkatkan interaksi antara fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dan polutan metilen biru sehingga memungkinkan untuk menghasilkan degradasi polutan yang lebih tinggi. GQDs juga berperan sebagai transfer elektron yang cepat sehingga dapat meningkatkan efisiensi dari degradasi polutan metilen biru. Manfaat lainnya yaitu peningkatan penyerapan cahaya menjadi keunggulan dari GQDs karena mampu menyerap cahaya dalam berbagai rentang spektrum termasuk ultraviolet dan tampak. Hal ini lah yang membuat

komposit antara GQDs dengan  $\text{TiO}_2$  akan meningkatkan penggunaan energi cahaya matahari dalam upaya untuk mendegradasi polutan metilen biru (Selvakumar et al., 2022). Untuk mengatasi masalah  $\text{TiO}_2$  tersebut dapat ditingkatkan efisiensi kerjanya dengan membentuk  $\text{TiO}_2$  berukuran nano.  $\text{TiO}_2$  yang memiliki ukuran nano akan menurunkan energi celah pita sehingga memudahkan terjadinya eksitasi elektron pada permukaan  $\text{TiO}_2$ . Pergeseran penyerapan ke daerah sinar tampak juga dilakukan dengan mengkompositkan  $\text{TiO}_2$  karena pada umumnya  $\text{TiO}_2$  digunakan dalam bentuk serbuk. Hal ini tidak cukup efektif, karena diperlukan jumlah  $\text{TiO}_2$  yang cukup banyak (D'Amato et al., 2018). Untuk mengatasi tersebut dapat dilakukan dengan cara mengembangkannya sebagai suatu komposit. Salah satu material yang bisa digunakan yaitu *Graphene Quantum Dots* (GQDs) karena memiliki luas permukaan yang besar, dimana hal ini sangat baik untuk meningkatkan interaksi antara fotokatalis  $\text{TiO}_2$  dan polutan metilen biru sehingga memungkinkan untuk menghasilkan degradasi polutan yang lebih tinggi. GQDs juga berperan sebagai transfer elektron yang cepat sehingga dapat meningkatkan efisiensi dari degradasi polutan metilen biru. Manfaat lainnya yaitu peningkatan penyerapan cahaya menjadi keunggulan dari GQDs karena mampu menyerap cahaya dalam berbagai rentang spektrum termasuk ultraviolet dan tampak. Hal ini lah yang membuat komposit antara GQDs dengan  $\text{TiO}_2$  akan meningkatkan penggunaan energi cahaya matahari dalam upaya untuk mendegradasi polutan metilen biru (Selvakumar et al., 2022).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, salah satu cara untuk menurunkan celah pada pita yaitu dengan variasi pH. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan disintesis  $\text{TiO}_2$  dengan Prekursor  $\text{TiCl}_3$  menggunakan metode co-precipitation menggunakan variasi pH dalam kondisi asam untuk menentukan fase dan morfologi pada  $\text{TiO}_2$  kemudian dikompositkan dengan GQDs menggunakan metode pencampuran fisik. Setelah terbentuk komposit akan dilakukan pengujian terhadap polutan metilen biru dan hasil dari komposit diuji apakah mampu untuk mendegradasi polutan yang ada pada hasil limbah tekstil.

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka rumusan masalah pada penelitian adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh variasi pH terhadap karakteristik material  $\text{TiO}_2$  dari precursor  $\text{TiCl}_3$ ?
2. Bagaimana pengaruh penambahan GQDs terhadap karakterisasi material nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ ?
3. Bagaimana pengaruh aktivitas katalitik dari nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  terhadap degaradasi polutan *methylene blue*?

## 1.3 Batasan Masalah

Adapun batas masalah pada penelitian ditetapkan untuk mendapatkan hasil optimal dan sesuai dengan yang diharapkan adalah sebagai berikut:

1. Konsentrasi *methylene blue* dianggap sama
2. Fluktuasi temperature *furnace* diabaikan
3. Tekanan dan temperature udara dianggap konstan
4. Material *loss* dianggap tidak ada pada saat reaksi
5. Kecepatan *stirring* dianggap konstan

## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Melakukan analisis pengaruh variasi pH terhadap karakteristik material  $\text{TiO}_2$  dari precursor  $\text{TiCl}_3$

2. Analisis pengaruh penambahan GQDs terhadap karakteristik nanokomposit material TiO<sub>2</sub>/GQDs
3. Analisis aktivitas katalitik dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs terhadap degradasi polutan *methylene blue*

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut:

1. Memberikan ilmu pengetahuan terkait bagaimana mengatasi limbah cair dari perusahaan tekstil yaitu *methylene blue*
2. Memberikan informasi dan rujukan terkait proses sintesis TiO<sub>2</sub>, GQDs, dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs

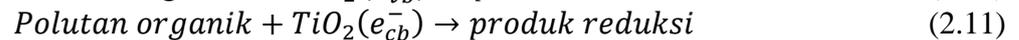
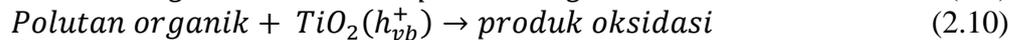
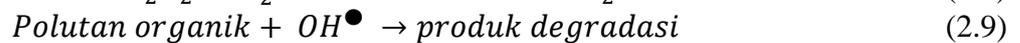
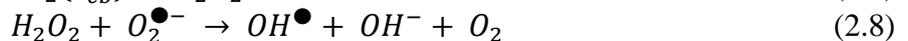
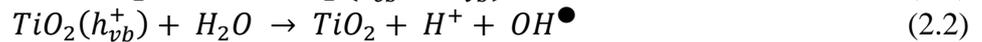
*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

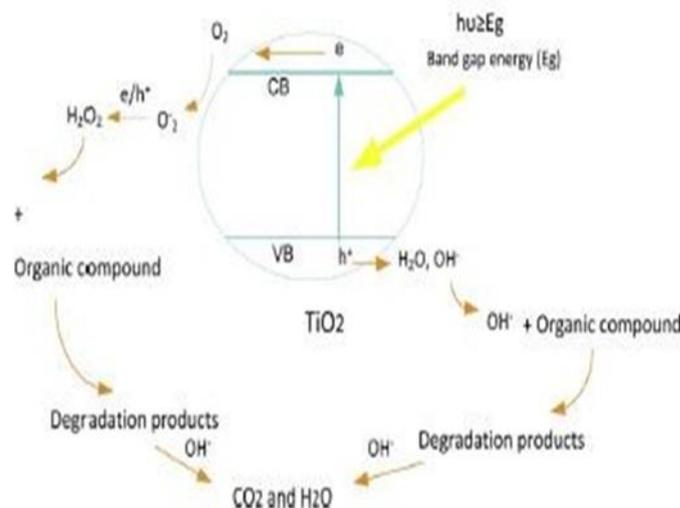
### 2.1 Fotokatalis

Fotokatalis merupakan gabungan bidang ilmu fotokimia dan katalis. Fotokatalis masuk ke dalam kategori proses oksidasi tingkat lanjut, di mana proses tersebut berguna untuk mendegradasi limbah polutan yang berada di lingkungan perairan. Proses fotokimia adalah proses transformasi secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai sumbernya. Sedangkan katalis adalah zat yang dapat mempercepat jalannya suatu reaksi dengan cara mengubah mekanisme reaksi tanpa ikut berpartisipasi pada reaksi tersebut. Bahan-bahan yang dapat digunakan sebagai fotokatalis adalah bahan yang memiliki celah pita energi (energy band gap), seperti kebanyakan logam transisi yang dikenai cahaya maka energi cahaya tersebut dapat mengeksitasi elektron dari pita valensi menuju pita konduksi. Hal ini terjadi karena energi cahaya yang diberikan sama atau lebih besar daripada celah pita energi dari bahan tersebut (Sutanto et al., 2015).

Dalam material semikonduktor, pita energi terendah dan pita energi tertinggi dipisahkan oleh daerah energi kosong yang disebut dengan celah pita energi (*band gap energy*), yang berada diantara batas pita valensinya dan diberi notasi E<sub>bg</sub>. Besarnya celah pita energi ini dapat diukur dengan menggunakan panjang gelombang cahaya yang lebih baik dalam mengeksitasi elektron. Ketika foton mengenai permukaan dari material semikonduktor dan energi tersebut sama atau lebih besar dari E<sub>bg</sub>, elektron yang berada di pita valensi akan berpindah menuju pita konduksi. Elektron yang berada di pita konduksi akan mereduksi molekul oksigen menjadi anion superoksida. Sedangkan, elektron dari pita valensi dapat mencapai pita konduksi dan akan terbentuk lubang (holes) sebanyak elektron yang berpindah, dimana hole tersebut akan mengoksidasi molekul air menjadi radikal hidroksil yang kemudian bereaksi dengan molekul limbah warna dan menghasilkan molekul intermediet yang tidak berbahaya. Reaksi yang terjadi selama proses fotokatalis pada material TiO<sub>2</sub> mengikuti urutan reaksi sebagai berikut:



Muatan pada material TiO<sub>2</sub> (e<sub>cb</sub><sup>-</sup> + h<sub>vb</sub><sup>+</sup>) mengalami rekombinasi. H<sub>vb</sub><sup>+</sup> bereaksi dengan spesies oksidatif (H<sub>2</sub>O, OH<sup>-</sup>, dan polutan organik), sementara e<sub>cb</sub><sup>-</sup> bereaksi dengan spesies reduktif (O<sub>2</sub>) dalam larutan. Gabungan ini membentuk senyawa radikal hidroksil (OH<sup>•</sup>), senyawa anion radikal superoksida (O<sub>2</sub><sup>•-</sup>) serta terbentuk radikal hidroperoksil (HOO<sup>•</sup>) pada bagian permukaan material fotokatalis. Hasil dari reaksi ini yaitu kemampuan untuk mengurangi polutan organik (Zangeneh et al., 2015).



**Gambar 2.1** Skema ilustrasi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  (Zangeneh et al., 2015).

Material semikonduktor menjadi material yang banyak digunakan dalam penelitian mengenai fotodegradasi polutan organik karena keunggulan yang dimilikinya berupa kemampuan untuk mendegradasi polutan, biaya yang terjangkau, dan dapat digunakan pada temperatur dan tekanan yang rendah. Namun tidak semua material semikonduktor dapat digunakan sebagai material fotokatalis. Material semikonduktor yang baik harus memenuhi syarat: foto aktif, efisiensi konversi cahaya ke energi kimia, kestabilan kimia dan fisik, Tahan terhadap foto korosi, ketersediaan dan harga yang terjangkau, dan tidak beracun.

Salah satu potensi signifikan dari fotokatalisis adalah mengubah karbon pada senyawa anorganik seperti  $\text{CO}_2$  menjadi senyawa organik yang lebih berguna. Selain menghasilkan produk senyawa organik yang dapat digunakan untuk keperluan tertentu, transformasi  $\text{CO}_2$  ini juga dapat membantu mengurangi laju emisi  $\text{CO}_2$  di atmosfer dalam jangka waktu tertentu. Hal ini sangat penting mengingat isu lingkungan global saat ini terkait kontribusi  $\text{CO}_2$  terhadap efek rumah kaca. Efisiensi reduksi  $\text{CO}_2$  sangat bergantung pada jenis fotokatalis yang digunakan. Beberapa penelitian telah menunjukkan bahwa  $\text{CO}_2$  dapat direduksi secara fotokatalisis dalam larutan atau uap air dengan menggunakan  $\text{TiO}_2$ , walaupun tingkat efisiensinya masih sangat rendah (Sutanto et al., 2015).

## 2.2 Titanium Oksida ( $\text{TiO}_2$ )

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) atau yang biasa disebut sebagai titanium (IV) oksida dan titania adalah oksida dari unsur titanium (Ti) yang memiliki berat molekul 79,90 g/mol, densitas 4,26 g/cm<sup>3</sup> dengan bentuk serbuk berwarna putih. Dari beberapa jenis material semikonduktor yang digunakan sebagai material fotokatalis,  $\text{TiO}_2$  merupakan bahan semikonduktor yang memiliki sifat optik yang baik, aktivitas fotokatalitik yang baik serta mempunyai nilai celah pita energi yang lebar yaitu 3,20 eV yang hanya aktif dalam paparan cahaya ultraviolet untuk membentuk radikal hidroksil sebagai bahan fotokatalis (Amni Pataya et al., 2016). Titanium dioksida adalah senyawa yang memiliki luas permukaan cukup besar dengan struktur permukaan yang terkontrol, sehingga memiliki kemampuan transfer elektron yang tinggi (Mochammad Anang Mustaghfiri Munasir, 2023).

$\text{TiO}_2$  merupakan salah satu material yang penting di dalam dunia fotokatalis dan pengolahan limbah karena memiliki beberapa kelebihan, antara lain: sifat optik yang baik, tidak beracun, inert, aktivitas fotokatalis yang baik, harga yang relatif murah, ketersediaan yang berlimpah, tidak larut dalam air, energi celah pita yang lebar yaitu 3,0 eV pada fasa rutilenya, luas permukaan yang besar, fotosensitif, stabilitas mekanik tinggi, sifat dielektrik,

biocompatible dan ramah lingkungan (Amananti et al., 2015). Dari kelebihan sifat-sifat tersebut dapat ditingkatkan lebih lanjut dengan cara mendesain TiO<sub>2</sub> menjadi berbagai macam ukuran partikel, kristalinitas, dan morfologi kristal. Dari kelebihan tersebut, titanium dioksida digunakan dalam berbagai aplikasi fotokatalis seperti material yang berguna untuk mendegradasi polutan, pengendalian korosi dengan menggunakan metode pelapisan, pigmen putih untuk cat atau produk kosmetik, dan sebagai piranti elektrik (Diebold, 2003).

**Tabel 2.1** Sifat fisika TiO<sub>2</sub> (Diebold, 2003)

No	Sifat	Nilai
1	Densitas	4 g.cm <sup>-3</sup>
2	Porositas	0%
3	Modulus Shear	90 Gpa
4	Elastisitas	23 Gpa
5	Resistivitas (25°C)	10 <sup>12</sup> Ω.cm
6	Resistivitas (700°C)	2,5×10 <sup>4</sup> Ω.cm
7	Konstanta dielektrik 1 MHz	85 Volt/mil
8	Ekspansi termal RT- 1000 °C	9 × 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
9	Konduktivitas termal 25°C	11,7 WmK <sup>-1</sup>

### 2.2.1 Struktur Kristal TiO<sub>2</sub>

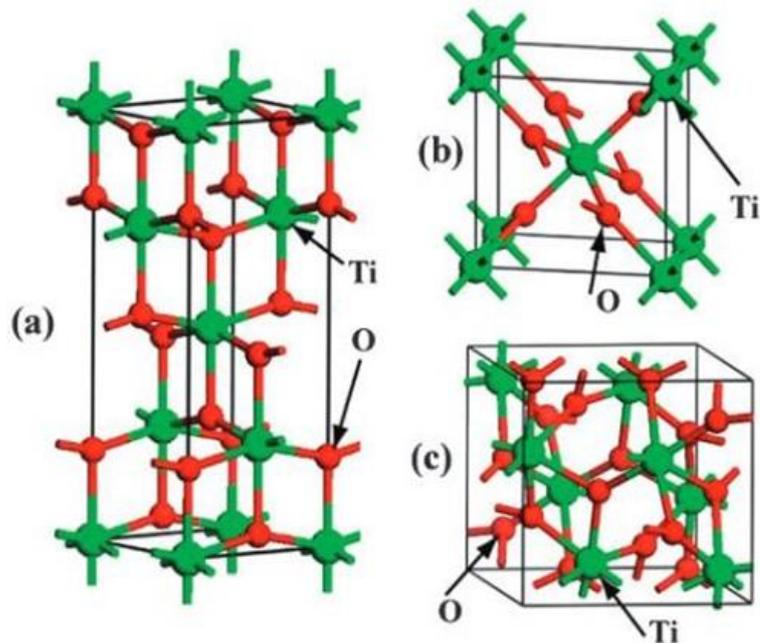
Aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> ditentukan oleh berbagai macam faktor yang berpengaruh terhadap kinerja fotokatalisnya. Salah satu faktor yang mempengaruhi kinerja tersebut adalah struktur kristalinitas. TiO<sub>2</sub> memiliki tiga bentuk struktur kristal yaitu rutile (tetragonal), anatase (Tetragonal) dan brookite (ortorombik) dengan densitas masing-masing adalah 4,240, 3,830, dan 4,33 g/cm<sup>3</sup> (Khataee et al., 2009). Anatase dan rutile memiliki struktur kristal tetragonal tetapi terdapat perbedaan di dalam kelompok ruangnya (*space group*) sedangkan struktur kristal brookite paling tidak stabil dan sulit untuk dipreparasi sehingga sulit diamati. Secara umum fase anatase memiliki efek fotokatalis yang lebih baik dibandingkan dengan fase rutile. Hal ini dikarenakan luas permukaan tipe anatase lebih besar dari pada rutile sehingga sisi aktif (*defect sites*) per unit anatase lebih besar dibandingkan rutile. Hal ini juga dapat dilihat dari fase anatase dan rutile yang memiliki energi celah pita 3,20 eV dan 3,02 eV pada tiap masing-masing fase tersebut. Pada fase rutile dan anatase terdapat reaktivitas dalam proses fotokatalisnya, namun dalam aplikasinya anatase memiliki potensi yang lebih besar sehingga memiliki kemampuan yang lebih reaktif untuk penyerapan energi foton.

Dari data di atas dapat dilihat bahwa anatase memiliki celah pita yang lebih besar terhadap rutile. Meskipun hal tersebut membuat penurunan terhadap penyerapan cahaya, tetapi hal tersebut mampu meningkatkan kekuatan oksidasi elektron dan memfasilitasi transfer elektron dari TiO<sub>2</sub> ke molekul yang teradsorpsi. Penjelasan ini juga telah diperluas untuk menjelaskan aktivitas yang berhubungan dalam struktur permukaan TiO<sub>2</sub> karena hal tersebut mampu menghasilkan celah pita yang berbeda (Liu et al., 2019). Sifat permukaan dapat dikategorikan menjadi efek kimia seperti struktur koordinasi permukaan yang mengontrol adsorpsi molekul, struktur elektronik dari permukaan dimana keadaan terinduksi adsorbat seperti hidroksil menjadi perangkap muatan dan pemisahan di permukaan, interaksi molekul dengan permukaan cacat, dan perbedaan potensial yang mempengaruhi transfer muatan dari fotokatalis molekul (Diebold, 2003).

Terbentuknya struktur kristal dari  $\text{TiO}_2$  ini dapat terjadi karena pengaruh dari variasi pH. Derajat keasaman yang tinggi dalam larutan medium dapat menghasilkan  $\text{TiO}_2$  dengan fase rutile, sedangkan derajat keasaman yang rendah dapat membentuk fase anatase (Ibrahim et al., 2022). Hal ini dijelaskan menggunakan konsep model muatan parsial, di mana konsep ini menjelaskan hidrolisis kation titanium terjadi pada kondisi keasaman yang kuat. Pada kondisi ini  $[\text{Ti}(\text{OH})(\text{OH}_2)_5]^{3+}$  akan terbentuk, tetapi karena adanya muatan positif dari gugus hidroksil, maka spesies tersebut tidak terbentuk. Ketika kadar keasaman tidak cukup rendah untuk menstabilkan prekursor ini, akan terjadi deprotonasi untuk membentuk spesies baru  $[\text{Ti}(\text{OH})_2(\text{OH}_2)_5]^{2+}$ . Namun, spesies ini juga tidak terjadi kondensasi karena oksolasi intramolekul spontan yang membentuk  $[\text{TiO}(\text{OH}_2)_5]^{2+}$ . Selanjutnya, kondensasi anatase dan rutile dimulai ketika aktivitas larutan aktif cukup untuk terjadi deprotonasi lebih lanjut menjadi  $[\text{TiO}(\text{OH})(\text{OH}_2)_4]^+$ , yang mana ini dapat mengalami deoksolasi intramolekul  $[\text{TiO}(\text{OH})_3(\text{OH}_2)_3]^+$  tergantung derajat keasaman. Pada pH rendah tidak terjadi deoksolasi, tetapi terjadi oksolasi yang menyebabkan pertumbuhan linier sepanjang bidang ekuator kation. Reaksi ini membentuk fase rutile karena oksolasi yang berada pada antara rantai linier yang dihasilkan. Sedangkan pada pH yang tinggi, ketika terjadi deoksolasi, kondensasi dapat terjadi di sepanjang arah apikal yang menuju ke rantai struktur anatase. Dapat disimpulkan bahwa pH memengaruhi pembentukan struktur kristal dengan keasaman yang tinggi mendorong pembentukan rutile dan keasaman yang lebih rendah menyebabkan pembentukan anatase (Ibrahim et al., 2022).

Aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  sangat bergantung pada struktur fasa, ukuran kristal, luas permukaan spesifik, dan struktur pori. Meskipun anatase memiliki kemampuan absorpsi yang lebih rendah terhadap cahaya matahari tetapi aktivitas fotokatalitik anatase memiliki kemampuan yang lebih baik dibandingkan rutile. Dari penjelasan diatas fase anatase memiliki kapasitas adsorpsi permukaan yang lebih tinggi pada gugus hidroksilnya sedangkan untuk tingkat rekombinasi pembawa muatan memiliki kemampuan yang lebih rendah daripada rutile. Aktivitas fotokatalitik rutile yang lebih rendah memiliki hubungan terhadap ukuran butir yang lebih besar, luas permukaan spesifik yang lebih rendah, dan kapasitas adsorpsi permukaan yang lebih buruk. Selain itu, life-time elektron dan hole pada fase anatase memiliki waktu yang lebih lama untuk fotogenerasi dibandingkan dengan fase rutile sehingga meningkatkan peluang mereka untuk berpartisipasi dalam reaksi kimia. Selain itu, struktur elektronik fotokatalis dan massa efektif muatan memiliki pengaruh yang signifikan pada transfer energi, pemisahan dan mobilitas pasangan elektron dan hole pada fotogenerasi (Nikoomanzari et al., 2022).

Pada struktur rutile memiliki kestabilan pada temperatur tinggi sedangkan anatase lebih stabil pada temperatur rendah. Struktur rutile dan anatase dapat digambarkan dengan  $\text{TiO}_6$  oktahedron, di mana setiap ion  $\text{Ti}^{4+}$  dikelilingi enam ion  $\text{O}^{2-}$ . Terdapat perbedaan struktur kristalin antara fase anatase dan rutile yang terletak pada distorsi struktur oktahedronnya, dapat dilihat pada **Gambar 2.2** dimana pada fase rutile memiliki struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorhombik sementara anatase distorsi jauh lebih besar sehingga strukturnya kurang sistematis dibandingkan orthorhombik.



**Gambar 2.2** Skematik fasa dari  $\text{TiO}_2$ , (a) anatase, (b) rutile, dan (c) brookite (Nikoomanzari et al., 2022).

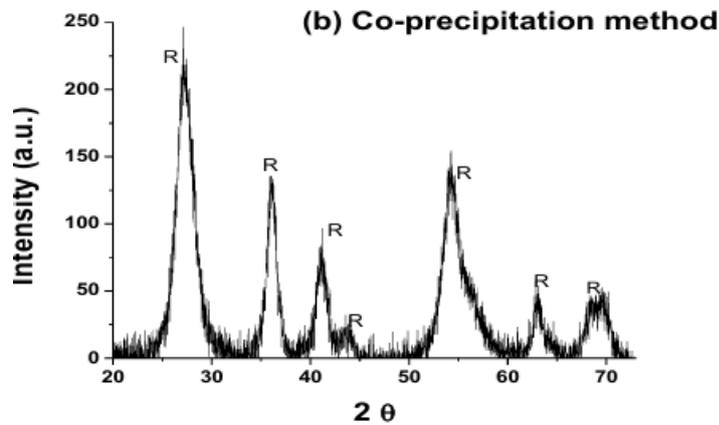
Pada fase anatase dan rutile memiliki kemampuan untuk menyerap sinar ultraviolet tetapi memiliki perbedaan dalam jangkauan sinar yang dapat diserap oleh kedua fase tersebut. Pada fase rutile memiliki jangkauan sinar yang lebih besar akan tetapi pada fase rutile memiliki aktivitas katalitik yang lebih baik. Hal ini dikarenakan perbedaan struktur energi antara kedua jenis kristal, dimana pita konduksi kristal anatase lebih dekat ke tingkat energi positif-negatif daripada jenis kristal rutile sehingga kekuatan reduksi yang dimiliki kristal anatase lebih unggul jika dibandingkan rutile. Oleh karena itu, perbedaan posisi pita konduksi inilah yang membuat keseluruhan aktivitas fotokatalitik dari kristal anatase menjadi lebih besar dibandingkan kristal rutile. Penjelasan tersebut dapat dilihat dari sifat fisik dan kimia pada table dibawah ini:

**Tabel 2.2** Sifat fisik dan Kimia Pada Struktur  $\text{TiO}_2$  (Nikoomanzari et al., 2022)

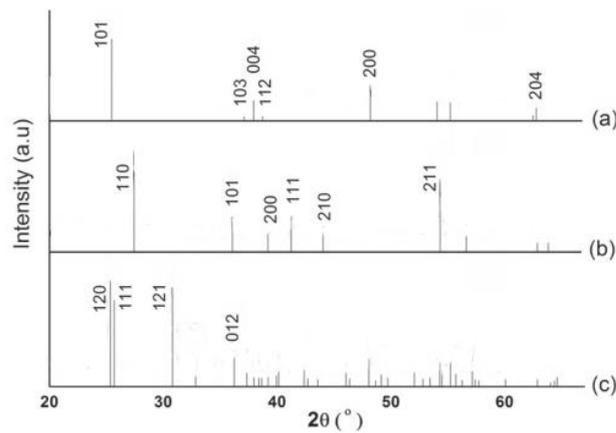
Properties	Rutile	Anatase	Brookite
Molecular Formula	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2$
Molar mass(g/mol)	79,866	-	-
Crystal System	Tetragonal	Tetragonal	Orthorhombic
Energy gap(eV)	3.0	3.2	-
Color	White solid	White solid	White solid
Density( $\text{g/cm}^3$ )	4,27	3,90	4,13
Melting point ( $^{\circ}\text{C}$ )	1855	Transformed into rutile	Transformed into rutile
Boiling point	2972		
Refractive index	2,609	2,488	2,583
Dielectric constant	110-117	48	78
Hardness	7,0-7,5	5,5-5,6	-

Pola XRD dari  $\text{TiO}_2$  rutile ditunjukkan pada **Gambar 2.3**. Pada fase rutile menunjukkan puncak tertinggi pada  $2\theta = 27^{\circ}$  dengan bidang difraksi (110) yang kemudian terdapat puncak

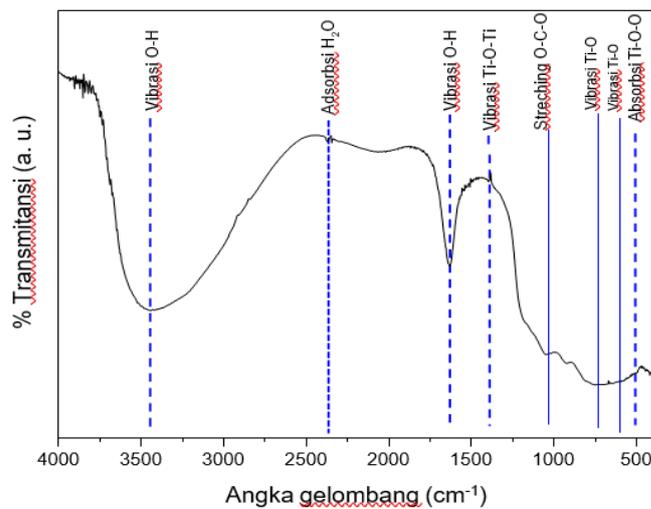
lainnya pada  $2\theta = 36^\circ, 41^\circ, 54^\circ, 64^\circ,$  dan  $69^\circ$  dengan bidang difraksi (101), (111), (211), (310), dan (112) Gupta *et al.*, (2019).



**Gambar 2.3** Hasil Pengujian XRD TiO<sub>2</sub> Rutile (Gupta *et al.*, 2019)

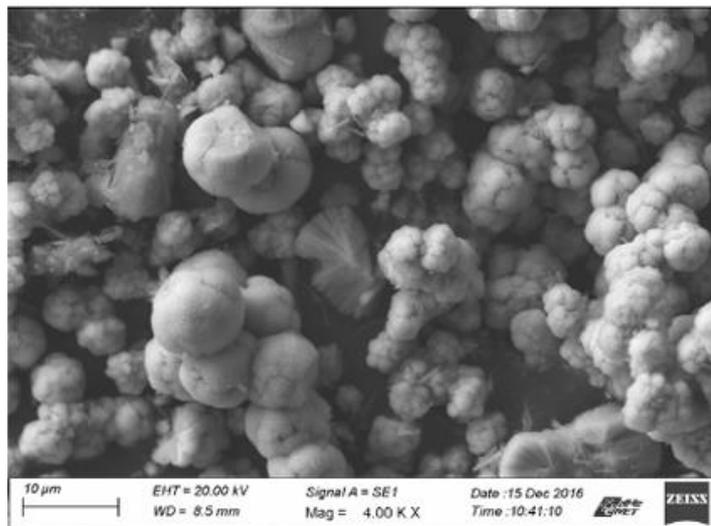


**Gambar 2.4** XRD TiO<sub>2</sub> Rutile sesuai JCPDS No.21-1276 (Scarpelli., 2018)



**Gambar 2.5** Hasil Pengujian FTIR TiO<sub>2</sub> (Listanti *et al.*, 2018)

Observasi gugus fungsi dilakukan untuk menentukan kandungan yang ada pada  $\text{TiO}_2$  menggunakan FTIR seperti pada **Gambar 2.4**. Analisis FTIR menunjukkan pada bilangan gelombang  $633\text{ cm}^{-1}$  dan  $732\text{ cm}^{-1}$  terdapat vibrasi atom Ti-O, sedangkan pada bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  muncul vibrasi atom Ti-O-Ti. Absorpsi Ti-O-O ditemukan pada bilangan gelombang  $503\text{ cm}^{-1}$ . Pada bilangan gelombang  $1047\text{ cm}^{-1}$  terjadi regangan O-C-O. Vibrasi O-H muncul pada bilangan gelombang  $1632\text{ cm}^{-1}$  dan  $3368\text{ cm}^{-1}$ . Sementara itu, adsorpsi  $\text{H}_2\text{O}$  terjadi pada bilangan gelombang  $2377\text{ cm}^{-1}$ . (Listanti *et al.*, (2018).



**Gambar 2.6** Hasil Pengujian SEM pada  $\text{TiO}_2$  Rutile (Ramalingam *et al.*,(2019)

Dari hasil pengujian SEM tersebut dapat dilihat bahwa  $\text{TiO}_2$  rutile memiliki morfologi berupa *cauliflower* atau yang berbentuk seperti kembang kol.

### 2.2.2 Sifat Optik

$\text{TiO}_2$  merupakan material semikonduktor yang memiliki energi celah pita langsung (direct) pada saat berada dalam fase rutile, sementara dalam fase anatase energi celah pita yang dimilikinya adalah tidak langsung (indirect). Semikonduktor dengan energi celah pita langsung, posisi puncak pita valensi berada tepat di bawah titik minimum pita konduksi. Dampak dari hal ini adalah semikonduktor yang memiliki energi celah pita langsung mampu menyerap cahaya foton lebih efisien daripada semikonduktor dengan energi celah pita tidak langsung. Hal ini disebabkan oleh kemampuan elektron yang terangsang dari pita valensi ke pita konduksi tanpa memerlukan absorpsi fonon atau interaksi dengan getaran kristal.

Banyak penelitian eksperimental telah dilakukan untuk menginvestigasi sifat-sifat elektronik dan optik dari polimorf  $\text{TiO}_2$ . Penelitian sebelumnya telah melaporkan bahwa struktur pita elektronik rutile memiliki energi sekitar  $3,3\pm 0,5\text{ eV}$  menggunakan teknik spektroskopi fotoemisi (PES) dan spektroskopi fotoemisi terbalik (IPES), serta  $3,6\pm 0,2\text{ eV}$  menggunakan PES dan IPES untuk rutile pada permukaan (110) (Rangan *et al.*, 2010). Pengukuran langsung struktur pita valensi rutile dengan menggunakan PES di sepanjang  $\Gamma$ - $\Sigma$ -X dan  $\Gamma$ - $\Sigma$ -M tidak ada pengukuran celah pita elektronik yang dilaporkan untuk anatase dan brookite dengan menggunakan kombinasi pengukuran PES dan IPES. Nilai energi celah pita optik dilaporkan berkisar  $\sim 3,0\text{ eV}$  untuk fase rutile,  $\sim 3,4\text{ eV}$  untuk fase anatase, dan  $\sim 3,3\text{ eV}$  untuk fase brookite (Mattsson & Österlund, 2010). Pengukuran absorpsi tidak langsung menunjukkan nilai celah pita sekitar  $3,0\text{ eV}$  untuk rutile dan  $3,2\text{ eV}$  untuk anatase. Hasil pengukuran absorpsi, *photoluminescence*, dan teknik hamburan Raman menunjukkan energi

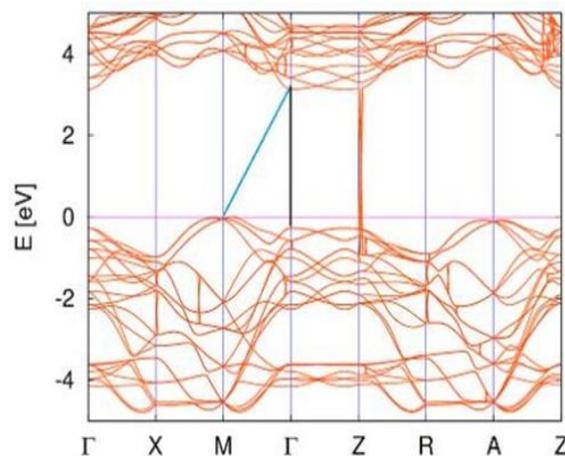
celah pita sekitar 3,57 eV untuk fase rutil dan 3,68 ~ 3,90 eV untuk fase anatase (Wang et al., 2002).

Untuk mengukur energi celah pita dapat digunakan *density functional theory* (DFT). DFT+U digunakan sebagai metode untuk meningkatkan akurasi DFT. Dalam perhitungan DFT+U, ditemukan bahwa celah pita TiO<sub>2</sub> pada fasa anatase cenderung memiliki karakteristik celah pita tak langsung (*indirect bandgap*). Informasi lebih lanjut bisa ditemukan dalam Tabel 2.3

**Tabel 2.3** Sifat dan Koordinat Energi Celah Pita TiO<sub>2</sub> (Wang et al., 2002)

	Sifat	Koordinat	Energi struktur pita
U0eV	<i>Indirect</i>	M dan $\Gamma$	2.0 eV
U+3eV	<i>Indirect</i>	M dan $\Gamma$	2.5 eV
U+5eV	<i>Indirect</i>	M dan $\Gamma$	2.7 eV
U+7eV	<i>Indirect</i>	M dan $\Gamma$	3.2 eV

**Gambar 2.6** menunjukkan bahwa terdapat celah pita terpendek yang terbentuk antara koordinat M dan  $\Gamma$  dengan nilai celah sebesar 2,00 eV. Nilai dan karakteristik pada celah pita memiliki pengaruh terhadap kinerja TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis. Pada TiO<sub>2</sub> dengan fase anatase, ditemukan bahwa celah pita memiliki sifat *direct bandgap* dengan pengukuran celah terpendek terjadi pada koordinat M dengan nilai celah sebesar 2,10 eV. Besar celah pita *direct* memiliki nilai yang lebih besar daripada celah pita *indirect* (Yuniarti, 2019). Hal ini menandakan bahwa untuk TiO<sub>2</sub> fase anatase dengan nilai Hubart U sebesar 0 eV memiliki sifat *bandgap indirect*. Pada fotokatalis *band gap* yang dimiliki harus lebih besar dari energi minimum yang dibutuhkan untuk reaksi redoks dari pewarna. Struktur celah pita mempengaruhi koefisien absorpsi cahaya dan laju rekombinasi elektron-hole. Material dengan celah pita *direct* biasanya memiliki koefisien absorpsi dan laju rekombinasi yang tinggi, sedangkan material dengan celah pita *indirect* biasanya memiliki koefisien absorpsi dan laju rekombinasi yang lebih rendah. Energi celah pita pada fase TiO<sub>2</sub> adalah sebesar 3,20 eV. (Dehra, 2011).



**Gambar 2.7** Struktur pita elektronik TiO<sub>2</sub> fase anatase U+7eV (Dehra, 2011).

### 2.2.3 Nanopartikel TiO<sub>2</sub>

Nanopartikel didefinisikan sebagai material yang memiliki panjang ukuran partikel primernya (partikel tunggal) kurang dari 100 nm (Masakke et al., 2015). Dalam hal ini juga dikaitkan dengan TiO<sub>2</sub> yang lebih efektif sebagai fotokatalis dalam ukuran nanopartikel daripada dalam ukuran besar (bulk). Ketika diameter kristalit pada partikel semikonduktor berada pada jari-jari minimal sekitar 10 nm, nanopartikel memiliki sifat yang berbeda dengan material sejenisnya dalam ukuran besar (bulk), yaitu ukurannya yang kecil tetapi memiliki luas area permukaan lebih besar, memiliki sifat kimia, mekanik, optik, elektrik dan magnetik yang jauh berbeda. Perbedaan sifat fungsional dari nanopartikel tersebut dapat dipengaruhi oleh tingkat kristalinitas dan ukurannya (Rudyah Putri Nurzam et al., 2019). Ketika ukuran partikel semikonduktor dalam orde nanometer maka hukum fisika yang berlaku mengikuti prinsip-prinsip fisika kuantum.

Perubahan sifat pada nanopartikel berkaitan dengan fenomena kuantum yang timbul akibat pembatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini akan berdampak pada sejumlah sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan sifat optiknya. Transformasi sifat-sifat ini sering kali terjadi ketika partikel berukuran 100 nanometer. Selain itu, ada fenomena lain yang berkaitan dengan perubahan rasio antara jumlah atom yang berada di permukaan partikel dan jumlah total atom dalam partikel. Fenomena ini berdampak pada perubahan titik didih, titik beku, dan reaktivitas kimia. Sebagai contoh, ketika ukuran partikel titanium dioksida diubah menjadi ukuran nanometer maka perbandingan antara jumlah atom yang berada di permukaan dan jumlah total atom akan menghasilkan perubahan yang mencolok. Hasilnya, titanium dioksida dengan ukuran nano bukan hanya menjadi transparan, tetapi juga efektif dalam menyerap radiasi ultraviolet.

Untuk meningkatkan kinerja nanopartikel TiO<sub>2</sub>, upaya dapat dilakukan dengan memperbaiki aktivitas optiknya melalui pergeseran penyerapan cahaya dari ultraviolet (UV) ke wilayah cahaya tampak. Terdapat berbagai pendekatan untuk mencapai perbaikan ini, salah satunya adalah dengan melakukan doping nanomaterial TiO<sub>2</sub> dengan unsur-unsur tambahan. Tujuan utamanya adalah untuk mempersempit sifat-sifat elektroniknya dan mengubah sifat optik dari nanomaterial TiO<sub>2</sub> tersebut (Sari & Sutrisno, 2018). Ketika nanopartikel TiO<sub>2</sub> didoping dengan ion logam, hal ini dapat berdampak pada fotokatalis, rekomendasi pembawa muatan, dan kecepatan transfer elektron di antarmuka. Pergeseran dalam penyerapan cahaya terjadi karena adanya perubahan dalam celah pita atau spektrum penyerapan saat konsentrasi dopan meningkat atau elektron terlokalisasi pada sekitar dopan masing-masing. Perubahan penyerapan ini dipicu oleh transisi elektron antara elektron dari dopan dan pita konduksi TiO<sub>2</sub>. Hasil doping TiO<sub>2</sub> menghasilkan keadaan elektronik yang berada di atas pita valensinya.

### 2.2.4 Prekursor pembentuk TiO<sub>2</sub>

Prekursor adalah bahan atau zat kimia yang dapat digunakan sebagai bahan dasar dalam sintesis dengan bahan lainnya. Prekursor harus memenuhi beberapa kriteria, seperti reaktif, mudah berubah menjadi zat yang berbeda, dan mampu menjadi radikal melalui perlakuan termal atau proses kimia. Dalam sintesis TiO<sub>2</sub>, prekursor yang umum digunakan termasuk TiCl<sub>3</sub>, TiCl<sub>4</sub>, dan TTIP (Titanium Tetra Isopropoxide). Jenis prekursor titanium dioksida yang digunakan akan mempengaruhi morfologi TiO<sub>2</sub> yang dihasilkan, termasuk luas permukaan spesifik, tingkat kristalinitas, dan ukuran kristal produk. (Tan et al., 2011). Diantara prekursor tersebut, TiCl<sub>3</sub> merupakan yang paling sering digunakan dalam proses sintesis TiO<sub>2</sub>. Sifat fisik dan kimia dari prekursor TiCl<sub>3</sub> dapat ditemukan dalam **Tabel 2.4**.

**Tabel 2.4** Sifat Fisika dan Kimia  $\text{TiCl}_3$  (Tan et al., 2011)

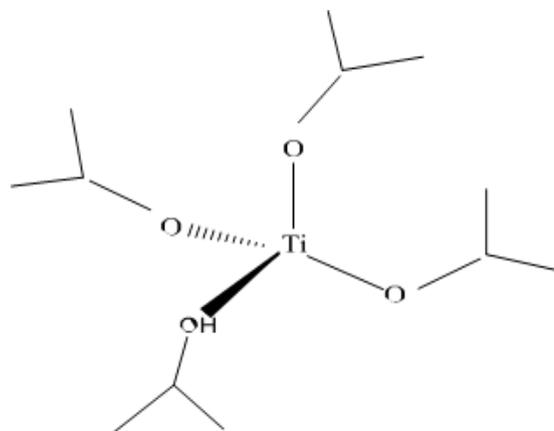
No.	Sifat	Ket.
1.	Massa atom relatif	154,225 (g/mol)
2.	Kelarutan dalam air	Larut (25°C)
3.	Densitas	1,12 g/cm <sup>3</sup>
4.	Titik Lebur	425

$\text{TiCl}_4$  adalah suatu senyawa yang mudah menguap (volatile) dan dapat dengan mudah dimurnikan melalui proses penyulingan. Setelah dimurnikan, senyawa ini dapat dioksidasi menjadi titanium dioksida murni. Namun, perlu diingat bahwa  $\text{TiCl}_4$  memiliki sifat korosif dan harus disimpan pada suhu antara 15°C hingga 25°C. Proses sintesis nanopartikel titania dengan menggunakan  $\text{TiCl}_4$  didasarkan pada prinsip hidrolisis. Tahap awal proses melibatkan hidrolisis  $\text{TiCl}_4$ , di mana  $\text{TiCl}_4$  bereaksi dengan air dan menghasilkan  $\text{Ti}(\text{OH})_2$  serta  $\text{HCl}$ . Selanjutnya,  $\text{Ti}(\text{OH})_2$  akan mengalami perubahan menjadi  $\text{TiO}_2$ . Metode lain untuk membentuk  $\text{TiO}_2$  adalah dengan mengoksidasi  $\text{TiCl}_4$ . Informasi lebih lanjut mengenai sifat fisika dan kimia dari prekursor  $\text{TiCl}_4$  dapat ditemukan dalam **Tabel 2.5**.

**Tabel 2.5** Sifat Fisika dan Kimia  $\text{TiCl}_4$  (Tan et al., 2011)

No.	Sifat	Ket.
1.	Massa atom relatif	189,73 (g/mol)
2.	Kelarutan dalam air	-
3.	Densitas	1,73 g/cm <sup>3</sup>
4.	Titik Lebur	-24,1°C (-11,4°F)

TTIP adalah singkatan dari Titanium Tetraisopropoxide, yang merupakan suatu senyawa kimia dengan rumus molekul  $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$ . Senyawa ini berbentuk cairan berwarna jerami dan memiliki titik didih sekitar 238°C pada suhu kamar dengan *Standard Temperature and Pressure* (STP). Struktur molekul TTIP adalah tetrahedral dan termasuk dalam kelompok diamagnetik. Senyawa ini juga memiliki struktur alkoksida yang kompleks. TTIP berperan sebagai monomer dalam pelarut nonpolar dan secara umum digunakan dalam sintesis bahan ilmu organik (Cho et al., 2001). Informasi lebih detail mengenai struktur molekul 2D dari TTIP ditunjukkan pada **Gambar 2.8** dan sifat kimianya dapat dilihat pada **Tabel 2.6**.



**Gambar 2.8** Struktur 2D TTIP (Cho et al., 2001)

**Tabel 2.6** Sifat kimia titanium isopropoksida (Cho et al., 2001)

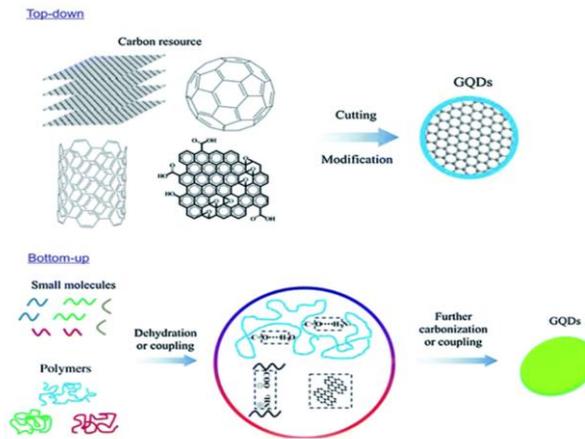
Nama Senyawa	Titanium Isopropoksida
Rumus Molekul	$C_{12}H_{28}O_4Ti$
Mr (Massa Molekul Relatif )	284,2 g/mol
Massa Jenis	0,96 g/cm <sup>3</sup>
Titik Leleh	17°C
Titik Didih	238°C
Kelarutan dalam air	Bereaksi membentuk TiO <sub>2</sub>
Kelarutan	Larut dalam etanol, eter dan benzene

### 2.3 Graphene Quantum Dots (GQDs)

Graphene merupakan satu lapisan (*monolayer*) atom karbon yang tersusun erat dalam pola sarang lebah heksagonal. Graphene ini adalah bentuk alotrop karbon yang terdiri dari bidang atom tunggal yang terikat dengan ikatan sp<sup>2</sup>, dengan panjang ikatan molekul sekitar 0,142 nanometer. Beberapa lapisan graphene dapat ditumpuk untuk membentuk grafit, dengan jarak antar lapisan sekitar 0,335 nanometer. Lapisan antar graphene dalam grafit diikat oleh gaya van der Waals, yang membuat mereka mudah terlepas saat graphene dikupas dari grafit. Sementara itu, material grafit adalah bahan berbasis karbon tiga dimensi yang terdiri dari banyak lapisan graphene.

Secara umum, variasi dalam hasil aplikasi bergantung pada morfologi dan sifat-sifat bahan yang sebagian besar ditentukan oleh proses sintesis. Oleh karena itu, proses sintesis bahan perlu diperhatikan agar menghasilkan sintesis yang sesuai dengan aplikasinya. GQDs dihasilkan dari bahan kaya karbon seperti fullerene, glukosa, grafit, oksida grafen (GO), CNTs, dan serat karbon (CFs) yang digunakan sebagai prekursor. Terdapat dua metode utama yang digunakan dalam sintesis GQDs, yaitu pendekatan dari atas (*top-down*) dan pendekatan dari bawah (*bottom-up*). Teknik-teknik semacam ini kompleks dalam sintesis quantum dot semikonduktor konvensional (Kumar et al., 2020). Metode *top-down* mengacu pada pengukuran bahan karbon massal menjadi nanopartikel dengan menggunakan pendekatan fisik atau kimia seperti oksidasi asam, elektrokimia, dan hydrothermal. Lalu untuk metode *bottom-up* lebih baik dari metode *top-down* karena memiliki keuntungan yang jelas dalam penyesuaian komposisinya dan sifat fisik Graphene dengan pemilihan prekursor yang baik serta kondisi karbonisasi yang baik (Qu et al., 2014). Lalu untuk mengontrol Graphene dapat dicapai dengan mengontrol parameter sintesis seperti suhu, tekanan, prekursor karbon, dan pelarut. Selain itu, komposisi Graphene dapat dikontrol dengan penambahan prekursor heteroatom ekstra seperti N, B, S, dan P.

Kemudian, metode karbonisasi atau sintesis yang dapat dikontrol diperkenalkan untuk mendapatkan GQDs dari molekul organik atau polimer yang sesuai sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 2.8**



**Gambar 2.9** Sintesis GQD Fluorisensi pemisahan top-down dari molekul besar dan bottom-up dari molekul kecil (Qu et al., 2014).

Dalam menggunakan metode karbonisasi, GQDs yang dihasilkan adalah molekul-molekul kecil atau polimer yang sesuai melalui dehidrasi atau ikatan. Prosedur manufaktur ini pada umumnya sulit dikontrol sehingga mengakibatkan heterogenitas dalam rasio aspek GQDs. Salah satu sifat dari GQDs yaitu biokompatibel karena penggunaan bahan reagen yang tidak beracun. Sebagian besar proses sintesis melalui top-down melibatkan pemutusan bahan berbasis karbon namun metode ini memiliki kekurangan utama dalam hal hasil yang rendah, kerusakan struktur secara tidak terduga, dan morfologi yang tidak seragam. Hingga saat ini, pendekatan top-down yang utama digunakan yaitu pemutusan oksidatif, metode hidrotermal atau solvothermal, proses bantu mikro gelombang atau ultrasonik, oksidasi elektrokimia, deposit uap kimia (CVD), ablasi laser berdenyut (PLA), dan metode elektrokimia. Di sisi lain, pendekatan bottom-up menawarkan sintesis dan karbonisasi yang dapat dikontrol. GQDs yang disintesis memiliki rentang ukuran yang baik, emisi luminesensi yang kuat, dan sifat-sifat yang memuaskan (Bokare et al., 2021).

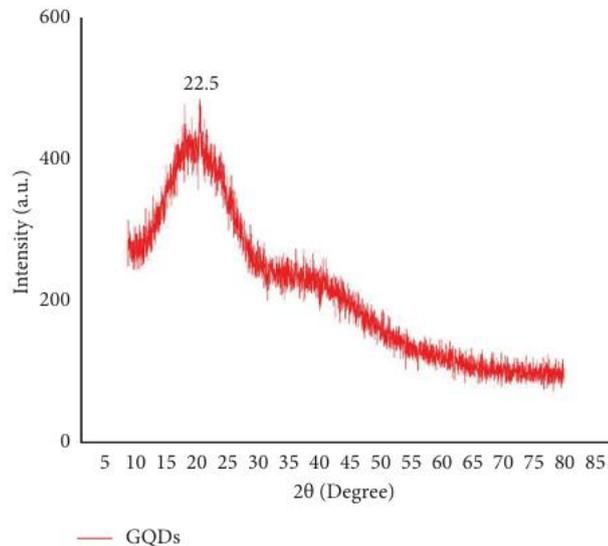
Sumber yang digunakan untuk mensintesis graphene yaitu berasal dari graphite. Graphite dibentuk lembaran-lembaran tunggal graphene. Proses berikutnya graphite dioksidasi menjadi graphite oksida, setelah itu lembaran-lembaran oksida graphite dikelupas dalam air hingga terbentuk graphene oksida. Ikatan yang dialami graphene oksida dapat direduksi kembali hingga habis dan menyisakan lapisan graphene. Hal ini dapat digunakan untuk menjadi prekursor untuk memproduksi graphene dalam skala besar.

Dalam mengubah graphite menjadi graphene dapat dilakukan dengan menggunakan metode Hummers. Metode Hummers dilakukan dengan mengubah reaksi oksidasi menjadi graphite menjadi graphite oksida (Hummers and Offeman, 1958). Oksidasi dilakukan dengan mereaksikan graphite dengan kalium permanganate ( $\text{KMnO}_4$ ) dan natrium nitrat ( $\text{NaNO}_3$ ) dalam larutan asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Kelebihan dari penggunaan metode ini ialah proses oksidasi tidak mengeluarkan gas  $\text{CO}_2$ . Gas ini sangat sensitif dan harus ditangani dengan hati-hati karena gas ini dapat menimbulkan ledakan. Metode ini juga dapat berlangsung dengan cepat pada suhu yang lebih rendah. Hasil yang dihasilkan dari metode Hummers adalah GO yang memiliki tingkat oksidasi yang lebih tinggi dibandingkan dengan produk akhir dari metode Staudenmaier.

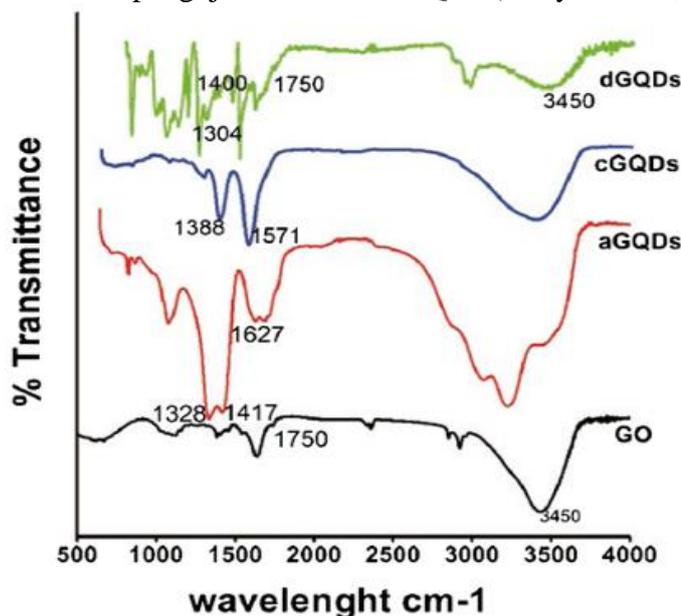
Graphene memiliki kelebihan yakni luas permukaan yang tinggi, stabilitas kimia yang cukup, fabrikasi yang murah, serta dapat membangun perangkat yang efisien. Lembaran graphene yang sudah jadi, selanjutnya dipotong menjadi beberapa nanometer yang kurang dari 10 nm agar bisa menghasilkan sifat fisikokimia yang menarik. Lembaran yang dibawah 10 nm ini disebut *Graphene Quantum Dots* (GQDs). Sifat yang dihasilkan dari graphene dan kuantum

dots ini sangat baik dan bisa digunakan untuk aplikasi optoelektronik, penyimpanan energi, dan aplikasi konversi.

Pola XRD dari GQDs ditunjukkan pada **Gambar 2.9**. Pada hasil pengujian tersebut menunjukkan puncak pada  $2\theta = 22,5^\circ$  dengan bidang difraksi (002) Kadyan *et al.*, (2024)



**Gambar 2.10** Hasil pengujian XRD dari GQDs (Kadyan *et al.*, 2024)



**Gambar 2.11** Hasil pengujian FTIR dari GQDs (Yuan *et al.*, 2014)

Observasi gugus fungsi dilakukan untuk mengetahui kandungan yang terdapat pada GQDs dengan menggunakan FTIR seperti pada **Gambar 2.10**. Pada daerah serapan 3200 – 3550 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan O-H peregangan (*stretching*), munculnya peak pada bilangan gelombang 1382 cm<sup>-1</sup> merupakan getaran regangan simetris COO<sup>-</sup> dimana ini membuktikan bahwa gugus karboksil dan gugus hidroksil berhasil dilakukan penyerapan (Yuan *et al.*, 2014).

#### 2.4 Nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs

Pada pengaplikasian fotokatalis ini menggunakan material superkonduktor TiO<sub>2</sub> karena sifatnya yang baik dalam fotokatalitik. Namun, TiO<sub>2</sub> memiliki *bandgap* yang besar dan juga

terjadi proses rekombinasi yang cepat. Sehingga dilakukan nanokomposit  $\text{TiO}_2$  dengan *Graphene Quantum Dots* untuk mengatasi kekurangannya. Ketika nanopartikel  $\text{TiO}_2$  dimodifikasikan dengan *Graphene Quantum Dots* terjadi perkembangan yang signifikan, seperti memperluas panjang gelombang serapan cahaya, mengontrol rekombinasi elektron-hole, dan membantu membentuk jalur reaksi aktif (Bokare et al., 2021).

Material semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dikompositkan dengan *Graphene Quantum Dots* dengan menggunakan metode *physical mixing*. Metode ini dipilih karena persiapannya yang cukup mudah. Metode ini dilakukan dengan cara mencampurkan  $\text{TiO}_2$  dengan *Graphene Quantum Dots* dengan perbandingan 5:1 kedalam 60 ml aquades yang kemudian dilakukan pengadukan menggunakan *stirrer* selama 10 menit. Selanjutnya, nanokomposit tersebut disonikasi selama 1 jam yang kemudian dilakukan pengadukan kembali selama 30 menit dan *drying* pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 2 jam (Bokare et al., 2021).

Pola XRD dari nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  ditunjukkan pada **Gambar 2.11**. Pada hasil pengujian tersebut menunjukkan puncak pada  $2\theta = 25.28^\circ, 36.86^\circ, 37.8^\circ, 48.05^\circ, 53.89^\circ, 55.02^\circ, 62.7^\circ, 70.26^\circ,$  dan  $74.92^\circ$  dengan bidang difraksi (101), (103), (004), (200), (105), (211), (116), (200), dan (215). Secara penting, pola XRD dari nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  tidak menunjukkan puncak tambahan dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  murni, dan posisi serta intensitas puncak difraksi tidak berubah. Hal ini dengan jelas menunjukkan bahwa penambahan GQDs tidak mempengaruhi munculnya peak tambahan pada nanokomposit karena peak pada  $\text{TiO}_2$  yang lebih dominan Hao et al., (2016).

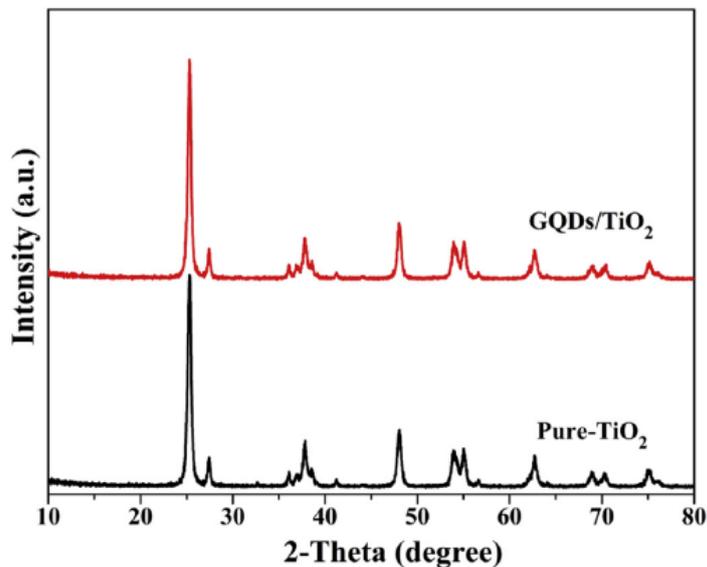


Fig. 1. XRD patterns of the pure  $\text{TiO}_2$  and  $\text{GQDs}/\text{TiO}_2$  samples.

**Gambar 2.12** Hasil pengujian XRD dari Nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  (Hao et al., 2016)

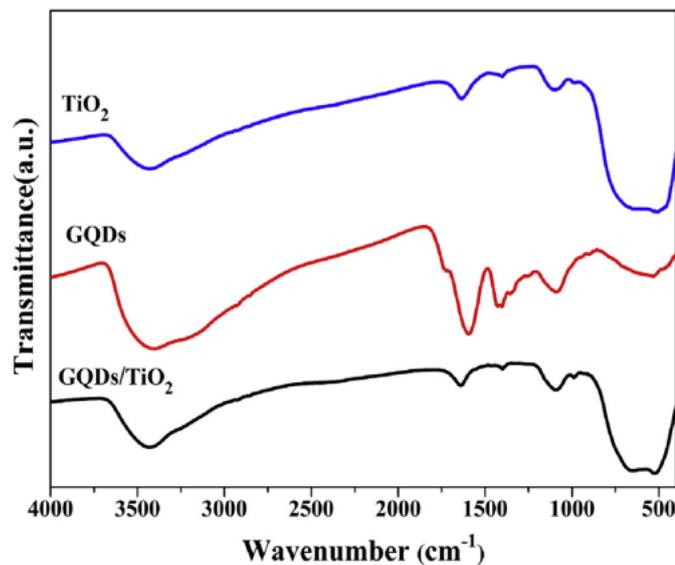


Fig. 2. FTIR spectra of the  $\text{TiO}_2$ , GQDs and GQDs/ $\text{TiO}_2$  samples.

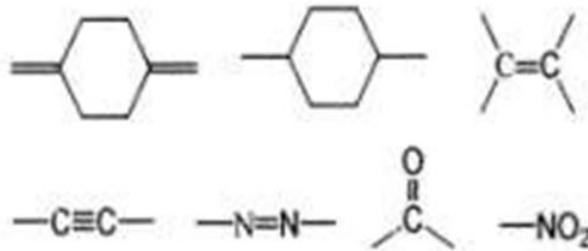
**Gambar 2.13** Hasil pengujian FTIR dari Nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  (Hao et al., 2016)

Pada hasil dari pengujian FTIR ditemukan gugus fungsi O-H *stretching* pada *wavenumber*  $3432\text{ cm}^{-1}$  lalu didistribusikan pada C-H *stretching*. Gugus fungsi O-C-O pada rentang  $1593\text{ cm}^{-1}$  dan  $1416\text{ cm}^{-1}$ . Pada puncak  $1090\text{ cm}^{-1}$  dan  $990\text{ cm}^{-1}$  berkaitan dengan ikatan C-O dan gugus epoksi. Kemudian pada pita absorpsi pada  $480 - 700\text{ cm}^{-1}$  dikaitkan dengan Ti-O-Ti *vibration stretching* dan Ti-O-C Hao et al., (2016).

## 2.5 Lingkungan Limbah

Zat pewarna sering digunakan dalam industri tekstil untuk memberikan warna pada kain. Secara umum, semua zat warna dapat dianggap sebagai zat yang berpotensi beracun bagi tubuh manusia. Oleh karena itu, penting untuk memberikan perhatian serius terhadap pencemaran zat warna dalam air, agar zat tersebut tidak masuk ke dalam tubuh manusia melalui air minum. Meskipun demikian, terdapat beberapa zat warna yang relatif aman bagi manusia. Zat warna ini umumnya digunakan dalam industri makanan, minuman, dan farmasi. Penggolongan zat warna didasarkan pada sifat-sifat dan penggunaannya. Beberapa jenis penggolongan zat warna meliputi zat warna asam, basa, mordan, kompleks logam, azoat, belerang, bejana, dispersi, dan reaktif. Setiap jenis zat warna memiliki karakteristik khusus dan digunakan dalam berbagai aplikasi. Penting untuk memperhatikan risiko yang terkait dengan penggunaan zat warna, terutama dalam industri tekstil, dan melindungi sumber air dari pencemaran zat warna agar air minum aman dikonsumsi oleh manusia (Indah Fajarwati et al., 2020).

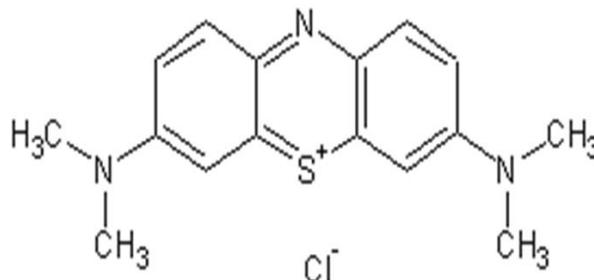
Molekul zat warna terbentuk dari kombinasi zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai bagian yang mengikat warna ke serat. Zat organik yang tidak jenuh ini umumnya terdiri dari senyawa aromatik, seperti hidrokarbon aromatik dan turunannya, fenol dan turunannya, serta hidrokarbon yang mengandung nitrogen. Gugus kromofor adalah gugus yang memberikan sifat warna pada molekul zat warna tersebut, beberapa gugus kromofor yang biasa digunakan dalam zat warna ditunjukkan pada **Gambar 2.13** berikut ini



**Gambar 2.14** Gugus – gugus kromofor dalam zat warna (Indah Fajarwati et al., 2020)

Zat warna *Methylene blue* adalah salah satu contoh zat warna reaktif yang banyak digunakan dalam industri tekstil. Pada zat warna reaktif tersebut terdapat gugus reaktif yang dapat terlepas dengan mudah, sehingga memungkinkan zat warna untuk bereaksi dengan serat. Metilen biru merupakan senyawa kimia yang termasuk dalam kategori aromatik heterosiklik, dengan rumus molekul  $C_{16}H_{18}N_3S\text{Cl}$ . Keberagaman penggunaan metilen biru meliputi bidang biologi, kimia, dan industri. Pada suhu kamar, metilen biru bersifat tidak berbau dan memiliki warna hijau gelap. Ketika larut dalam air, metilen biru akan membentuk larutan biru. Dalam bentuk terhidrasinya, setiap molekul metilen biru akan terikat dengan tiga molekul air. Selain itu, metilen biru juga sering digunakan sebagai indikator pH (Indah Fajarwati et al., 2020).

Metilen biru merupakan sebuah zat warna dengan sifat basa yang telah dipelajari sejak tahun 1876 setelah berhasil disintesis, jenis zat warna ini termasuk dalam kelompok azines dyes. Metilen biru mudah mengalami reduksi menjadi molekul tak berwarna yang disebut *leucomethylene blue* dengan menggunakan berbagai jenis agen. Sintesis metilen biru melibatkan penggunaan bahan kimia seperti sodium dichromate, aminoazobenzene, dan sodium nitrite yang diduga memiliki sifat karsinogenik. Beberapa turunan senyawa kimia seperti aniline, dimethylaniline, o-toluidine, dan nitrobenzene dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan menghasilkan efek berbahaya seperti ledakan dan kebakaran. Berikut adalah struktur kimia metilen biru, salah satu jenis azines dyes (Axelband et al., 2015).



**Gambar 2.15** Struktur Metilen Biru (Indah Fajarwati et al., 2020)

Senyawa metilen biru memiliki struktur seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.14** yang mampu menyerap radiasi cahaya UV-Vis. Ketika cahaya diserap dengan interaksi yang kuat, hal ini dapat menghasilkan pembentukan radikal bebas atau senyawa fotoaktif. Setelah menyerap sinar UV atau energi foton ( $h\nu$ ), senyawa organik seperti metilen biru menjadi teraktivasi, yang menyebabkan ketidakstabilan dan peruraian menjadi molekul-molekul yang lebih kecil dan lebih aman bagi lingkungan. Proses ini dikenal sebagai fotolisis atau fotodegradasi.

## 2.6 Kajian Penelitian Sebelumnya

**Tabel 2.7** Kajian Penelitian Sebelumnya

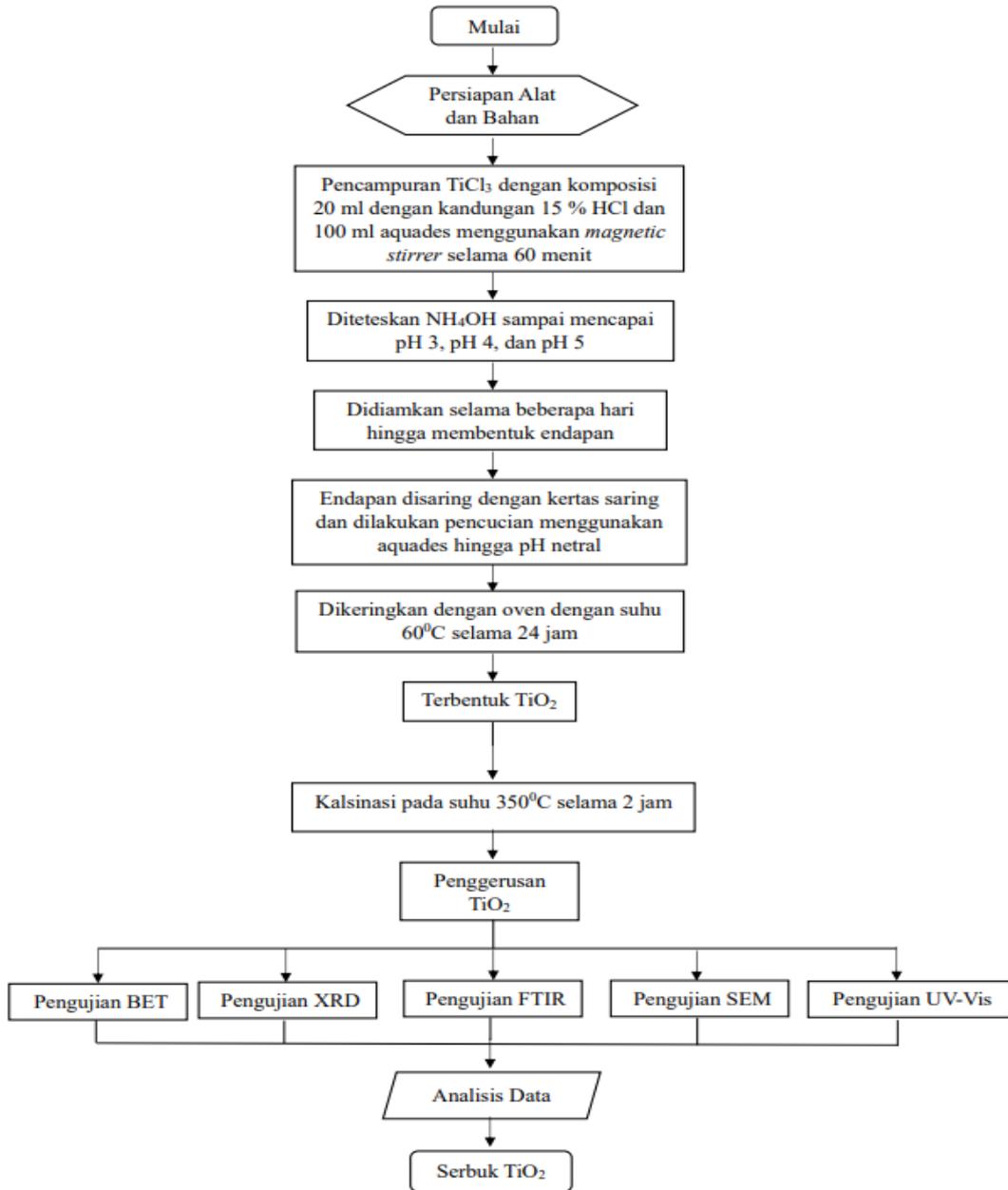
No	Peneliti	Hasil Penelitian
1.	(IKA SILVIANA WIDIANTI, 2014)	Pada penelitian ini, mengkaji pengaruh variasi pH dan temperatur menggunakan material TiO <sub>2</sub> yang diambil dari prekursor TiCl <sub>3</sub> . Metode yang digunakan yaitu sol-gel dimana material TiO <sub>2</sub> dilarutkan dengan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> kemudian diambil variasi pada pH 1,3, dan 5. Untuk variasi temperatur diambil pada suhu 700°C, 800°C, dan 900°C. Metode sol-gel pada TiO <sub>2</sub> dengan variasi pH 3 dan temperatur sintering 900°C memiliki respon yang baik pada aplikasinya
2.	(Mega Alma, 2021)	Penelitian ini mengkaji pengaruh suhu kalsinasi TiO <sub>2</sub> dengan prekursor TiCl <sub>3</sub> . Metode yang digunakan yaitu co-precipitation dimana variasi suhu kalsinasi yang diambil pada suhu 175°C, 200°C, dan 225°C. Dari penelitian ini puncak fase anatase dan ukuran butir terbentuk pada suhu 175°C,
3.	(Ichzan et al., 2019)	Penelitian ini mengkaji karakterisasi Struktur Kristal dan Sifat Optik Lapisan Nano Komposit PVA-TiO <sub>2</sub> sebagai Fotokatalis. Aktivitas fotokatalis lapisan diuji dengan mendegradasi larutan MB selama 5 jam penyinaran. Lapisan PVA-TiO <sub>2</sub> mampu mendegradasi konsentrasi larutan MB hingga 29,90 % dengan laju degradasi 0,00393 ppm/menit.
4.	(Bokare et al., 2021b)	Penelitian ini menagkaji tentang nanokomposit TiO <sub>2</sub> -GQDs terhadap efek fotokatalis. N-GQD telah disintesis digabungkan dengan TiO <sub>2</sub> melalui metode hidrotermal. N-GQD-TiO <sub>2</sub> ini menunjukkan tingkat degradasi pewarna MO 15 kali lebih tinggi dibandingkan TiO <sub>2</sub> murni.
5.	(Safardoust-Hojaghan & Salavati-Niasari, 2017)	Penelitian ini mengkaji tentang nanokomposit N-GQDs/TiO <sub>2</sub> untuk degradasi metilen biru. Metode yang digunakan yaitu hidrotermal pada 8 jam dan suhu 180°C sebagai kondisi optimum. Dari penelitian ini menunjukkan bahwa efisiensi fotodegradasi meningkat sebesar 85% dibandingkan dengan nanopartikel TiO <sub>2</sub> murni
6.	(Bokare et al., 2021b)	Penelitian ini membahas mengenai perbandingan efisiensi fotokatalitik dalam cahaya tampak antara komposit TiO <sub>2</sub> /GQD anatase dan TiO <sub>2</sub> /GQD rutil. Secara umum, anatase TiO <sub>2</sub> menunjukkan aktivitas fotokatalitik jauh lebih tinggi dibandingkan rutil dalam cahaya tampak. Namun, dalam kasus ini, komposit rutil TiO <sub>2</sub> /GQD menunjukkan aktivitas fotokatalitik sembilan kali lebih baik dibandingkan komposit anatase TiO <sub>2</sub> /GQD.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

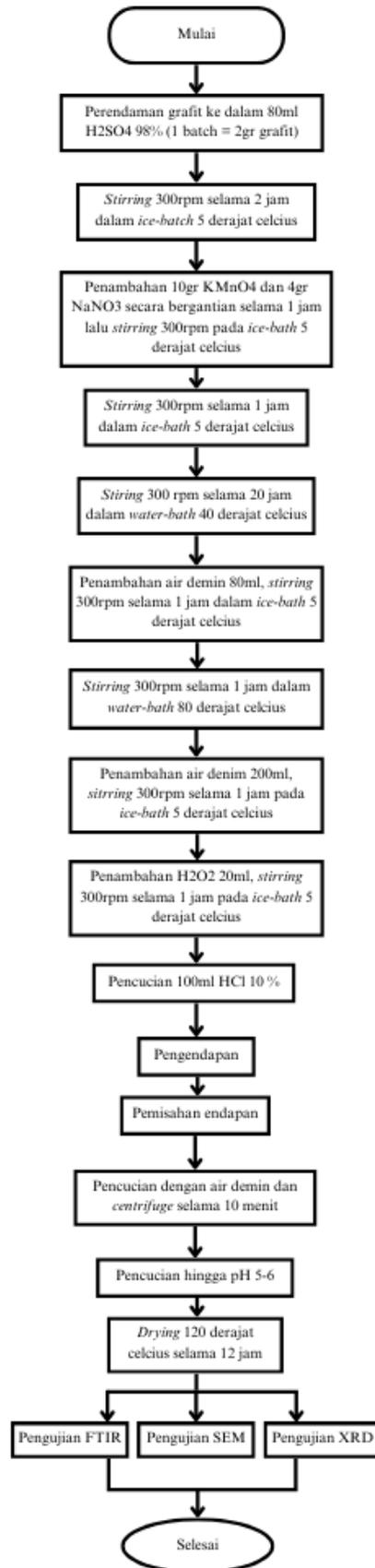
#### 3.1 Diagram Alir

##### 3.1.1 Diagram Alir Sintesis TiO<sub>2</sub>



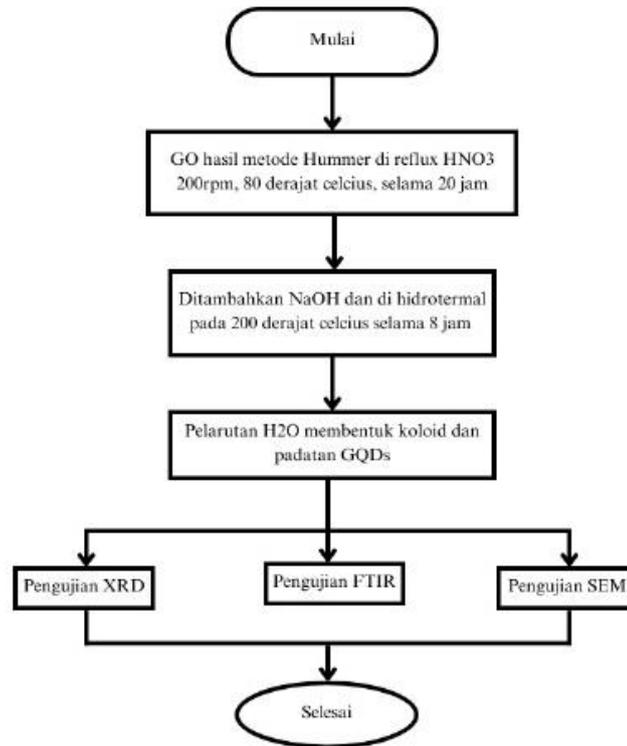
Gambar 3.1 Diagram alir sintesis TiO<sub>2</sub>

### 3.1.2 Diagram Alir Sintesis Graphene Oksida



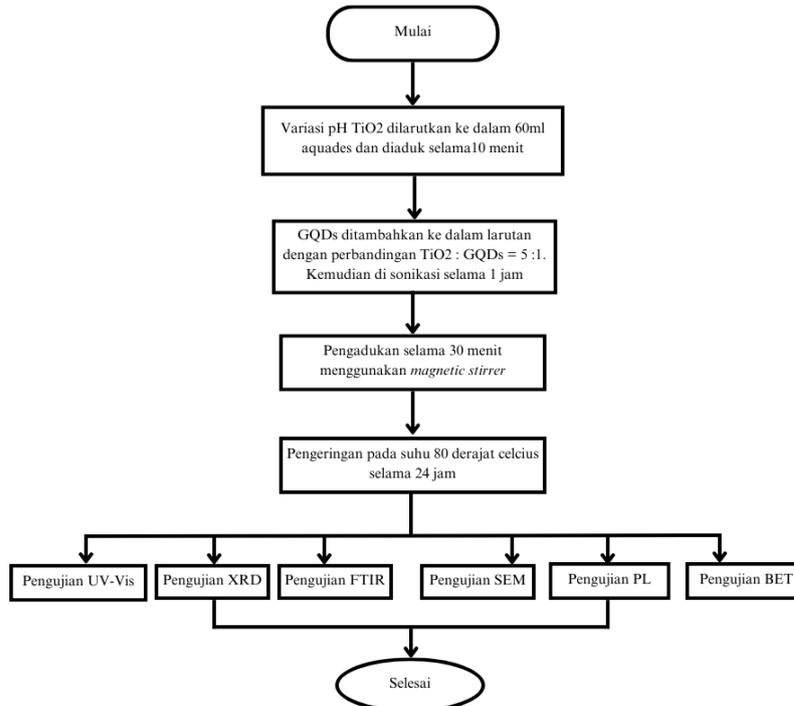
Gambar 3.2 Diagram alir sintesis graphene oksida

### 3.1.3 Diagram Alir *Graphene Quantum Dots*



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis GQDs top-down metode asam

### 3.1.4 Diagram Alir Nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs



Gambar 3.4 Diagram alir nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs

### 3.2 Alat dan Bahan Penelitian

#### 3.2.1 Bahan Penelitian TiO<sub>2</sub>

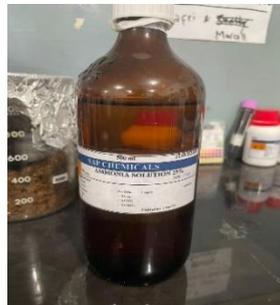
1. TiCl<sub>3</sub>



**Gambar 3.5** TiCl<sub>3</sub> dengan kandungan 15% HCl

2. Akuades

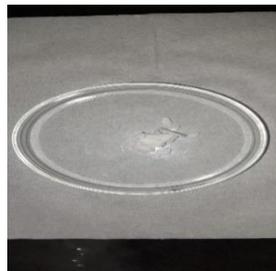
3. NH<sub>4</sub>OH



**Gambar 3.6** Ammonia Solution 25% atau NH<sub>4</sub>OH

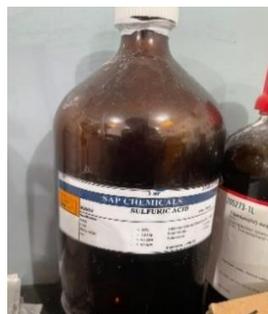
#### 3.2.2 Bahan Penelitian GQDs

1. NaOH



**Gambar 3.7** Natrium Hidroksida atau NaOH

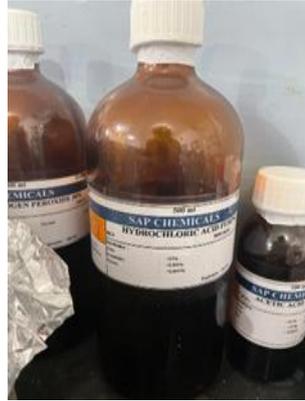
2. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



**Gambar 3.8** Sulfuric Acid atau H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

3. DI Water

4. HCl



**Gambar 3.9** Hydrochloric Acid atau HCl

5.  $\text{KMnO}_4$



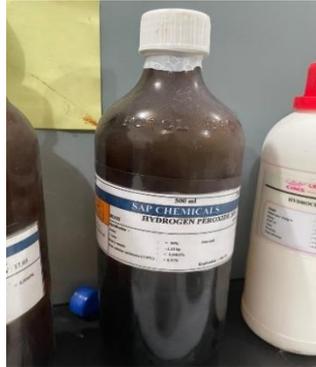
**Gambar 3.10** Potassium Permanganate atau  $\text{KMnO}_4$

6.  $\text{NaNO}_3$



**Gambar 3.11** Sodium Nitrate atau  $\text{NaNO}_3$

## 7. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



**Gambar 3.12** Hydrogen Peroxide atau H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

### 3.2.3 Alat Penelitian

1. Neraca Analitik  
Digunakan sebagai alat untuk menimbang massa serbuk
2. Beakerglass  
Digunakan sebagai wadah untuk merendam dan melarutkan sampel
3. Pengaduk  
Digunakan sebagai alat untuk mengaduk larutan
4. Hot plate dan magnetic stirrer  
Digunakan sebagai alat untuk membentuk solution dari sampel
5. Tabung ukur  
Digunakan sebagai alat untuk mengukur volume larutan
6. Pipet tetes  
Digunakan sebagai alat untuk mengambil cairan/larutan
7. Kertas saring  
Digunakan untuk memisahkan endapan TiO<sub>2</sub> dari larutan
8. Furnace  
Digunakan sebagai alat untuk proses pemanasan, seperti drying, kalsinasi, dan sintering.
9. Stopwatch  
Digunakan sebagai alat untuk menghitung waktu untuk melaksanakan proses, seperti waktu untuk stirring, waktu untuk drying, dsb.
10. Cawan keramik  
Digunakan sebagai alat sebagai wadah pada saat proses pemanasan
11. Mortar dan Pastle  
Mortar adalah wadah dan pestle adalah penumbuk. Kedua alat ini digunakan untuk menghancurkan spesimen serbuk yang menggumpal
12. Sarung tangan dan masker  
Sebagai alat kesehatan dan keselamatan selama melakukan penelitian
13. pH meter  
Digunakan sebagai alat untuk mengukur derajat keasaman dari larutan TiO<sub>2</sub>
14. Alat uji FTIR  
Digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam sampel
15. Alat uji Brunaur, Emmett, and Teller (BET)  
Merupakan pengujian yang bertujuan untuk mengetahui besar luas permukaan aktif atau karakterisasi permukaan pada suatu sampel
16. Alat uji Fotokatalitik

Digunakan untuk mengamati seberapa besar pengaruh nanokomposit untuk degradasi *Methylene blue*

17. Alat uji UV-Vis

Digunakan untuk mengidentifikasi senyawa dalam sampel beserta struktur dan ukuran

18. Alat uji XRD

Digunakan untuk mengidentifikasi senyawa dalam sampel beserta struktur dan ukuran kristalnya

19. Alat uji SEM/EDX

Digunakan untuk menganalisis morfologi, yaitu bentuk dan ukuran unsur-unsur penyusun objek

20. Photoluminescence (PL)

Digunakan untuk menganalisis profil fotodegradasi dari poluta

### 3.3 Metode Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa uji coba untuk mengetahui struktur kristal, morfologi, dan sifat fotokatalitik nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  untuk degradasi *methylene blue*.

#### 3.3.1 Preparasi Sintesis $\text{TiO}_2$

Bahan material  $\text{TiO}_2$  dibuat menggunakan metode *co-precipitation* dimana  $\text{TiCl}_3$  dengan komposisi sebesar 20 mL Titanium tetrachloride ( $\text{TiCl}_3$ ) dengan kandungan 15% HCl; dan 100 mL akuades. Kedua bahan tersebut dicampur dengan magnetic stirrer selama 60 menit. Setelah itu, ke dalam larutan yang masih dalam proses pengadukan dengan magnetic stirrer, ditetaskan  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk mencapai variasi pH yang diinginkan. Pada pengujian ini variasi yang diambil pada pH 3, pH4, dan pH 5. Larutan yang dihasilkan akan menjadi warna putih selama kurang lebih 20 menit pengadukan, setelah itu larutan berwarna putih tersebut didiamkan selama beberapa hari hingga membentuk endapan. Endapan lalu disaring dengan kertas saring dan dilakukan pencucian dengan akuades hingga pH netral. Setelah itu hasil saring dikeringkan dengan oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Hasil pengeringan yang mengeras kemudian dilakukan penggerusan dengan pestle hingga berbentuk bubuk dan dikalsinasi selama 2 jam pada suhu  $350^\circ\text{C}$  dengan furnace.

#### 3.3.2 Preparasi Sintesis Graphene Oksida

Sintesis diawali dengan perendaman grafit ke dalam 80ml  $\text{H}_2\text{SO}_4$  98%. Hasil perendaman tersebut dilakukan stirring pada 300 rpm selama 2 jam dalam ice -bath  $5^\circ\text{C}$  dan dilanjutkan stirring 300 rpm selama 20 jam dalam water-bath  $40^\circ\text{C}$ . Setelah itu, dilakukan penambahan DI Water sebanyak 80ml kemudian distirring pada 300 rpm selama 1 jam dalam ice -bath  $5^\circ\text{C}$  dan ditambahkan 200ml DI water yang kemudian dilakukan stirring Kembali pada 300 rpm selama 1 jam dalam ice -bath  $5^\circ\text{C}$ . Setelah itu, dilakukan penambaha  $\text{H}_2\text{O}_2$  sebanyak 20 ml yang kemudian distirring pada 300 rpm selama 1 jam dalam ice -bath  $5^\circ\text{C}$ . Hasil dari stirring tersebut, dilakukan pencucian dalam 100ml HCl 10% dan diendapkan. Pemisahan endapan dilakukan dengan pencucian menggunakan DI water dan centrifuge selama 10 menit hingga rentang pH 5-6 kemudian dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 12 jam.

#### 3.3.3 Preparasi Sintesis *Graphene Quantum Dots*

Setelah Graphene Oksida berhasil terbentuk, kemudian proses dilanjutkan dengan membentuk *Graphene Quantum Dots* dimana Graphene Oksida direflux dengan  $\text{HNO}_3$  pada

80°C dengan perbandingan GQDs dengan HNO<sub>3</sub> yakni 0,15gram:30ml. Kemudian dilanjutkan penambahan NaOH hingga pH 7 dan dilakukan hidrotermal pada suhu 200°C selama 8 jam dilakukan pelarutan dengan H<sub>2</sub>O hingga membentuk koloid GQDs.

### 3.3.4 Preparasi Sintesis Nanokomposit GQDs/TiO<sub>2</sub>

Setelah TiO<sub>2</sub> dan GQDs berhasil terbentuk kemudian dilanjutkan proses komposit dengan cara menggunakan TiO<sub>2</sub> yang dilarutkan ke dalam 60 mL aquades dan diaduk selama 10 menit. Selanjutnya GQDs ditambahkan ke dalam larutan tersebut dengan perbandingan massa TiO<sub>2</sub> dengan GQDs sebesar 5:1 dengan berat total 0,5 gram yang kemudian dilakukan sonikasi selama 1 jam. Setelah itu, dilakukan pengadukan selama 30 menit menggunakan magnetic stirrer yang kemudian dilanjutkan dengan filtrasi dan pengeringan pada suhu 110°C selama 2 jam.

## 3.4 Pengujian

### 3.4.1 Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-Ray (SEM/EDX)

Pengujian ini memiliki fungsi untuk mengetahui morfologi dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Pengujian dilakukan di Divisi Karakterisasi Material, Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri ITS menggunakan mesin SEM Inspect S50 seperti terlihat pada **Gambar 3.13**. Pengujian ini menggunakan standar ASTM E986 dengan perbesaran antara 50 hingga 1000 kali. Mekanisme kerja SEM melibatkan penembakan elektron dari electron gun, yang kemudian melewati condensing lenses dan diperkuat oleh sebuah kumparan. Setelah itu, elektron difokuskan ke sampel oleh lensa objektif di bagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel ditangkap oleh backscattered electron detector dan secondary electron detector, lalu diterjemahkan menjadi gambar pada layar komputer.



**Gambar 3.13** Instrumen SEM

Langkah-langkah yang dilakukan pada pengujian SEM sebagai berikut:

1. Menyiapkan spesimen uji termasuk melakukan pemotongan untuk melihat daerah melintang dengan ukuran 10 x 10 mm.
2. Membersihkan permukaan spesimen agar tidak ada pengotor.
3. Meletakkan spesimen pada *holder* dan diberikan perekat *carbon tape*.
4. Memasukkan spesimen ke dalam mesin SEM.
5. Melakukan perbesaran optik 70 – 500x, dengan tegangan 2 kV
6. Mengamati hasil yang terlihat pada komputer.

EDX merupakan detektor pada SEM yang berfungsi untuk menangkap informasi mengenai komposisi sampel pada skala mikro. Pada saat elektron yang dihasilkan bertumbukan di dalam SEM, tumbukan tersebut menghasilkan sinar-X yang khas. Setiap unsur memiliki spektrum emisi sinar-X yang berbeda, maka unsur-unsur yang diperoleh dapat diidentifikasi (AbdMutalib et al., 2017).

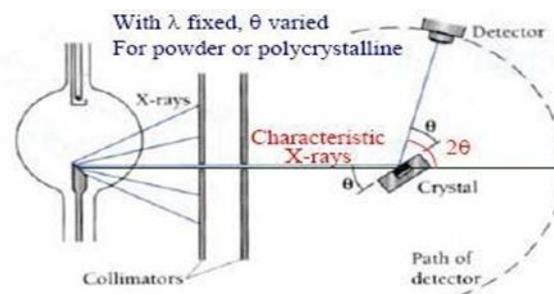
### 3.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan difraksi Sinar-X (XRD) menggunakan alat Pan Analytical XRD di Laboratorium Karakterisasi, Departemen Teknik Material ITS. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui struktur kristal dari unsur penyusun diantaranya seperti TiO<sub>2</sub>, GQDs dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs untuk mengetahui fasa yang terbentuk, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Sampel akan diuji menggunakan instrumen PAN Analytical dengan range sudut 10° – 90° dan menggunakan gelombang CuK $\alpha$  sebesar 1.54056 Å, dimana alat pengujian ini berada di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS. Berikut merupakan gambar alat pengujian XRD terdapat pada **Gambar 3.14**.



**Gambar 3.14** Instrumen XRD

Secara umum prinsip kerja XRD dapat dilihat pada **Gambar 3.15** yaitu



**Gambar 3.15** Prinsip kerja XRD

Sampel ditempatkan pada titik focus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah plate. Berikut merupakan tahapan dalam pengujian XRD:

1. Sampel diletakkan di tengah-tengah tatakan (plate), tatakan disini berupa sebuah plat tipis yang berlubang di tengah menggunakan perekat pada sisi baliknya agar plate tidak jatuh ketika plate diputar. Jika spesimen berupa serbuk, maka digunakan plate

- yang di atasnya ditutup dengan menggunakan plastik.
2. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar  $2\theta$  maka alat berputar sebesar  $\theta$ .
  3. Pola difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva intensitas terhadap sudut difraksi (Christyaningsih & Diponegoro, 2020).

Untuk menentukan dhkl juga dapat diperkirakan dengan menggunakan persamaan hukum Bragg (*Bragg's Law*) pada **persamaan 3.1**.

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (3.1)$$

dengan,

$n$ = Orde difraksi (1,2,3,..)

$\lambda$ = Panjang Gelombang

$d$ = Jarak antar kisi kristal

$\theta$  = Sudut difraksi

Adapun ukuran kristal dapat dihitung dengan persamaan *Debye Scherrer* seperti pada **persamaan 3.2** berikut.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.2)$$

dimana,

$D$ : rata-rata ukuran kristal (nm)

$\beta$ : Nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*) (rad)

$\theta$ : sudut *Bragg* ( $^{\circ}$ )

$\lambda$ : panjang gelombang kristal (nm)

$K$ : konstanta *Scherrer* dengan nilai 0.9

**Tabel 3.1** Informasi hasil pengujian XRD

No	Karakter	Informasi dan Material
1	Posisi Puncak ( $2\theta$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fasa</li> <li>- Identifikasi kristal</li> <li>- Struktur kristal</li> <li>- Parameter kisi</li> <li>- Regangan seragam</li> <li>- Identifikasi</li> <li>- Komposisi</li> </ul>
2	Tinggi Puncak (Intensitas)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Hamburan tak koheren</li> <li>- Extinction</li> <li>- Preferred orientation</li> <li>- Ukuran kristal</li> </ul>
3	Lebar dan Bentuk Puncak	(bukan partikel atau bukan grain)

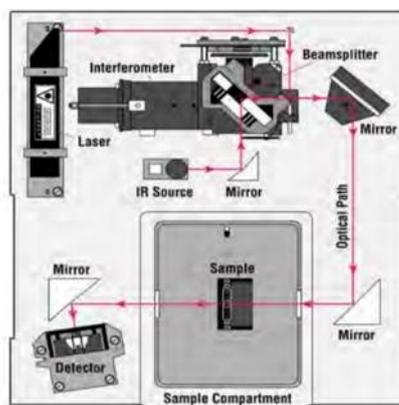
### 3.4.3 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Pengujian Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dilakukan di Divisi Karakterisasi Material, Departemen Teknik Material dan Metalurgi, FTIRS ITS Surabaya menggunakan instrumen Thermo Scientific Nicolet IS10 seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 3.16** dengan rentang panjang gelombang  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ . Standar yang digunakan adalah ASTM E1252. Pada penentuan senyawa yang terdapat pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ , maka perlu dilakukan uji FTIR untuk mengetahui kandungan dan jenis ikatan kimia yang berada di produk tersebut. FTIR dilakukan di Laboratorium Jurusan Teknik Material dan Metalurgi. Bahan yang dilakukan pada pengujian ini adalah nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ . Pengujian ini dilakukan untuk mengonfirmasi ikatan kimia yang terbentuk. Ikatan kimia yang terbentuk dicirikan dengan peak yang berbeda.



**Gambar 3.16** Instrumen Pengujian FTIR

Sederhananya, FTIR dapat mengidentifikasi senyawa, mendeteksi gugus fungsi, dan menganalisis campuran dan sampel selama analisis. Sinar infra merah yang berfungsi sebagai sumber cahaya dibagi menjadi dua berkas, satu melewati sampel dan lainnya melewati komparator. Kemudian secara berurutan melewati *mirror*. Setelah melewati prisma atau grating, berkas jatuh pada detektor dan diubah menjadi sinyal listrik yang kemudian direkam oleh rekorder. Selain itu, *amplifier* diperlukan ketika sinyal yang diterima sangat lemah. Skema kerja alat *spektroskopi inframerah* menurut Thermonicolet (2001) ditunjukkan pada **Gambar 3.17**



**Gambar 3.17** Skema kerja alat FTIR

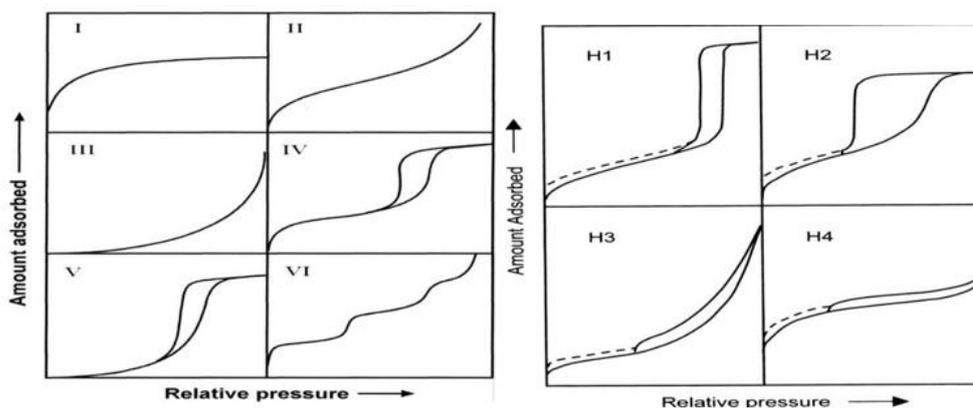
### 3.4.4 Brunaur, Emmett, and Teller (BET)

Pengujian BET (Brunauer-Emmett-Teller) bertujuan untuk mengetahui luas permukaan aktif atau karakterisasi permukaan suatu sampel. Data yang dihasilkan dari pengujian ini meliputi luas permukaan spesifik (SA,  $m^2/g$ ) dan volume pori ( $V_{pr}$ ,  $mm^3/g$ ). Prinsip kerja BET memanfaatkan daya serap sampel terhadap gas nitrogen, yang digunakan sebagai molekul probe dan diekspos ke benda padat dalam kondisi nitrogen cair. Sampel yang diuji harus memiliki massa minimal 0,1 g kemudian sampel akan dipanaskan pada suhu di bawah perlakuan aktivasi fisiknya agar tidak mempengaruhi hasil karbon aktif.

Teknik pengujian BET dilakukan secara otomatis. Data sampel yang diuji akan secara otomatis diperoleh pada komputer yang terhubung dengan BET Analyzer dalam bentuk grafik dan tabel data isotherm, grafik dan tabel data Multiple BET plot, serta grafik dan tabel data diameter pori dan luas permukaan spesifik. Untuk mengetahui luas permukaan spesifik, dilakukan pengujian BET specific surface area measurement. Luas permukaan spesifik benda padat yang diukur didapatkan dari kapasitas monolayer yang terukur dan data luas penampang molekul yang digunakan sebagai probe. Alat pengujian BET digambarkan pada **Gambar 3.18**.



**Gambar 3.18** Instrumen Pengujian BET



**Gambar 3.19** (a) Klasifikasi adsorpsi isotherm menurut IUPAC dan (b) klasifikasi berdasarkan loop *hysteresis* (Naderi, 2015)

IUPAC mengklasifikasikan 6 tipe adsorpsi isotherm sesuai yang ditunjukkan pada **Gambar 3.19**. Pada tipe I disebut Langmuir isotherm yang menggambarkan adsorpsi satu lapis (*monolayer*). Kurva tipe ini umumnya dihasilkan oleh padatan mikropori yang memiliki permukaan luar yang relative kecil, contohnya beberapa karbon aktif, zeolite, dan oksida

berpori tertentu. Isoterm tipe I (a) dihasilkan oleh material mikropori yang memiliki mikropori kecil (lebar  $< 1$  nm), sedangkan tipe I (b) dihasilkan pada material yang memiliki distribusi ukuran pori pada rentang yang lebih luas dan mesopori yang kecil ( $< 2,5$  nm). Pada tingkat *relative pressure* yang sangat rendah, adsorbat mulai mengisi pori (mikropori) dan terisi sempurna. Setelah itu kurva membentuk *knee* dan adsorption volume pada garis horizontal hingga optimum *relative pressure* menandakan bahwa tidak ada adsorbate yang terserap pada adsorban. Isoterm tipe II merupakan tipe yang umum pada adsorben *non-porous* atau makropori dengan pola kurva menunjukkan adsorpsi *monolayer-multilayer*. Terdapat tiga daerah pada kurva, dimana daerah pertama yaitu berada pada *relative pressure* 0,005 hingga 0,35 yang menandakan adsorbat telah mengisi bagian mikropori dan daerah ini umumnya digunakan untuk menganalisa *surface area* pada BET. Pada daerah kedua menunjukkan *multilayer* mulai terbentuk dan pada daerah ketiga terdapat dua kemungkinan tergantung jenis pori sampel. Pada tipe III, jumlah lapisan pada permukaan adsorban bersifat *multilayer*. Jenis ini menunjukkan bahwa pada tingkat *relative pressure* yang rendah menunjukkan tidak adanya interaksi yang baik antara adsorbat dan adsorban. Tipe ini memiliki kemiripan dengan tipe V karena jarang dimiliki oleh kebanyakan sampel. Isoterm tipe IV dihasilkan oleh adsorpsi mesopori, misalnya gel oksida dan adsorben industri. Tipe IV memiliki bentuk yang mirip dengan tipe II. Terdapat tiga daerah, dimana pada daerah ketiga terbentuk plateau yang menandakan akhir dari proses adsorpsi. Panjang plateau tergantung jenis pori sampel. Pada daerah kedua terjadi *capillary condensation* dan *mesopore filling*. Selain itu, pada proses desorpsi tidak memiliki pola yang sama seperti adsorpsi sehingga akan membentuk *hysteresis*. Pada tipe V sangat mirip dengan tipe III karena dihasilkan dari interaksi yang rendah antara adsorban dengan adsorbat. Isotherm tipe V diamati untuk adsorpsi air pada adsorben mikropori dan mesopore hidrofobik. Isoterm tipe VI dihasilkan karena adsorpsi lapisan lapis demi lapis pada permukaan tidak berpori yang sangat seragam (Naderi, 2015).

### 3.4.5 Fotokatalitik

Pengujian fotokatalisis digunakan untuk mengamati seberapa besar pengaruh penambahan *Graphene Quantum Dots* pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  untuk degradasi *Methylene blue*. Prosedur pengujian fotokatalisis yang dilakukan sebagai berikut:

1. Pembuatan larutan uji dan penentuan panjang gelombang maksimum  
Serbuk *methylene blue* ditimbang sebanyak 0,01 gram kemudian dilarutkan ke dalam 100 mL aquades hingga didapatkan larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 100 mg.L<sup>-1</sup>. Larutan baku 100 mg.L<sup>-1</sup> selanjutnya di pipet masing masing 2,4,6,8, dan 10 mL ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2,4,6,8, dan 10 mg.L<sup>-1</sup>. Selanjutnya ditentukan panjang gelombang maksimum *methylene blue* dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis
2. Penentuan kurva standar *methylene blue*  
Larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 2,4,6,8, dan 10 mg.L<sup>-1</sup>. Ditentukan nilai absorben dari masing-masing konsentrasi menggunakan panjang gelombang maksimum yang telah ditentukan sebelumnya. Kurva standar dibuat dengan menghubungkan antara konsentrasi dengan absorbansi.
3. Uji degradasi zat warna *methylene blue* dengan variasi penambahan  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada pH asam

Degradasi *methylene blue* dilakukan dengan menggunakan variasi  $\text{TiO}_2$  pada pH 3, pH4, dan pH 5. Kemudian 4 buah gelas kimia berukuran 250 mL, masing-masing dimasukkan 100 mL larutan *methylene blue*. Selanjutnya masing-masing gelas dimasukkan katalis  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  0,5 gram. Reaktor disinari lampu UV 22watt dengan variasi waktu per 1 menit, hasil degradasi dianalisis absorbannya dengan alat spektrofotometer pada Panjang gelombang maksimum 540 nm. Hasil analisis dibandingkan dengan konsentrasi zat warna hasil degradasi secara fotokatalis ditentukan presentase degradasi zat warna. Presentase degradasi *methylene blue* ditentukan dengan persamaan berikut:

$$D) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \quad (3.1)$$

Dimana  $C_0$  adalah konsentrasi awal zat warna sebelum iradiasi,  $C_t$  adalah konsentrasi zat warna pada t. Berdasarkan hasil analisis, dibuat profil hubungan antara waktu degradasi dengan presentase degradasi.

### 3.4.6 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultra violet dekat (190 – 380 nm) dan sinar tampak (380 – 780 nm) dengan memakai alat spektrofotometer. Spektrofotometer UV-VIS digunakan untuk mendapatkan absorbance spectra dari suatu material, mengukur intensitas cahaya yang melewati larutan sampel dalam kuvet, dan membandingkannya dengan intensitas cahaya sebelum melewati sampel. Pengujian UV-Vis bertujuan untuk mengetahui panjang gelombang ( $\lambda$ ) dan nilai absorbansi dengan cara menembakkan sinar ultraviolet (UV) pada larutan.

Prinsip pengujian UV-Vis adalah mengamati elektron yang tereksitasi menuju level energi yang tinggi diamati sebagai absorbansi cahaya atau radiasi elektromagnetik. Pada pengujian UV-Vis menggunakan panjang gelombang UV visible light dengan rentang 200 – 800 nm yang memiliki energi sebesar 1.5 – 6.2 eV. Alat pengujian spektrofotometer UV-Vis seperti **Gambar 3.20**.



**Gambar 3.20** Instrumen UV-Vis Genesys 10S UV-Vis Spectrometer

Radiasi maksimal yang diserap oleh larutan akan terlihat pada panjang gelombang dengan nilai absorbansi tertinggi dan persentase transmisi terendah. Nilai absorbansi dihitung menggunakan Hukum Lambert-Beer, yang dirumuskan seperti pada **Persamaan 3.3** sebagai berikut.

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (3.3)$$

dimana,

A : absorbansi (arb. units atau arbitrary units)

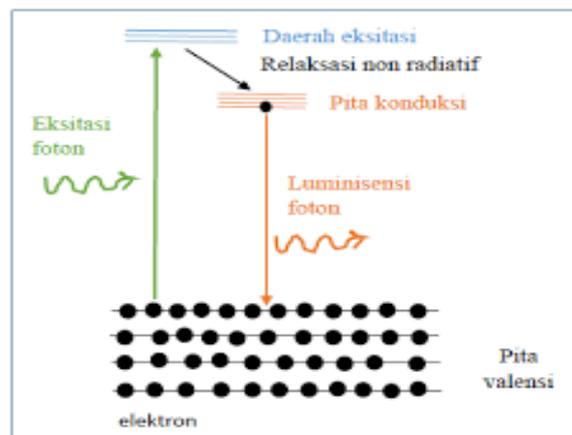
$\epsilon$  : absorptivitas molar dari material ( $M^{-1} \text{ cm}^{-1}$ )

b : panjang dari cuvette atau sample holder ( $\sim 1 \text{ cm}$ )

c : konsentrasi (M)

### 3.4.7 Photoluminescence (PL)

Pengujian fotoluminens menggunakan laser dioda sebagai sumber cahaya dengan panjang gelombang 325 nm. Laser yang beroperasi secara Continuous Wavelength (CW) diarahkan ke sampel. Cahaya yang dipancarkan oleh sampel ditangkap oleh fiber optic dan dikarakterisasi dengan Spektrofotometer iHR 320 yang terhubung dengan aplikasi di komputer. Foton dari emisi yang terdeteksi dihitung oleh *Photomultiplier Tube* dan diubah menjadi sinyal listrik yang dapat ditampilkan dalam bentuk grafik di Spectra Suit. Berikut merupakan gambar Prinsip Spektroskopi PL terdapat pada **Gambar 3.21**.



Gambar 3.21 Skema uji PL

### 3.5 Rancangan Penelitian

Tabel 3.2 Rancangan Penelitian

Material	Pengujian Karakterisasi Material				Pengujian Elektrokimia	
	XRD	SEM/EDX	FTIR	BET	UV-Vis	PL
GQDs	✓	✓	✓	-	-	-
TiO <sub>2</sub>	✓	✓	✓	-	✓	-
TiO <sub>2</sub> /GQDs - 3	✓	✓	✓	✓	✓	✓
TiO <sub>2</sub> /GQDs - 4	✓	✓	✓	✓	✓	✓
TiO <sub>2</sub> /GQDs - 5	✓	✓	✓	✓	✓	✓
MB	-	-	-	-	✓	-
MB-n	-	-	-	-	✓	-

Berikut merupakan rancangan penelitian dan pengujian yang akan dilakukan pada penelitian kali ini yang ditunjukkan pada **Tabel 3.2**.

Keterangan:

- GQDs : *Graphene Quantum Dots*  
 TiO<sub>2</sub> : TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis dari Prekursor TiCl<sub>3</sub>  
 TiO<sub>2</sub>/GQDs - 3 : Komposit GQDs dan TiO<sub>2</sub> dengan pH 3  
 TiO<sub>2</sub>/GQDs - 4 : Komposit GQDs dan TiO<sub>2</sub> dengan pH 4  
 TiO<sub>2</sub>/GQDs - 5 : Komposit GQDs dan TiO<sub>2</sub> dengan pH 5  
 MB : Larutan *Methylene blue* sebelum terdegradasi  
 MB-n : Larutan *Methylene blue* setelah terdegradasi

### 3.6 Jadwal Penelitian

**Tabel 3.3** Jadwal Penelitian

No	Kegiatan	November				Desember				Januari				Februari			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Studi Literatur																
2	Asistensi kepada dosen pembimbing																
3	Penyusunan Laporan																
4	Persiapan alat dan bahan																
5	Preparasi TiO <sub>2</sub>																
6	Preparasi GQDs																
7	Preparasi Komposit																
8	Pengujian XRD																
9	Pengujian FTIR																
10	Pengujian SEM/EDX																
11	Pengujian BET																
12	Pengujian UV-Vis																
13	Pengujian PL																
14	Pengujian Fotokatalitik																
15	Analisa dan Pembahasan																

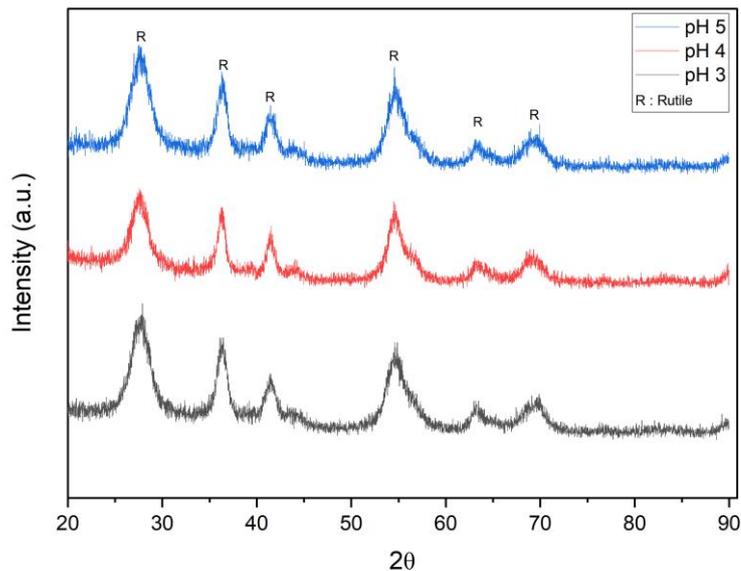
No	Kegiatan	Maret				April				Mei				Juni			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
1	Studi Literatur																
2	Asistensi kepada dosen pembimbing																
3	Penyusunan Laporan																
4	Persiapan alat dan bahan																
5	Preparasi TiO <sub>2</sub>																
6	Preparasi GQDs																
7	Preparasi Komposit																
8	Pengujian XRD																
9	Pengujian FTIR																
10	Pengujian SEM/EDX																
11	Pengujian BET																
12	Pengujian UV-Vis																
13	Pengujian PL																
14	Pengujian Fotokatalitik																
15	Analisa dan Pembahasan																

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub>

#### 4.1.1 Hasil Pengujian X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi TiO<sub>2</sub> menggunakan instrumen XRD berfungsi untuk mengetahui puncak difraktogram yang dihasilkan oleh TiO<sub>2</sub> dari pH asam yang berbeda-beda. Grafik perbedaan puncak (peak) yang dihasilkan dari tiap pH asam dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.



**Gambar 4.1** Hasil Pengujian XRD pada TiO<sub>2</sub> dengan pH 3, pH 4, dan pH 5

Berdasarkan difraktogram yang dihasilkan, dapat diketahui bahwa puncak difraksi TiO<sub>2</sub> mengalami perubahan pada tiap pH nya. Hal ini mengindikasikan adanya perubahan struktur yang terjadi pada TiO<sub>2</sub> akibat perbedaan pH. Dari hasil pengujian XRD pada TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH 3 menghasilkan puncak tertinggi yang terdapat pada  $2\theta = 27,8889^\circ$  dengan bidang (110), selain itu terdapat pula puncak  $2\theta$  pada  $36,3569^\circ$ ,  $41,4559^\circ$ ,  $54,7475^\circ$ ,  $63,1879^\circ$ , dan  $69,9531^\circ$  dengan bidang difraksi (101), (111), (211), (310), dan (112).

Hal ini sesuai dengan penelitian dari (Nasution et al., 2018), bahwa puncak dan bidang difraksi yang terbentuk pada TiO<sub>2</sub> dengan fase rutile akan memiliki nilai  $2\theta = 27,51^\circ$  dan bidang difraksi (101). Dari ketiga variasi pH pada TiO<sub>2</sub> yang dilakukan tidak memperlihatkan pengaruh yang signifikan jika dilihat dari puncak difraksi yang muncul. Sehingga dapat dikatakan bahwa ketiganya memiliki peluang yang sama dalam kemampuan fotokatalisis yang baik karena menunjukkan puncak difraksi sinar-X yang menyerupai kristal rutile dari TiO<sub>2</sub> yang sesuai dengan JCPDS No. 21-1276 (Scarpelli et al., 2018).

Pada ketiga pola difraktogram, tidak ada puncak difraksi yang mengindikasikan adanya lapisan struktur anatase yang terbentuk. Hal ini membuktikan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub> dari masing-masing pH asam yang berbeda dapat menghasilkan TiO<sub>2</sub> dengan fase rutile karena semakin kecil pH tersebut maka fase yang terbentuk cenderung rutile (Molea et al., 2014).

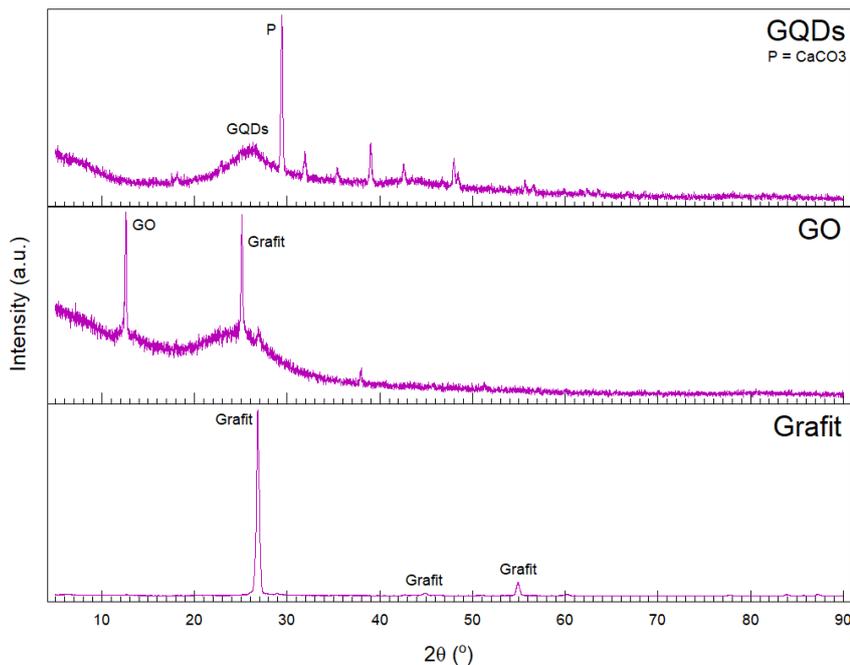
Hasil ini menunjukkan bahwa sintesis TiO<sub>2</sub> yang berasal dari TiCl<sub>3</sub> dengan kemurnian dan kristalinitas yang baik berhasil dibuat. Pada setiap sampel TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH terlihat adanya perbedaan nilai *Full Width Half Maximum* (FWHM) yang disebabkan oleh perbedaan

pH yang dilakukan. Adanya perbedaan nilai FWHM maka akan berpengaruh pada nilai ukuran kristal dari material yang dihitung menggunakan rumus Scherrer pada persamaan 3.2. Hasil perhitungan nilai ukuran kristal pada masing-masing sampel ditunjukkan pada **Tabel 4.1**.

**Tabel 4.1** Hasil perhitungan nilai ukuran kristal pada sampel TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH

No	Sampel	FWHM (rad)	2θ (°)	Ukuran Kristal (nm)
1	TiO <sub>2</sub> pH 3	0,6691	27,8889	12,23
2	TiO <sub>2</sub> pH 4	1,0706	27,5605	7,64
3	TiO <sub>2</sub> pH 5	0,5353	27,5870	15,28

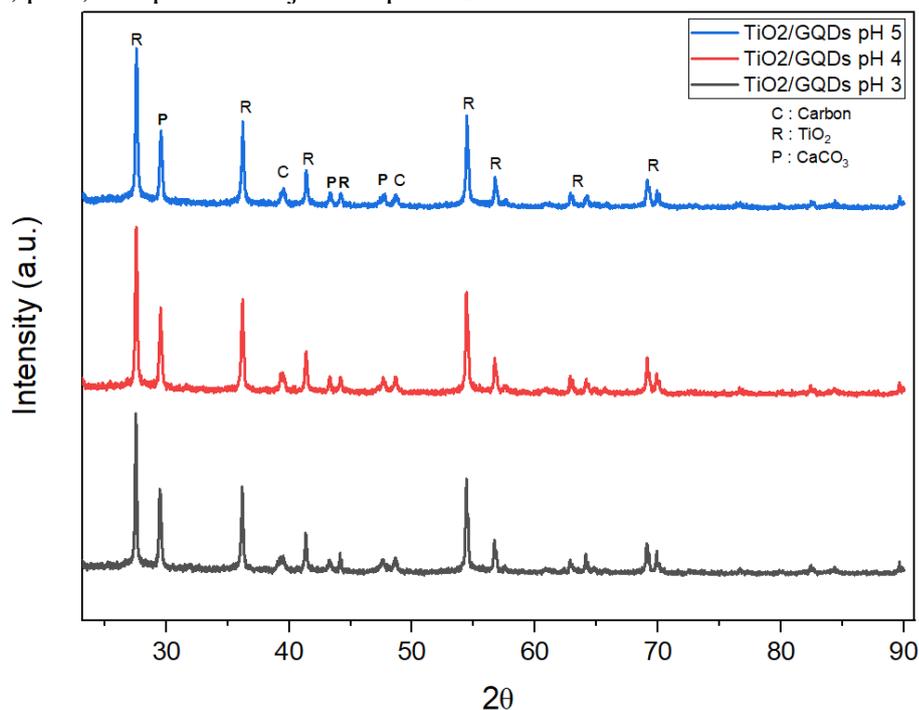
Untuk dapat menentukan ukuran kristal dari TiO<sub>2</sub>, maka diambil puncak dengan nilai intensitas tertinggi, yaitu puncak 2θ = 27° pada TiO<sub>2</sub>. Nilai ukuran kristal dipengaruhi oleh nilai FWHM, semakin besar nilai FWHM maka semakin kecil pula ukuran kristalnya. Sedangkan semakin kecil ukuran kristal, maka akan berpengaruh pada luas permukaan yang semakin besar. Adapun nilai ukuran kristal dari TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5 berturut-turut adalah 12,23 nm, 7,64 nm, dan 15,28 nm. Sedangkan ukuran kristal tertinggi diperoleh sebesar 15,28 nm pada sampel TiO<sub>2</sub> pH 5, sementara ukuran kristal terkecil diperoleh sebesar 7,64 nm pada TiO<sub>2</sub> pH 4.



**Gambar 4.2** Hasil Pengujian XRD pada Grafit, GO, dan GQDs

Berdasarkan **Gambar 4.2** dapat diketahui bahwa puncak difraksi pada grafit terpadat pada peak 2θ = 26° dengan bidang (002), selain itu terdapat pula peak pada 44° dan 55° dengan bidang difraksi berturut-turut (101) dan (004). Hal ini sesuai dengan pernyataan dari (Todica et al., 2014), bahwa peak pada grafit ditunjukkan pada 25,2°, 43°, dan 55° dengan bidang difraksi (002), (101), dan (004). Untuk melanjutkan proses menjadi GO diperlukan penambahan KMnO<sub>4</sub> sebagai oksidator yang kuat karena kemampuannya yang mampu dalam mengoksidasi berbagai macam gugus fungsi. Proses ini hanya dapat terjadi dalam kondisi asam kuat sehingga perlu adanya H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai pelarut dari grafit. Terdapat penambahan NaNO<sub>3</sub> yang berfungsi untuk mengurangi jumlah lapisan pada grafit dan menambah jarak antar lapisan (Kusrini et al.,

2019). Dari proses diatas memunculkan peak baru pada  $2\theta = 12^\circ$  yang menunjukkan bahwa *graphene oxide* telah berhasil terbentuk tetapi masih terdapat peak pada  $2\theta = 25^\circ$  yang mengindikasikan bahwa peak grafit masih terdapat pada GO. Hal ini sesuai dengan pernyataan dari (Krishnamoorthy et al., 2013), bahwa  $\text{KMnO}_4$  merupakan senyawa yang sangat penting selama proses pembentukan *graphene oxide* karena dapat mempengaruhi tingkat oksidasi pada grafit. Semakin besar penggunaan  $\text{KMnO}_4$  akan menurunkan peak pada grafit sehingga munculnya peak pada  $2\theta = 25^\circ$  dapat dikatakan bahwa oksidasi yang dialami grafit belum sempurna. Setelah pembentukan *graphene oxide* selanjutnya dilakukan sintesis GQDs dengan mereflux  $\text{HNO}_3$  pada GO yang terbentuk. Penggunaan  $\text{HNO}_3$  berfungsi sebagai pemotong oksidatif karbon dengan cara mengoksidasi permukaan GO (Abbas et al., 2020). Dari proses diatas memunculkan peak baru pada  $2\theta = 22^\circ$ , hal ini menandakan pembentukan GQDs yang dikonfirmasi oleh penelitian dari (Kadyan et al., 2024), bahwa peak XRD yang muncul pada  $2\theta = 22,5^\circ$  dengan bidang difraksi (002). Pada *peak*  $29,4^\circ$  menunjukkan adanya pengotor pada GQDs yang disintesis yaitu  $\text{CaCO}_3$ . Pengotor yang terdapat pada GQDs ini terjadi akibat adanya kontaminasi dari salah satu penelitian yang ada di laboratorium fisika material. Selanjutnya untuk hasil pengujian XRD nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  hampir tidak memiliki perbedaan puncak yang signifikan. Adapun perbandingan hasil uji XRD  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dengan variasi pH 3, pH4, dan pH 5 ditunjukkan pada **Gambar 4.3**.



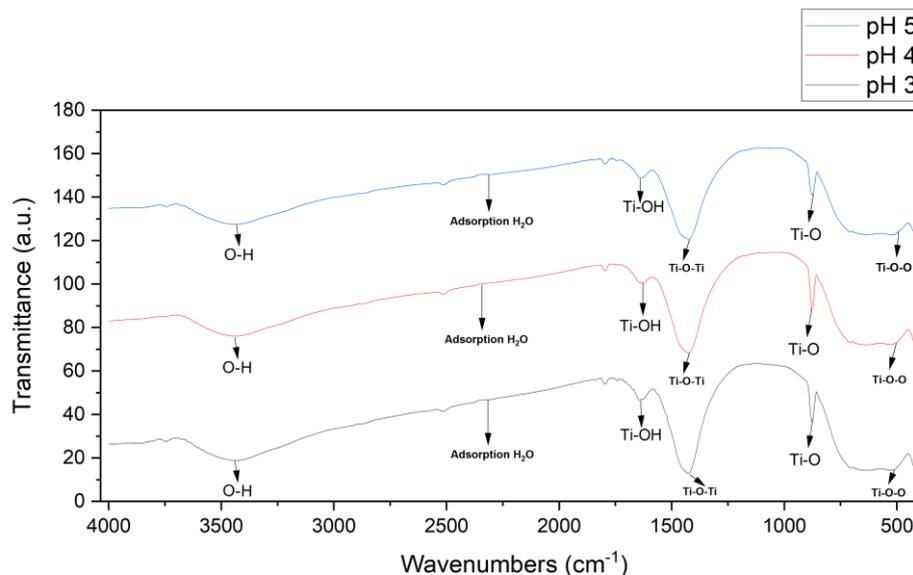
**Gambar 4.3** Hasil pengujian XRD nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dengan masing-masing variasi pH

Berdasarkan **Gambar 4.3** menunjukkan adanya puncak khas yang berada pada posisi  $2\theta = 27^\circ$  untuk  $\text{TiO}_2$  Rutile, sedangkan peak GQDs tidak terlihat pada peak  $25^\circ$ . Hal ini sesuai dengan penelitian dari (Rawal et al., 2022), bahwa persentase berat  $\text{TiO}_2$  yang lebih besar telah dibuat dalam nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dan berefek pada peak XRD GQDs yang tertutupi oleh dominasi peak  $\text{TiO}_2$ . Namun, pada peak  $29^\circ$  dan  $43^\circ$  terdapat unsur lain yang terkandung dalam nanokomposit yakni  $\text{CaCO}_3$ . Tidak diketahui penyebab pasti adanya senyawa  $\text{CaCO}_3$  yang terbentuk pada nanokomposit ini. Berdasarkan pengamatan penulis, adanya  $\text{CaCO}_3$  disebabkan kontaminasi yang terbentuk selama pembuatan GQDs sehingga berpengaruh dengan munculnya peak  $29^\circ$  dan  $43^\circ$  pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ .

Jika dilihat pada pengujian XRD nanokomposit ini, tidak menunjukkan adanya pergeseran puncak yang signifikan di setiap variasi pH pada nanokomposit. Adapun karakteristik puncak difraksi XRD GQDs terdapat pada  $2\theta = 25^\circ$  diamati dari pengujian XRD pada GQDs sebelumnya, yang mewakili masing-masing bidang yaitu (002) (Ahmed et al., 2018). Namun, ditemukan pula peak  $2\theta = 39^\circ$  dan  $48^\circ$  yang mengindikasikan terbentuknya unsur karbon yang berasal dari pembentukan GQDs pada nanokomposit tersebut. Sedangkan pada puncak  $2\theta = 27^\circ, 36^\circ, 41^\circ, 44^\circ, 54^\circ, 56^\circ, 64^\circ, 65^\circ$  dan  $69^\circ$  dengan bidang difraksi (110), (101), (111), (210), (211), (220), (310), (221), dan (301) menunjukkan kristalinitas  $\text{TiO}_2$  Rutile yang dimana ini sesuai dengan JCPDS card no. 021-1276. Tidak ditemukan adanya puncak karakteristik  $\text{TiO}_2$  anatase dan brookite pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ .

#### 4.1.2 Hasil Pengujian Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy (FTIR)

Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  menggunakan instrumen FTIR berfungsi untuk mengetahui gugus fungsional yang terdapat pada sampel  $\text{TiO}_2$  dengan pH asam yang berbeda-beda. Karakterisasi yang dilakukan menghasilkan spektra FTIR seperti **Gambar 4.4**. Gugus fungsional utama pada  $\text{TiO}_2$  dapat diidentifikasi berdasarkan puncak serapan dan bilangan gelombang pada spektra tersebut.

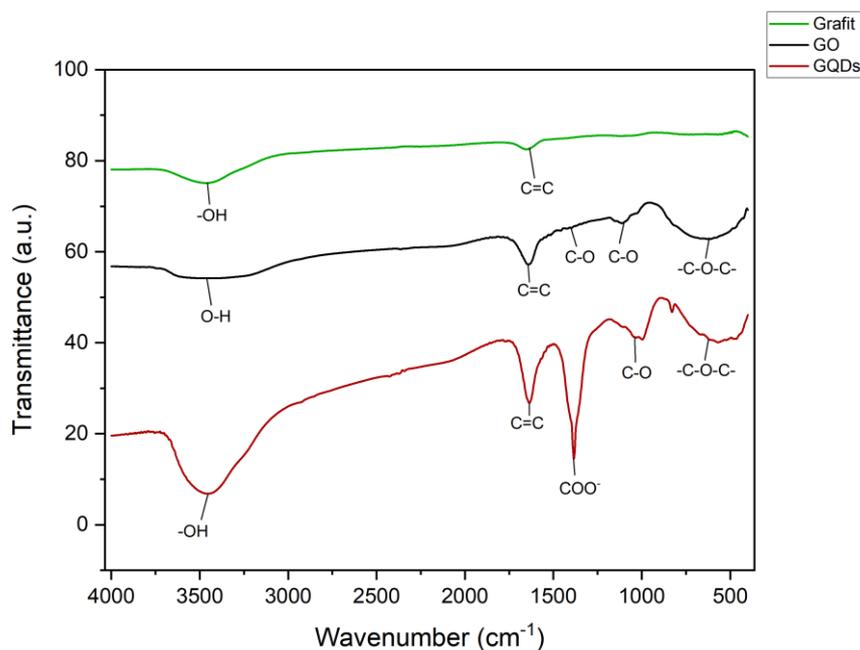


**Gambar 4.4** Hasil pengujian FTIR pada  $\text{TiO}_2$  dengan pH 3, pH 4, dan pH 5

**Tabel 4.2** Daerah serapan FTIR  $\text{TiO}_2$  dari masing-masing variasi

Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )			Referensi	Ikatan
$\text{TiO}_2$ pH 3	$\text{TiO}_2$ pH 4	$\text{TiO}_2$ pH 5		
3442,94	3442,94	3435,22	3443	Vibration O-H
2316,51	2343,51	2308,79	2377	Adsorption $\text{H}_2\text{O}$
1643,35	1635,64	1629,85	1640	Vibration Ti-OH
1425,40	1425,40	1427,32	1400	Vibration Ti-O-Ti
600-877	600-877	600-877	400 – 900	Vibration Ti-O
524,64	524,64	524,64	518,85	Adsorption Ti-O-O

Dari **Gambar 4.4** dan **Tabel 4.2** Vibrasi untuk kelompok hidroksil OH dapat diidentifikasi melalui puncak serapan pada rentang bilangan gelombang  $3442,94-3435,22\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini menunjukkan bahwa molekul air telah teradsorpsi oleh penggunaan aquades selama proses sintesis  $\text{TiO}_2$  (Hikmah et al., 2023). Terdapat pula puncak serapan pada bilangan gelombang  $1629,85-1643,35\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakteristik dari gugus hidroksil (OH) yang terikat pada atom Ti ( $\text{Ti-OH}$ ) (Hikmah et al., 2023). Sedangkan pada bilangan gelombang  $1425-1427\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi atom  $\text{Ti-O-Ti}$  dan daerah serapan pada bilangan gelombang  $600-877\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari ikatan  $\text{Ti-O}$ . Selain itu, terdapat bilangan gelombang pada  $518-524$  yang merupakan adsorpsi  $\text{Ti-O-Ocm}^{-1}$ . Hasil ini sesuai dengan dengan penelitian (Listanti et al., 2018), dimana pada bilangan gelombang  $633\text{ cm}^{-1}$  dan  $732\text{ cm}^{-1}$  terdapat vibrasi atom  $\text{Ti-O}$ , sedangkan pada bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  muncul vibrasi atom  $\text{Ti-O-Ti}$ . Absorpsi  $\text{Ti-O-O}$  ditemukan pada bilangan gelombang  $503\text{ cm}^{-1}$ . Vibrasi O-H muncul pada bilangan gelombang  $1632\text{ cm}^{-1}$  dan  $3368\text{ cm}^{-1}$ . Sementara itu, adsorpsi  $\text{H}_2\text{O}$  terjadi pada bilangan gelombang  $2377\text{ cm}^{-1}$

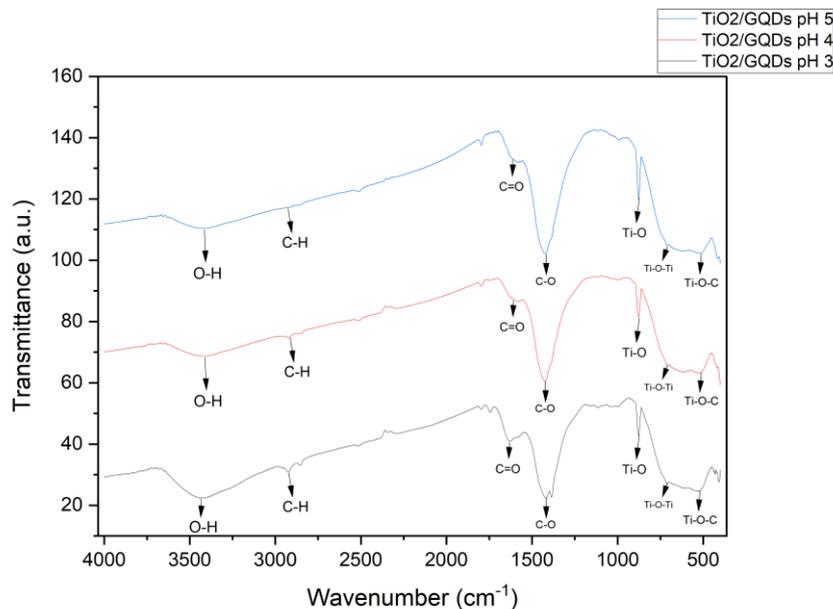


**Gambar 4.5** Hasil pengujian FTIR pada Graphite, Graphene Oxide, dan *Graphene Quantum Dots*

**Tabel 4.3** Daerah serapan FTIR dari Grafit, GO, dan GQDs

Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )			Referensi	Ikatan
Grafit	GO	GQDs		
3462,22	3479,58	3454,51	3200 – 3550	O-H <i>Stretching</i>
1654,92	1637,56	1633,71	1600 – 1700	C=C <i>Stretching</i>
-	1398,39	-	1350 – 1400	C-O <i>Stretching</i>
-	-	1382,96	-	COO <sup>-</sup> <i>Vibration</i>
-	1112,93	1031,92	1000 – 1150	C-O <i>Stretching</i>
-	500-700	500-700	-	C-O-C <i>Vibration</i>

Pada **Gambar 4.5** menunjukkan hasil spektrum FTIR Grafit, Graphene Oxide, dan *Graphene Quantum Dots* dan **Tabel 4.3** menunjukkan ringkasan daerah serapan FTIR. Pada daerah serapan  $3200 - 3550 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan O-H peregangan (*stretching*), dimana dari hasil eksperimen ditunjukkan  $3462,22 \text{ cm}^{-1}$ ,  $3479,58 \text{ cm}^{-1}$ , dan  $3454,51 \text{ cm}^{-1}$  pada Grafit, Graphene Oxide, dan *Graphene Quantum Dots* (Bharath et al., 2017). Hal ini menandakan terdapat molekul air sebagai penyusun utama dalam sampel dari gugus fungsi hidroksil. Terdapat pula puncak yang terbentuk sekitar bilangan gelombang  $1637 \text{ cm}^{-1}$  yang ditandai dengan adanya ikatan C=C yang terbentuk pada sampel GO menandakan adanya material karbon di dalamnya. Adapun puncak-puncak gelombang yang terbentuk tetapi tidak terlalu signifikan seperti pada bilangan gelombang  $1398 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1112 \text{ cm}^{-1}$  dimana menunjukkan ikatan C-O (epoksi) dan C-O (alkoksi) yang terbentuk karena proses oksidasi yang membuat adanya penambahan gugus oksigen (Bharath et al., 2017). Munculnya peak pada bilangan gelombang  $1382 \text{ cm}^{-1}$  merupakan getaran regangan simetris  $\text{COO}^-$  dimana ini membuktikan bahwa gugus karboksil dan gugus hidroksil berhasil dilakukan penyerapan (Yuan et al., 2014). Terdapat pula puncak bilangan gelombang pada  $620 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan getaran regangan pada ikatan C-O-C (Fan et al., 2015).



**Gambar 4.6** Hasil pengujian FTIR pada  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 3,  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 4,  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 5

**Tabel 4.4** Daerah serapan FTIR dari  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 3,  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 4,  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 5

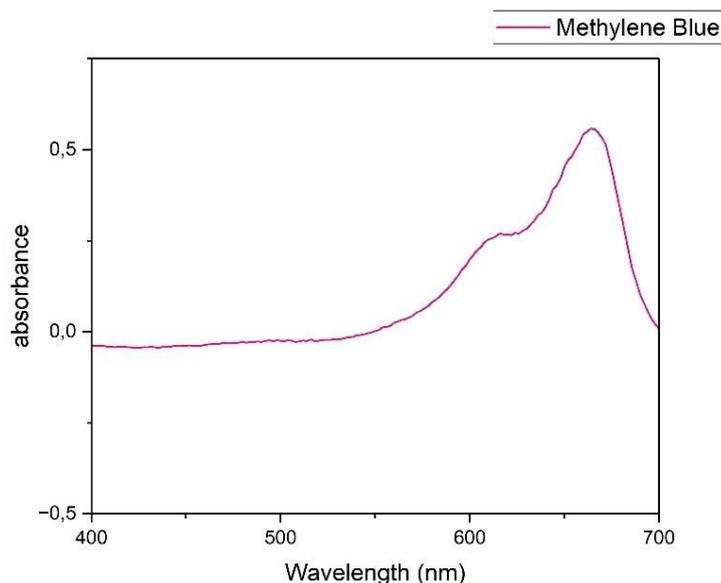
Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )			Referensi	Ikatan
$\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ pH 3	$\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ pH 4	$\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ pH 5		
3429,43	3423,65	3423,65	3427	<i>Stretching</i> Vibration O-H
2924,09	2924,09	2924,09	2928	<i>Stretching</i> Vibration C-H
1631,78	1627,92	1629,84	1659	<i>Stretching</i> Vibration C=O

1419,61	1423,47	1423,47	1457	Stretching C-O
877,61	877,61	877,61	-	Vibration Ti-O
707,88	705,95	709,80	720	Stretching Vibration Ti-O-Ti
534,28	522,71	518,85	552	Stretching Vibration Ti-O-C

Pada **Gambar 4.6** menunjukkan hasil spektrum FTIR TiO<sub>2</sub>/GQDs dari masing-masing variasi pH 3, pH 4, dan pH 5 dan **Tabel 4.4** menunjukkan ringkasan daerah serapan FTIR. Pada daerah serapan 3420cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan getaran regangan O-H dimana hal tersebut mengindikasikan terdapat molekul air yang teradsorpsi. Terdapat pula getaran regangan C-H pada bilangan gelombang 2924cm<sup>-1</sup> yang terbentuk akibat pembentukan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs (Thi Bich Quyen et al., 2021). Pada bilangan gelombang 1630cm<sup>-1</sup> merupakan getaran regangan dari C=O, serta terdapat regangan C-O pada bilangan gelombang 1420cm<sup>-1</sup>. Sementara itu, puncak pada bilangan gelombang 705cm<sup>-1</sup> merupakan karakteristik dari getaran regangan Ti-O-Ti dari TiO<sub>2</sub> muncul. Terdapat pula puncak yang mengindikasikan terbentuknya nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada bilangan gelombang 520cm<sup>-1</sup> dimana mengakibatkan getaran regangan Ti-O-C (Thi Bich Quyen et al., 2021).

#### 4.1.3 Hasil Pengujian UV-Vis

Karakterisasi menggunakan instrumen Uv-Vis berfungsi untuk mengetahui nilai energi celah pita dari fotokatalis TiO<sub>2</sub> dengan pH asam yang berbeda-beda disajikan pada Gambar 4.x. Pada pengujian ini digunakan panjang gelombang dengan rentang 200-700nm dan rentang 100nm. Untuk daerah ultraviolet terdapat pada rentang 200-400nm sedangkan daerah visible pada rentang 400-700nm. Spectrum absorbansi pada TiO<sub>2</sub> terjadi di bawah panjang gelombang 500nm, dimana rentang ini merupakan daerah ultraviolet dan sedikit masuk pada daerah *visible*.



**Gambar 4.7** Hasil pengujian Uv-Vis *Methylene blue*

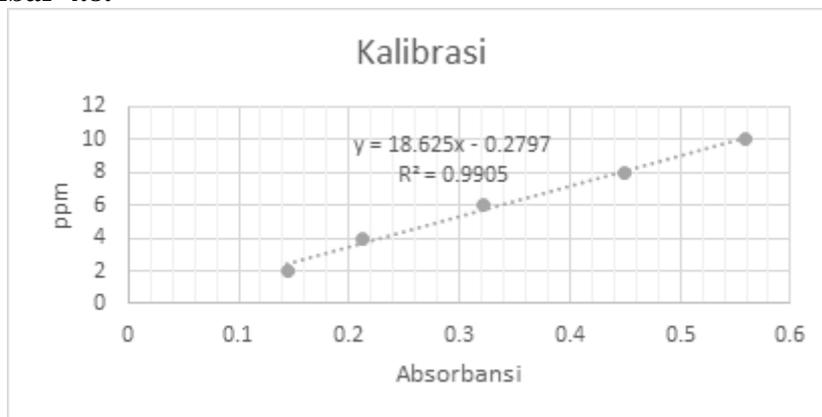
Pada **Gambar 4.7** menunjukkan bahwa *methylene blue* pada konsentrasi 10 ppm memiliki nilai absorbansi maksimal, yaitu 0,55815 pada panjang gelombang maksimum sebesar 664 nm. Nilai panjang gelombang maksimum dari *methylene blue* digunakan sebagai acuan dalam pembuatan kurva kalibrasi dengan memasukkan nilai absorbansi yang didapatkan

pada deret larutan konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 ppm. Nilai absorbansi dari setiap konsentrasi dapat dilihat pada **Tabel 4.5**.

**Tabel 4.5** Nilai absorbansi *methylene blue*

No	Konsentrasi (ppm)	Nilai Absorbansi
1	2	0,14462
2	4	0,21246
3	6	0,32157
4	8	0,44901
5	10	0,55815

Berdasarkan **Tabel 4.5** menunjukkan data nilai absorbansi pada masing-masing konsentrasi (ppm) larutan berwarna *methylene blue*. Jika dilihat pada tabel tersebut seiring dengan pertambahan konsentrasi (ppm) maka nilai dari absorbansi juga semakin meningkat. Selanjutnya dari data yang sudah didapatkan, ditentukan kurva standar dan persamaan regresi linear pada **Gambar 4.8**.

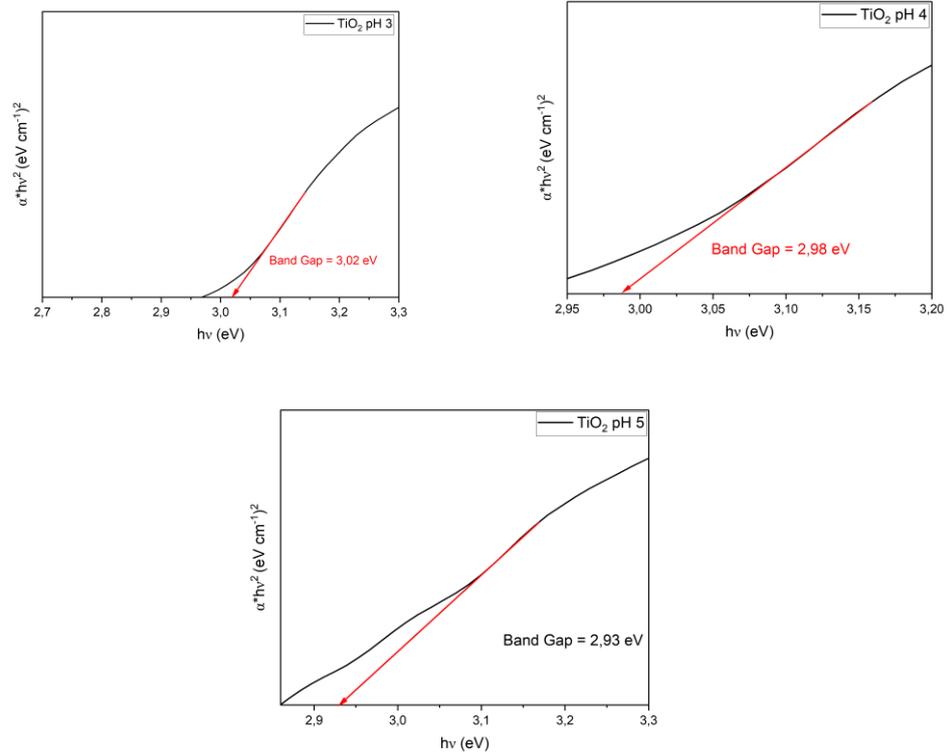


**Gambar 4.8** Kurva regresi linear hubungan konsentrasi terhadap absorbansi *methylene blue*

Berdasarkan pada kurva tersebut diperoleh persamaan regresi linear yakni  $y = 18,625x - 0,2797$  dimana y merupakan besaran konsentrasi, kemudian x merupakan nilai absorbansi. Adapun koefisien korelasi  $R^2 = 0,9905$  yang di mana hampir mendekati angka satu. Nilai  $R^2$  yang mendekati satu menunjukkan bahwa adanya korelasi yang kuat serta hubungan yang linier antara konsentrasi dan absorbansi. Hal ini selaras dengan hukum *Lambert-Beer* bahwa konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansi, semakin tinggi konsentrasi maka semakin besar nilai absorbansi (Ahriani *et al.*, 2021).

Dengan menggunakan pengujian UV-Vis, dapat juga diperoleh nilai band gap (celah pita) dari material  $TiO_2$  dan nanokomposit  $TiO_2/GQDs$ . Dengan diperoleh nilai band gap, maka dapat diklasifikasikan apakah material tersebut bersifat material konduktor, semikonduktor, atau insulator. Band gap energy memiliki hubungan dengan banyaknya energi minimum yang dibutuhkan untuk electron dapat tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi. Jika nilai band gap energinya kecil maka, material tidak membutuhkan energi yang tinggi untuk dapat bereksitasi dan begitu juga sebaliknya.

Adapun proses preparasi sampel dimulai dengan melarutkan sampel menggunakan larutan etanol kemudian dilakukan pengujian UV-Vis dengan output nilai absorbansi dan panjang gelombang. Data yang didapatkan dikonversi menggunakan Tauc plot ke dalam plot kurva  $h\nu$  vs  $(\alpha h\nu)^2$ . Nilai band gap energy didapatkan melalui penarikan garis lurus mengikuti gradien dari kurva yang terbentuk. Sehingga diperoleh nilai band gap energy dari material  $TiO_2$  yang ditunjukkan pada **Gambar 4.9** dan **Tabel 4.6**.



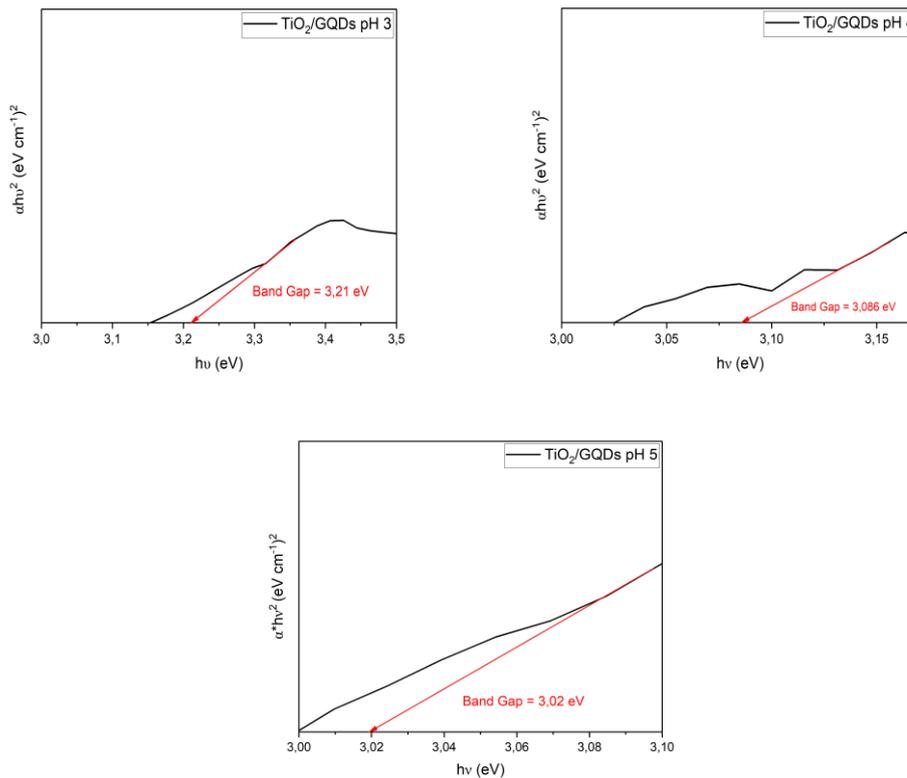
**Gambar 4.9** Hasil Perhitungan *Band Gap* pada TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5

**Tabel 4.6** Hasil perhitungan *band gap energy* pada TiO<sub>2</sub>

Sampel	Band Gap (eV)
TiO <sub>2</sub> pH 3	3,02
TiO <sub>2</sub> pH 4	2,98
TiO <sub>2</sub> pH 5	2,93

Berdasarkan **Gambar 4.9** dan **Tabel 4.6** di atas didapatkan nilai band gap energy pada sampel TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5 berturut-turut adalah 3,02 eV, 2,98 eV, dan 2,93 eV. Adapun nilai band gap dari material semikonduktor TiO<sub>2</sub> Rutile sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh (Eddy et al., 2023), dengan memperoleh band gap sebesar 2,98 eV.

Selanjutnya dilakukan pengujian UV-Vis pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan GQDs terhadap *band gap* yang dihasilkan pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan masing-masing variasi. Berikut nilai *band gap* yang diperoleh pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs yang ditunjukkan pada **Gambar 4.10** dan **Tabel 4.7**.



**Gambar 4.10** Hasil Perhitungan *Band Gap* pada TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5

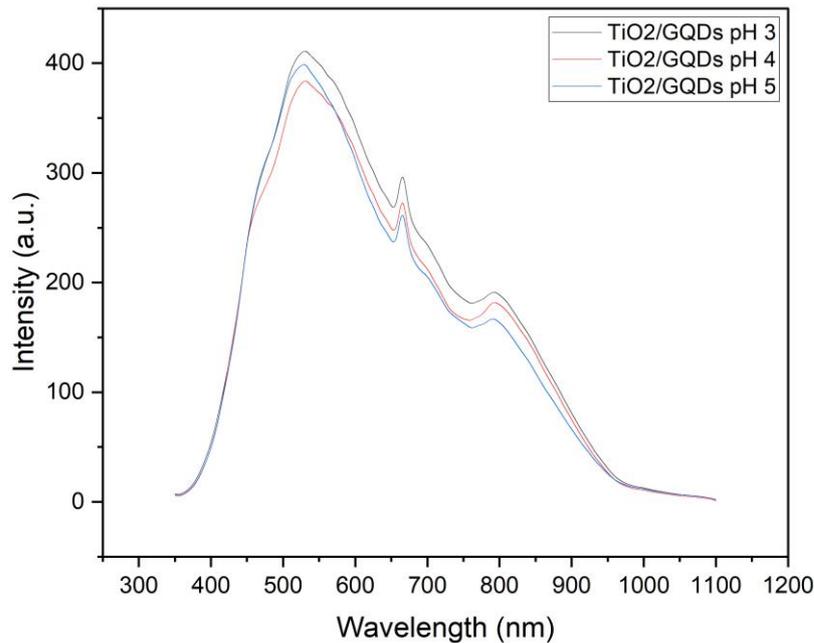
**Tabel 4.7** Hasil perhitungan *band gap energy* pada TiO<sub>2</sub>/GQDs

Sampel	Band Gap (eV)
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3	3,21
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4	3,08
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5	3,02

Berdasarkan **Gambar 4.10** dan **Tabel 4.7** di atas didapatkan nilai band gap energy pada sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5 berturut-turut adalah 3,21 eV, 3,08 eV, dan 3,02 eV. Dari penelitian ini dapat terlihat band gap yang dihasilkan dengan penambahan GQDs terhadap nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi mengalami kenaikan. Hal ini berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh (Ma et al., 2021), bahwa penambahan GQDs membuat penurunan *band gap* dari 2,95 eV menjadi 2,72 eV. Dari hasil yang didapatkan dari pengujian Uv-Vis, terdapat faktor yang mempengaruhi kenaikan *band gap* seperti pada hasil pengujian XRD yang menunjukkan adanya kandungan CaCO<sub>3</sub> didalam nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Seperti pada penelitian (Kaur & Verma, 2014), bahwa komposit TiO<sub>2</sub>/CaCO<sub>3</sub> mengakibatkan kenaikan *band gap* dari 3,59 eV menjadi 3,64 eV. Oleh sebab itu, pada penelitian ini *band gap* yang dihasilkan dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs mengalami kenaikan yang berefek dari munculnya CaCO<sub>3</sub>.

#### 4.1.4 Hasil Pengujian Photoluminescence (PL)

Pengujian Photoluminescence dilakukan untuk mengetahui laju rekombinasi elektron-hole pada reaksi fotokatalisis. Informasi ini sangat berguna untuk menjelaskan hasil aktifitas fotokatalitik karena laju rekombinasi elektron-hole berbanding terbalik dengan tingkat aktifitas fotokatalitik dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Pengujian Photoluminescence menggunakan alat uji iHR 320 yang terdapat di Laboratorium Kromatografi, ILRC UI. Hasil pengujian Photoluminescence pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dapat dibandingkan dari gambar di bawah ini.



**Gambar 4.11** Hasil Pengujian PL pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi

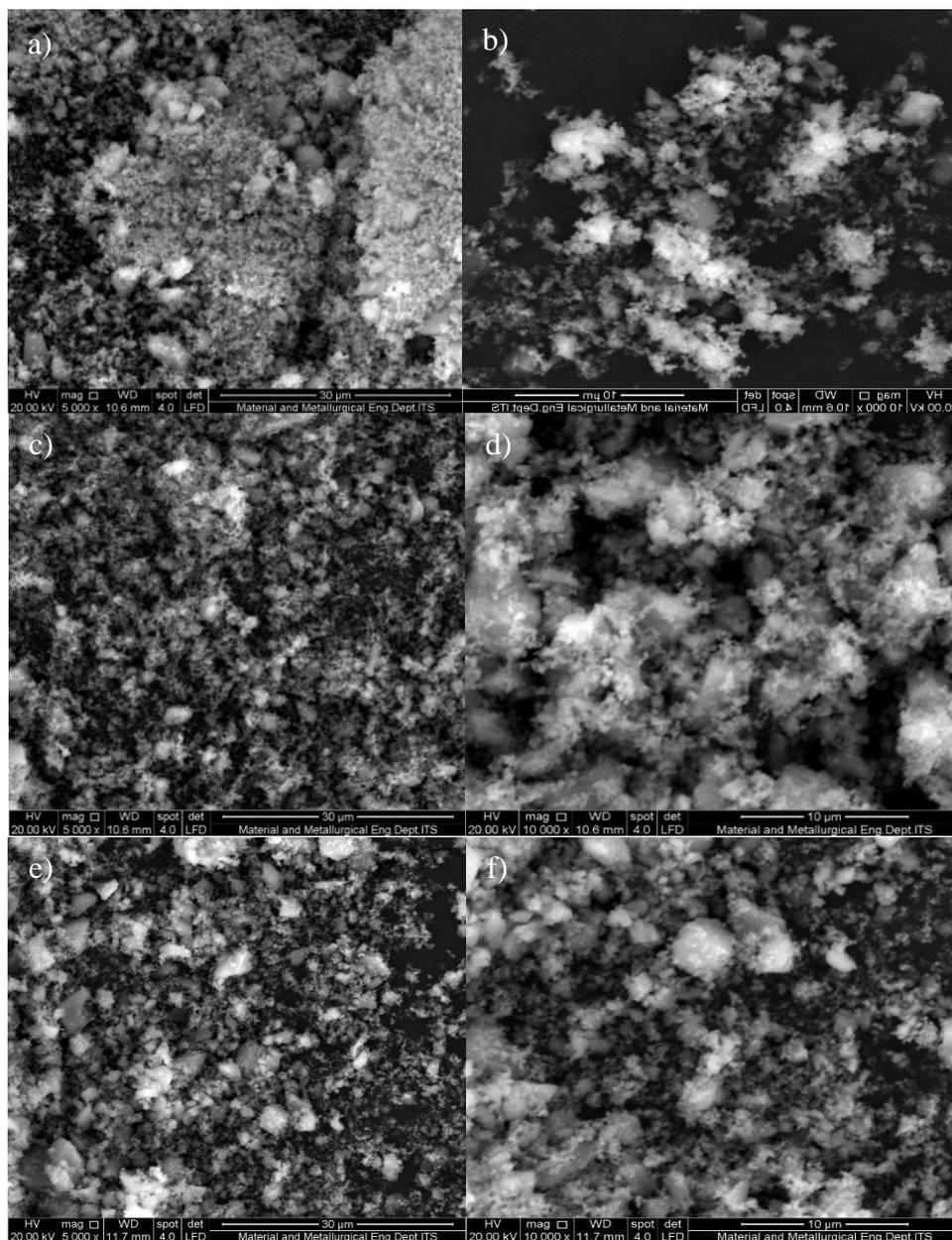
**Gambar 4.11** memperlihatkan spektrum PL dari TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5. Emisi PL adalah hasil dari rekombinasi antara elektron yang tereksitasi dan hole, sehingga spektrum emisi PL bisa digunakan untuk mengevaluasi efisiensi penangkapan muatan pembawa, perpindahan, dan transfer pasangan elektron-hole dalam semikonduktor. Puncak intensitas PL yang lebih tinggi menunjukkan jumlah emisi foton yang lebih banyak akibat rekombinasi elektron-hole, yang berarti efisiensi pemisahan menjadi lebih rendah dan, akibatnya, aktivitas fotokatalitik juga menurun. Dengan demikian, terdapat hubungan yang erat antara intensitas PL dan aktivitas fotokatalitik. Dari **Gambar 4.11** variasi pH mempengaruhi intensitas PL nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada puncak 530 nm, 665 nm, dan 792 nm. Penurunan intensitas pada puncak 530 nm – 792 nm menunjukkan penurunan laju rekombinasi sehingga meningkatkan efisiensi pemisahan muatan dari elektron dan hole yang dihasilkan.

Dari **Gambar 4.11** menunjukkan bahwa penurunan intensitas pada puncak 530 nm sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 4 merupakan yang paling rendah jika dibandingkan dengan pH lainnya tetapi pada puncak 665-792 nm terlihat bahwa sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 5 memiliki penurunan intensitas yang lebih rendah dari variasi sampel lainnya. Hal ini bermakna bahwa laju rekombinasi pada TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 5 merupakan yang paling rendah dibandingkan sampel lainnya. Sedangkan fenomena pada puncak 665-792nm

disebabkan karena terdapat pengotor berupa unsur Ca yang membuat adanya puncak tambahan pada  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  berdasarkan hasil dari XRD (Coletto et al., 2020).

#### 4.1.5 Hasil Pengujian Scanning Electron Microscopy (SEM)

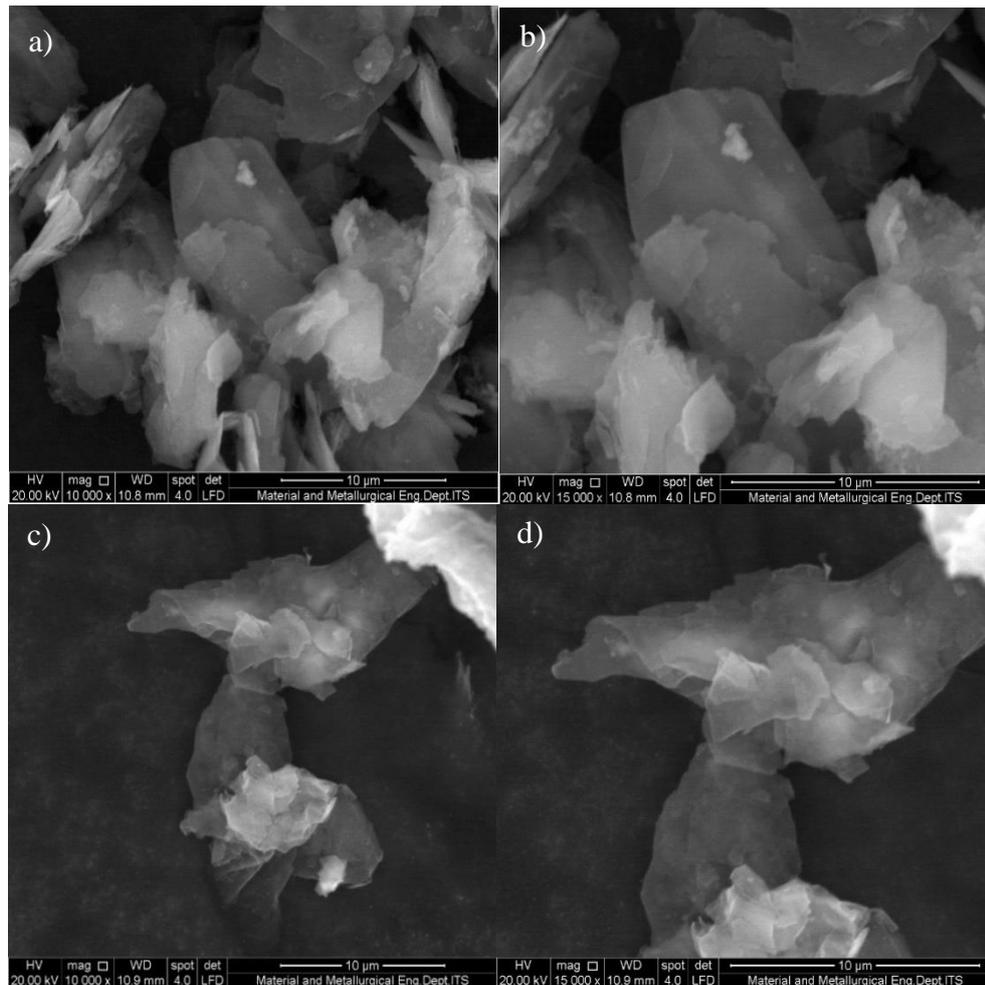
Pengujian SEM dilakukan sebagai identifikasi apakah proses sintesis material yang dilakukan berhasil dengan mengamati morfologi dari material  $\text{TiO}_2$ , grafit, grafit oksida, GQDs, dan nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$ . Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM) menggunakan alat uji FEI tipe INSPECT S50 yang terdapat di Laboratorium Karakterisasi, Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, FTIRS-ITS. Hasil SEM dari  $\text{TiO}_2$ , grafit, grafit oksida, Gqds, dan nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dapat dibandingkan dari gambar di bawah ini.

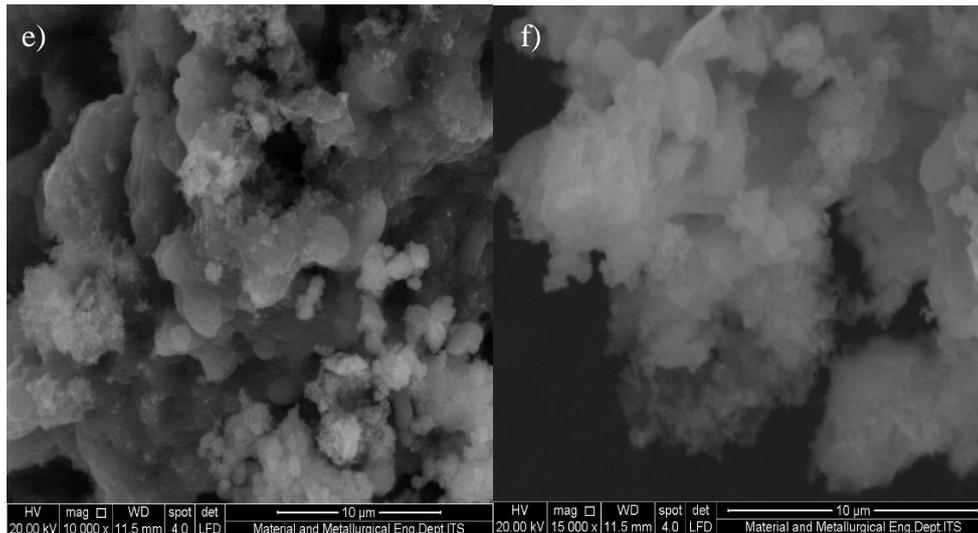


**Gambar 4.12** Hasil pengujian SEM pada  $\text{TiO}_2$  dengan variasi pH, pada pH 3 (a) perbesaran 5.000x, (b) perbesaran 10.000x, pada pH 4 (c) perbesaran 5.000x, (d) perbesaran 10.000x, pada pH 5 (e) perbesaran 5.000x, (f) perbesaran 10.000x

Dari **Gambar 4.12** terlihat morfologi dari material  $\text{TiO}_2$  pH 3. Morfologi yang terbentuk adalah *cauliflower* dan cenderung beraglomerat. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh (Jothi Ramalingam et al., 2019). Jika dilihat pada **Gambar 4.12** tidak terdapat perbedaan yang mencolok antara masing-masing  $\text{TiO}_2$  pada pH 3, pH 4, dan pH 5.

Selanjutnya dilakukan pengujian SEM untuk mengetahui morfologi dari grafit, *graphene oxide*, dan *Graphene Quantum Dots*. Hasil pengujian SEM pada grafit, GO, dan GQDs dapat dilihat pada **Gambar 4.12**.



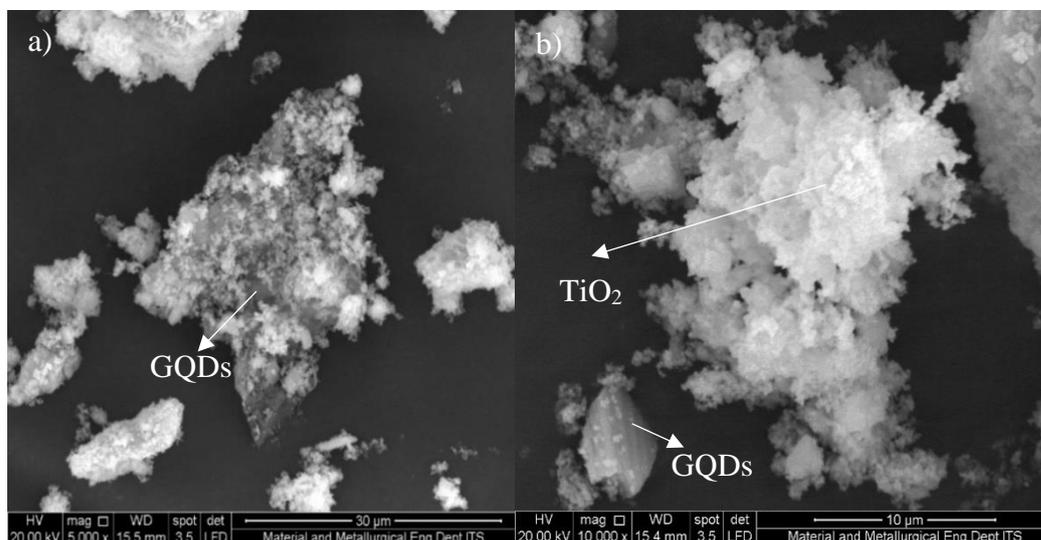


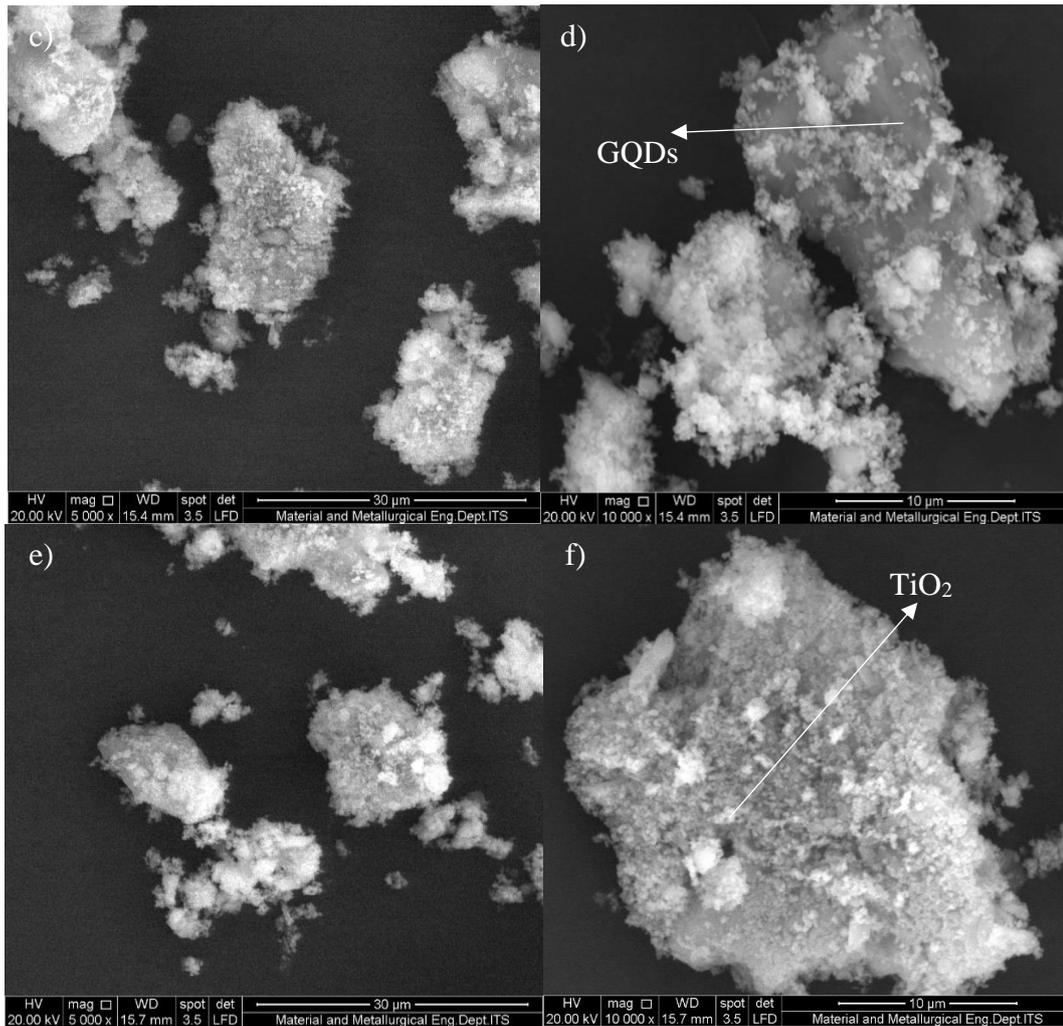
**Gambar 4.13** Hasil pengujian SEM pada (a) Grafit perbesaran 10000x, (b) Grafit perbesaran 15000x, (c) Graphene Oxide perbesaran 10000x, (d) Graphene Oxide perbesaran 15000x, (e) *Graphene Quantum Dots* perbesaran 10000x, (f) *Graphene Quantum Dots* perbesaran 15000x

Dari **Gambar 4.13** perubahan morfologi selama sintesis graphene dapat diamati dengan jelas. Sebelum sintesis dimulai, grafit yang digunakan sebagai bahan baku berwujud serbuk, yang terdiri dari tumpukan lembaran-lembaran tipis graphene. Dalam pengamatan SEM, grafit menunjukkan morfologi berupa serpihan tebal, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.13**.

Selama proses sintesis, grafit mengalami oksidasi dan membentuk graphene oxide. Morfologi *graphene oxide* yang teramati dengan SEM tidak jauh berbeda dari grafit, tetap menunjukkan ketebalan seperti yang terlihat pada **Gambar 4.13**. Namun, proses drying setelah oksidasi menyebabkan *graphene oxide* berbentuk lembaran, sehingga morfologi flake pada grafit tidak lagi terlihat pada *graphene oxide*.

Dalam proses sintesis yang melibatkan reduksi, reflux, dan hidrotermal diperoleh *Graphene Quantum Dots* sebagai produk akhir. *Graphene Quantum Dots* memiliki struktur berupa serbuk halus karena lapisan-lapisan tebal grafit dan *graphene oxide* terkelupas menjadi serbuk nano selama proses sintesis. (Pradana et al.,2014). Selanjutnya pengujian SEM juga dilakukan pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5 seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 4.14**.

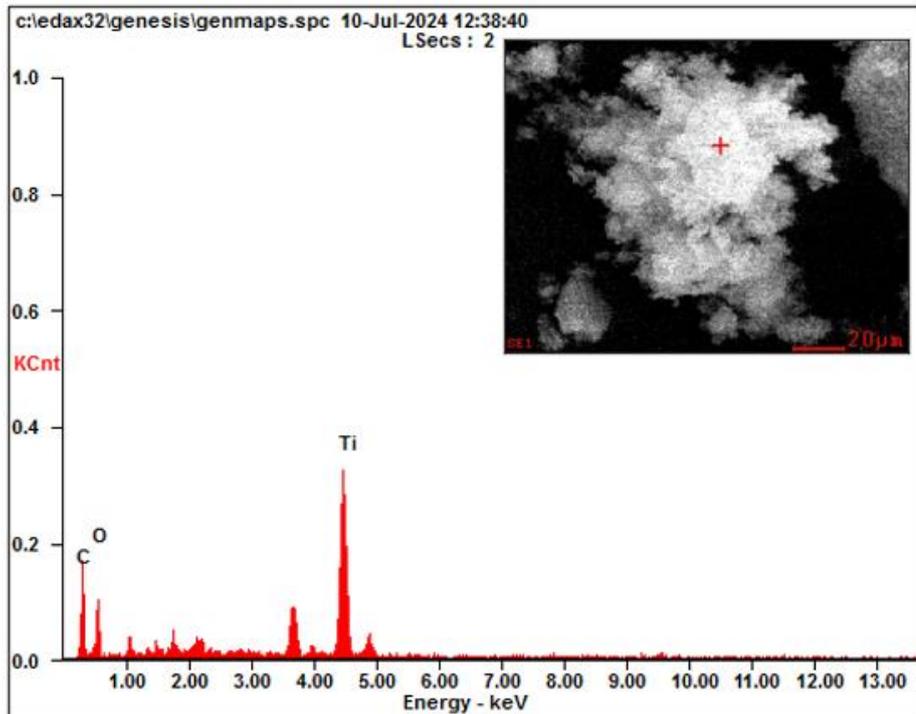




**Gambar 4.14** Hasil pengujian SEM pada  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dengan variasi pH, pada pH 3 (a) perbesaran 5.000x, (b) perbesaran 10.000x, pada pH 4 (c) perbesaran 5.000x, (d) perbesaran 10.000x, pada pH 5 (e) perbesaran 5.000x, (f) perbesaran 10.000x

Dari **Gambar 4.14** tersebut menunjukkan bahwa adanya distribusi dan pencampuran antara material semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dan GQDs. Ketiga variasi menunjukkan bahwa GQDs terdistribusi merata pada matriks  $\text{TiO}_2$ . Nanopartikel terkonfirmasi  $\text{TiO}_2$  rutil yang berbentuk *cauliflower* (Jothi Ramalingam et al., 2019) sedangkan GQDs memiliki morfologi berbentuk bola (Dinari et al., 2016).

Kemudian dilakukan pengujian Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) untuk mengetahui kadar unsur-unsur pada sampel nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5. Hasil uji EDX sampel dapat dilihat pada **Gambar 4.15** dan **Tabel 4.8**.

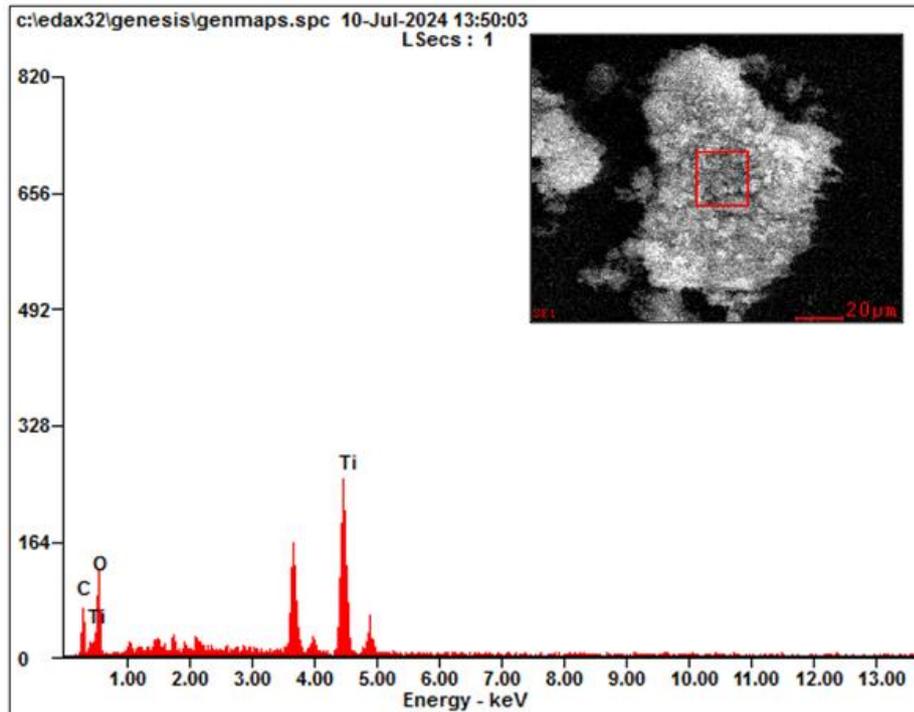


**Gambar 4.15** Hasil kurva EDX nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada pH 3

**Tabel 4.8** Komposisi unsur pada nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada pH 3

Elemen	Wt%	At%
OK	34,51	47,95
TiK	49,87	23,14
CK	15,62	28,91

Dari **Gambar 4.15** dan **Tabel 4.8** diatas menunjukkan bahwa nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada pH 3 yang telah disintesis tersusun atas beberapa unsur yaitu titanium (Ti), oksigen (O), dan karbon (C) dengan persentase masing-masing unsur yaitu sebesar 49,87% untuk titanium, 34,51% untuk oksigen, dan 15.62% untuk karbon. Pada variasi nanokomposit pH 3, menunjukkan bahwa komposisi titanium masih sangat dominan dibandingkan karbon yang mengindikasikan GQDs.

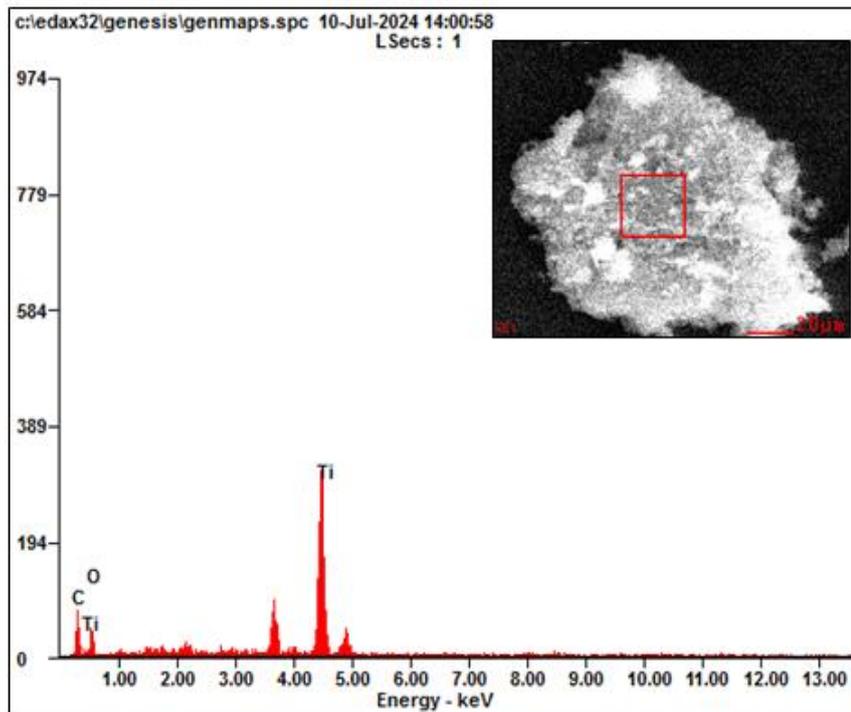


**Gambar 4.16** Hasil kurva EDX nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 4

**Tabel 4.9** Komposisi unsur pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 4

Elemen	Wt%	At%
OK	42,38	59,07
TiK	47,47	22,09
CK	10,15	18,84

Dari **Gambar 4.16** dan **Tabel 4.9** diatas menunjukkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 4 yang telah disintesis tersusun atas beberapa unsur yaitu titanium (Ti), oksigen (O), dan karbon (C) dengan persentase masing-masing unsur yaitu sebesar 47,47% untuk titanium, 42,38% untuk oksigen, dan 10,15% untuk karbon. Pada variasi nanokomposit pH 4, menunjukkan bahwa komposisi titanium berkurang dibandingkan komposit pada pH 3 tetapi masih sangat dominan dibandingkan karbon yang mengindikasikan GQDs.



**Gambar 4.17** Hasil kurva EDX nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 5

**Tabel 4.10** Komposisi unsur pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 5

Elemen	Wt%	At%
OK	26,42	43,05
TiK	63,19	34,39
CK	10,40	22,56

Dari **Gambar 4.17** dan **Tabel 4.10** diatas menunjukkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 4 yang telah disintesis tersusun atas beberapa unsur yaitu titanium (Ti), oksigen (O), dan karbon (C) dengan persentase masing-masing unsur yaitu sebesar 63,19% untuk titanium, 26,42% untuk oksigen, dan 10,40% untuk karbon. Pada variasi nanokomposit pH 5, menunjukkan bahwa komposisi titanium memiliki peningkatan kandungan tertinggi dibandingkan nanokomposit pada variasi pH lainnya.

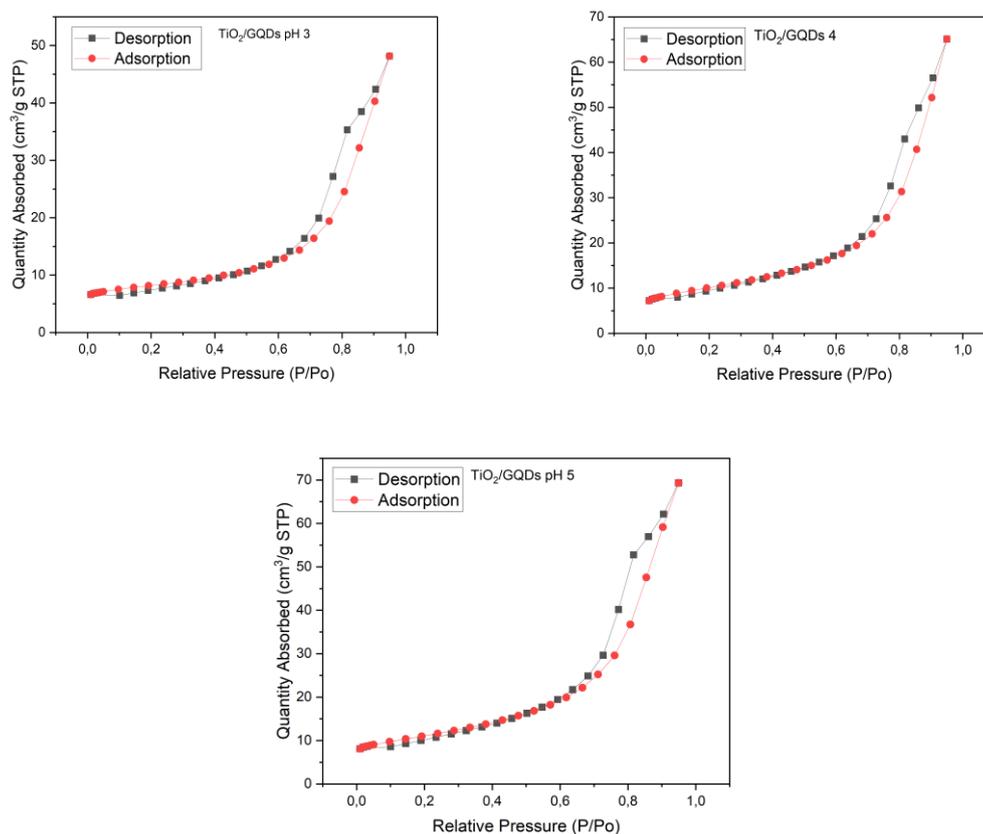
#### 4.1.6 Hasil Pengujian Brunaur, Emmett, and Teller (BET)

Pengujian Brunauer, Emmett, dan Teller (BET) dilakukan menggunakan mesin Quantachrome Quadrasorb-Evo. Pengujian BET digunakan untuk mengetahui luas permukaan spesifik area, ukuran pori, dan volume pori serta kemampuan adsorpsi dan desorpsi dari sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Pada **Tabel 4.11** menunjukkan hasil pengujian BET pada sampel GQDs an nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Luas permukaan spesifik yang besar yang diperoleh tersebut, akan memperbesar pula kemampuan katalis untuk mengadsorpsi zat warna, sehingga peluang untuk mendegradasi zat warna juga semakin tinggi.

**Tabel 4.11** Hasil pengujian BET

Sampel	Surface Area (m <sup>2</sup> /g)	Ukuran Pori (nm)	Volume Pori (cm <sup>3</sup> /g)
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3	27,063	5,504	0,073
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4	34,980	5,758	0,098
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5	38,392	5,586	0,106

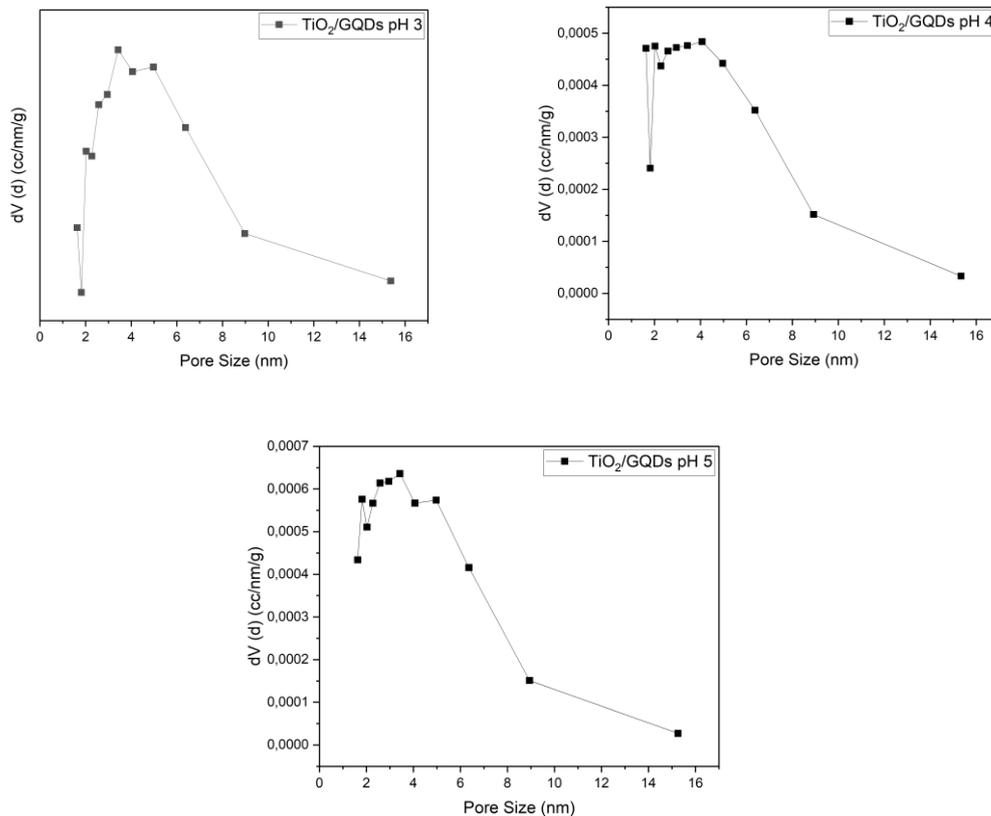
Berdasarkan **Tabel 4.11** menunjukkan hasil dari pengujian BET berupa *surface area*, ukuran pori, dan volume pori. Pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5 didapatkan *surface area* terbesar dengan ukuran 38,392 m<sup>2</sup>/g, ukuran pori sebesar 5,586 nm, dan volume pori sebesar 0,106 cm<sup>3</sup>/g. Perbedaan hasil *surface area* ini dikarenakan pengaruh variasi pH yang mampu meningkatkan pembentukan aglomerat, dimana semakin rendahnya pH mempengaruhi penurunan *surface area* (Loosli & Stoll, 2017). Hal ini juga sesuai dengan penelitian (Bokare et al., 2021), bahwa semakin besar *surface area* yang dimiliki pada material tersebut akan berefek pada meningkatnya tingkat degradasi sesuai dengan **Tabel 4.14** pada penelitian ini yang menunjukkan persen degradasi tertinggi dihasilkan oleh TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 5. Serta ukuran pori dari TiO<sub>2</sub>/GQDs didapatkan sebesar 2,5 – 7 nm pada penelitian (Bokare et al., 2021a), dimana hal ini sesuai dengan ukuran pori pada tiap sampel pada penelitian ini yang memiliki ukuran hampir sama pada 5,5-5,7 nm. Berdasarkan standar International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), (2015), bahwa ukuran pori terbagi atas tiga jenis, yakni mikropori (di bawah 2 nm), mesopori (2-50 nm), dan makropori (di atas 50 nm). Maka sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada tiap variasi dapat dikategorikan sebagai mesopori karena ukurannya yang ada pada rentang 2-50 nm.



**Gambar 4.18** Kurva adsorpsi isothermal TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi pH

Pada **Gambar 4.18** di atas menunjukkan adsorpsi-desorpsi isothermal dari sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi pH. Dari gambar tersebut kita dapat melihat bahwa pola kurva yang serupa dimana terjadi kenaikan secara cepat pada tekanan relative (P/Po) rendah, kemudian naik perlahan pada tekanan relative (P/Po) kisaran 0,8 hingga mendekati 1. Kenaikan awal terjadi karena molekul gas yang teradsorpsi berinteraksi dengan daerah yang berenergi pada permukaan padatan. Pada rentang P/Po yang lebih tinggi, penambahan molekul

gas terjadi pada permukaan yang sudah ditempati molekul gas sebelumnya, di mana telah terbentuk lapisan tunggal. Pada tahap ini, lapisan berlapis (multilayer) mulai terbentuk, dan pada akhir pengisian, terjadi kondensasi molekul gas yang teradsorpsi. Selain itu, loop histeresis yang terlihat pada daerah pertengahan menunjukkan bahwa isotherm ini termasuk dalam tipe IV, yaitu jenis adsorpsi pada padatan berpori meso dengan ukuran pori antara 2-50 nm. (Hartanto et al., 2011). Hal ini sesuai dengan jenis pori dari sampel yaitu mesopori dengan ukuran rata-rata pada ketiga sampel tersebut sebesar 5,6 nm.



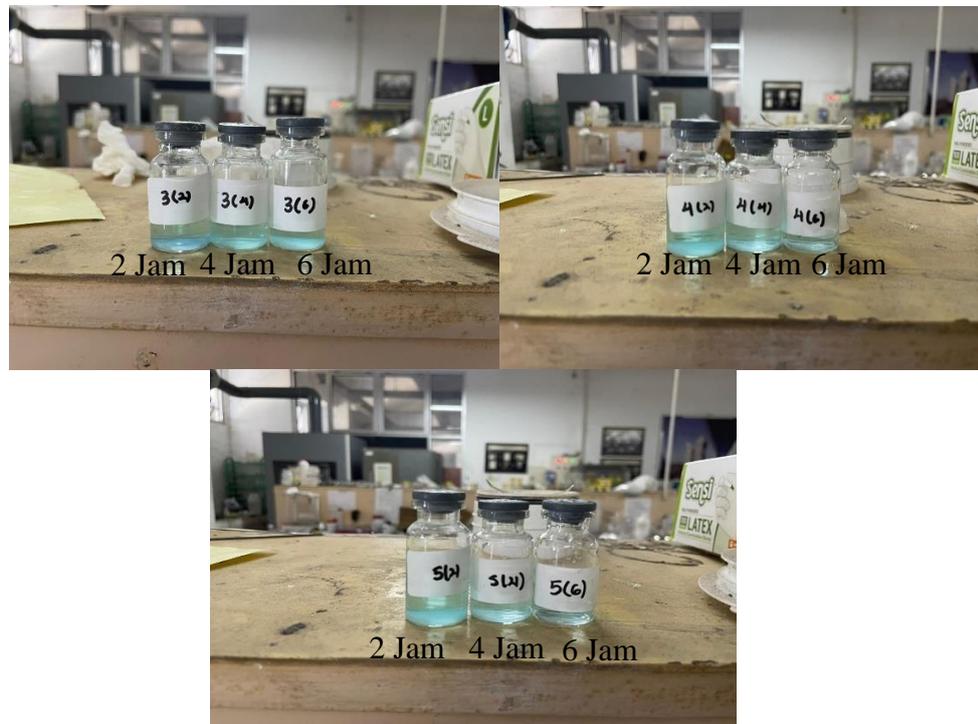
**Gambar 4.19** Hubungan ukuran pori dengan volume pori nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi

Adapun pada **Gambar 4.19** menjelaskan mengenai hubungan ukuran pori dengan volume pori dari nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada masing-masing variasi. Dari kurva diatas dapat disimpulkan bahwa ukuran pori dari nanokomposit memiliki rentang pori dari 1 – 15 nm dengan nilai maksimal volume pori sebesar 0,0000000063608 cm<sup>3</sup>/nm<sup>3</sup> berada pada ukuran pori 3 nm, sehingga masuk ke jenis mesopori.

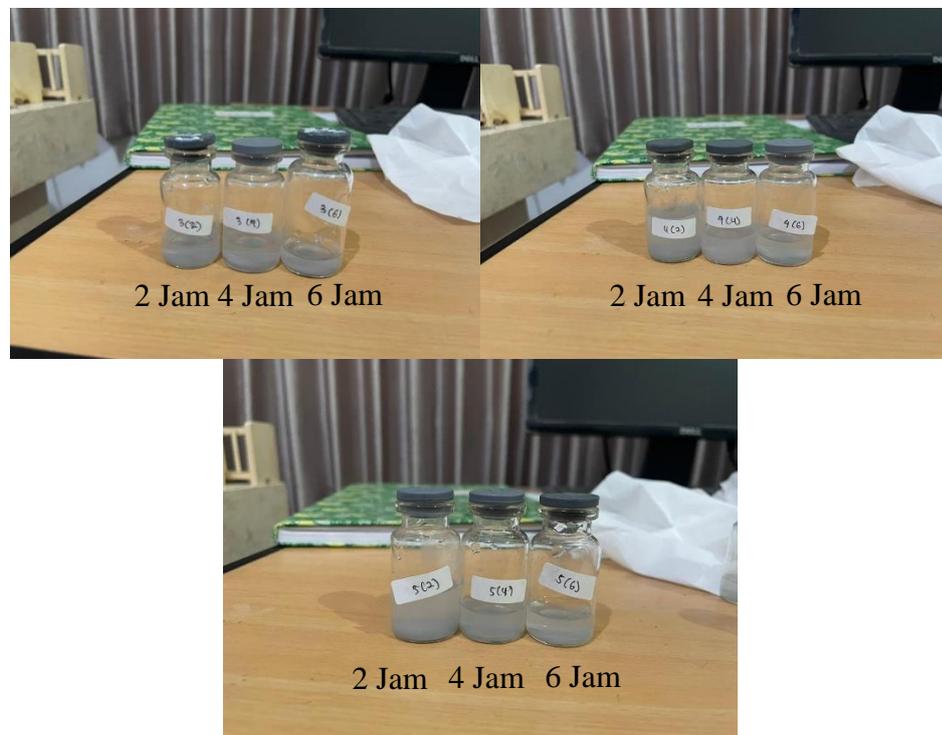
#### 4.1.7 Hasil Pengujian Fotokatalitik

Pengujian fotokatalisis bertujuan untuk mengukur dan mengetahui kinerja dari sampel TiO<sub>2</sub> dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Pengujian fotokatalis dilakukan dengan penambahan katalis TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH yang digunakan pH 3, 4, dan 5 untuk mempercepat proses degradasi limbah pewarna *methylene blue* 10 ppm dengan bantuan sinar UV. Sinar UV akan mengeluarkan energi foton yang nantinya diserap oleh material katalis untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga menghasilkan hidroksi radikal dan superoksida radikal. Radikal yang terbentuk akan mengubah struktur *methylene*

*blue* hingga terdegradasi. Waktu iridiasi yang dilakukan pada semua sampel adalah selama 6 jam dengan pengambilan sampel setiap interval 2 jam dengan sinar UV 20 watt.



**Gambar 4.20** Pengamatan visual larutan *methylene blue* setelah uji fotokatalisis berdasarkan pH dengan (a)  $\text{TiO}_2$  pH 3, (b)  $\text{TiO}_2$  pH 4, (c)  $\text{TiO}_2$  pH 5



**Gambar 4.21** Pengamatan visual larutan *methylene blue* setelah uji fotokatalisis berdasarkan pH dengan (a)  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 3, (b)  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 4, (c)  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 5

Pada **Gambar 4.20** menunjukkan pengamatan visual pada larutan *methylene blue* setelah dilakukan pengujian fotokatalisis dengan interval 2 jam selama 6 jam. Larutan pewarna *methylene blue* mengalami perubahan warna menjadi lebih terang dan warna biru pudar seiring bertambahnya waktu penyinaran. Hal tersebut mengindikasikan bahwa larutan pewarna *methylene blue* telah terdegradasi sehingga akan merusak struktur kromofor dari *methylene blue* dan terjadi perubahan warna menjadi biru pudar. Terlihat bahwa pada variasi nanokomposit TiO<sub>2</sub> pH 5 di 6 jam memiliki warna yang paling terang dan biru pudar dibanding variasi pH lainnya.

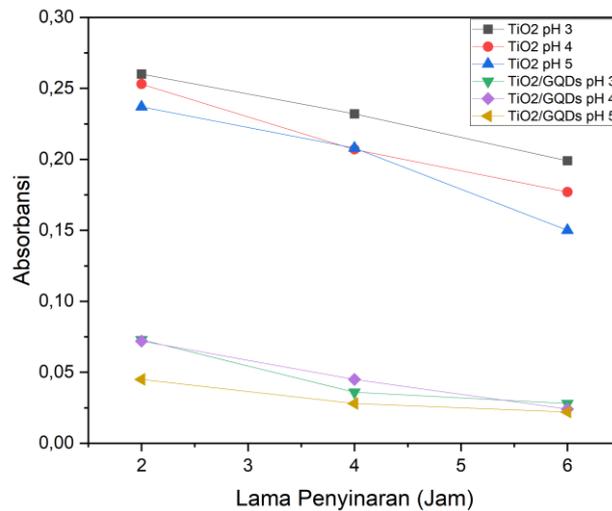
Pada **Gambar 4.21** merupakan pengamatan visual larutan *methylene blue* setelah uji fotokatalisis berdasarkan waktu. Dimana dari kiri ke kanan berturut-turut merupakan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5. Terlihat pada waktu penyinaran selama 6 jam, variasi nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada tiap pH menghasilkan warna larutan yang berbeda dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa penambahan GQDs. Dari hasil gambar diatas menunjukkan perubawan warna dari *methylene blue* yang telah pudar seluruhnya sehingga dapat disimpulkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs memiliki kinerja fotokatalitik yang lebih optimum dibandingkan TiO<sub>2</sub> tanpa penambahan GQDs dalam mendegradasi larutan pewarna *methylene blue*.

Material semikonduktor TiO<sub>2</sub> rutil memiliki celah pita sebesar 2,9-3 eV dan panjang gelombang ( $\lambda$ ) sebesar 212-226 nm. Sehingga penggunaan lampu UV pada uji fotokatalisis sangat sesuai karena lampu UV memiliki rentang panjang gelombang di 100 – 400 nm. Adapun data nilai absorbansi larutan pewarna *methylene blue* di setiap sampel ditunjukkan pada

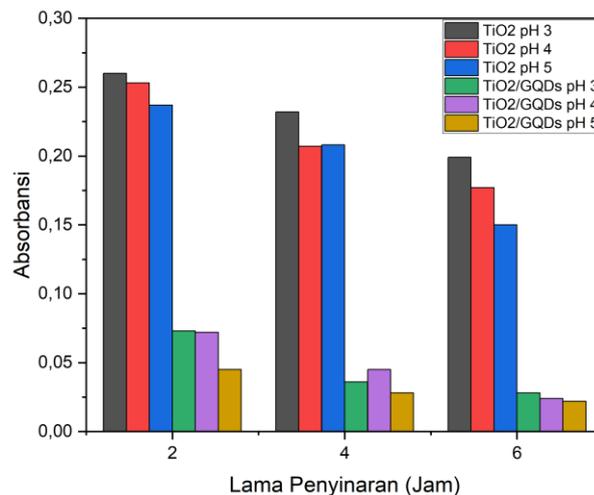
**Tabel 4.12** Nilai absorbansi larutan *methylene blue* setiap sampel

Lama Penyinaran (Jam)	TiO <sub>2</sub>			TiO <sub>2</sub> /GQDs		
	pH 3	pH 4	pH 5	pH 3	pH 4	pH 5
2	0,260	0,253	0,237	0,073	0,072	0,045
4	0,232	0,207	0,208	0,036	0,045	0,028
6	0,199	0,177	0,150	0,028	0,024	0,022

Berdasarkan **Tabel 4.12** menunjukkan data hasil UV-Vis yaitu berupa nilai absorbansi pada masing-masing sampel dengan penyinaran selama 6 jam di bawah lampu UV. Adapun nilai absorbansi yang diperoleh pada masing-masing sampel memiliki nilai yang berbeda-beda. Selanjutnya data tersebut digunakan untuk membuat kurva absorbansi *methylene blue* yang ditunjukkan pada **Gambar 4.22 dan Gambar 4.23**.



**Gambar 4.22** Grafik nilai absorbansi katalis pada  $\text{TiO}_2$  dan nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada setiap variasi pH terhadap *Methylene Blue*



**Gambar 4.23** Diagram Batang nilai absorbansi katalis pada  $\text{TiO}_2$  dan nanokomposit  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pada setiap variasi pH terhadap *Methylene Blue*

Berdasarkan **Gambar 4.22** dan **Gambar 4.23** menunjukkan bahwa semakin lama waktu penyinaran pada proses fotokatalis, maka semakin menurun juga nilai absorbansi yang diperoleh pada masing-masing sampel (Islammiyati et al., 2022). Dengan menurunnya nilai absorbansi, maka hal tersebut mengindikasikan terjadinya degradasi pada larutan pewarna *methylene blue*. Pada sampel  $\text{TiO}_2$  mampu mendegradasi larutan *methylene blue* selama 6 jam dengan perolehan nilai absorbansi setiap interval 2 jam, dari percobaan tersebut diperoleh nilai absorbansi terkecil pada  $\text{TiO}_2$  dengan variasi pH 5 dengan lama waktu penyinaran selama 6 jam sebesar 0,150. Sedangkan nilai absorbansi terbesar pada  $\text{TiO}_2$  diperoleh pada variasi pH 3 dengan lama waktu penyinaran selama 2 jam sebesar 0,260.

Selanjutnya adalah pengujian fotokatalis menggunakan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, 4, dan 5. Perolahan data nilai absorbansi menunjukkan bahwa nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs lebih efektif dan nilai absorbansi yang lebih signifikan dalam mendegradasi *methylene blue*. Pada semua sampel nanokomposit didapatkan bahwa variasi nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada pH 5 memiliki nilai absorbansi terkecil, yaitu sebesar 0,022 setelah diberikan penyinaran selama 6 jam menggunakan lampu UV. Hal tersebut sesuai dengan pengujian dari (Eddy et al., 2023), dimana TiO<sub>2</sub> rutile kurang efektif dalam aplikasi fotokatalis sehingga perlu diberikan penambahan komposit GQDs yang mampu meningkatkan surface area dari TiO<sub>2</sub> agar mampu menghasilkan absorbansi yang lebih kecil dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa penambahan GQDs.

Nilai absorbansi (y) dari masing-masing katalis disubstitusikan kedalam persamaan regresi linier  $y = 18,625x - 0,2797$  maka akan didapatkan nilai konsentrasi (x) dari larutan *methylene blue* dari masing-masing penambahan katalis yang ditunjukkan seperti pada **Tabel 4.13**

**Tabel 4.13** Nilai konsentrasi (ppm) larutan *methylene-blue* di setiap sampel

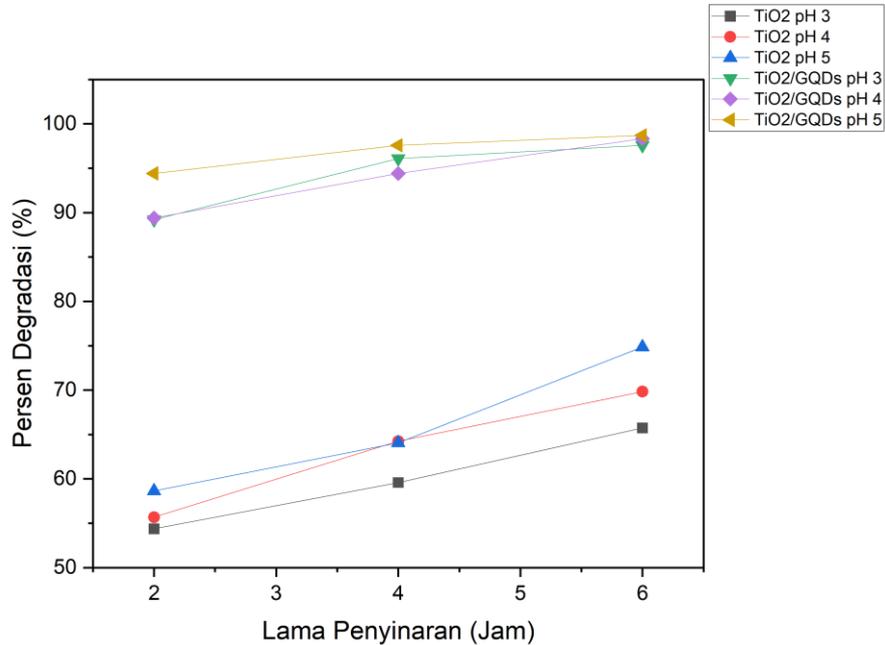
Lama Penyinaran (Jam)	TiO <sub>2</sub>			TiO <sub>2</sub> /GQDs		
	3	4	5	3	4	5
2	4,563	4,432625	4,134625	1,080125	1,0615	0,558625
4	4,0415	3,575875	3,5945	0,391	0,558625	0,242
6	3,426875	3,0171125	2,51425	0,242	0,1675	0,13025

Berdasarkan **Tabel 4.13** menunjukkan data hasil pengujian UV-Vis dalam nilai ppm/t dari masing-masing sampel yang sudah ditambahkan katalis dan dilakukan penyinaran selama 6 jam menggunakan lampu UV. Terdapat hubungan antara lama penyinaran dengan interval waktu 2 jam hingga mencapai 6 jam dengan konsentrasi (ppm) larutan pewarna *methylene blue*. Semakin lama penyinaran menggunakan sinar UV maka nilai konsentrasi (ppm) larutan pewarna *methylene blue* yang akan diperoleh semakin menurun. Dengan menurunnya nilai konsentrasi (ppm) menandakan bahwa katalis mampu untuk mendegradasi larutan *methylene blue*. Sehingga disimpulkan bahwa terjadinya penurunan konsentrasi (ppm) larutan *methylene blue* seiring dengan lama waktu penyinaran menggunakan lampu UV.

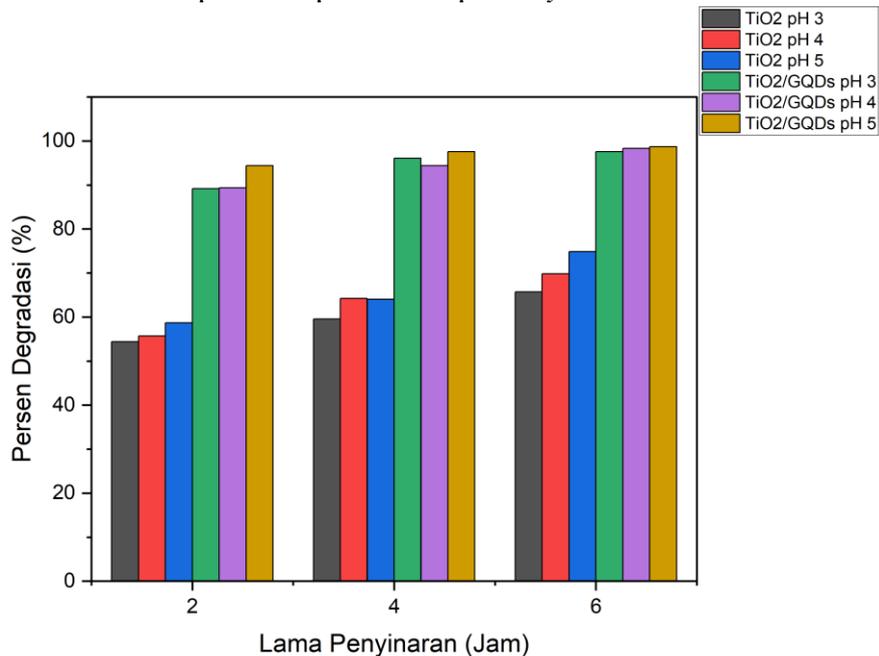
**Tabel 4.14** Nilai persentase degradasi larutan *methylene blue* di setiap sampel

Lama Penyinaran (Jam)	TiO <sub>2</sub>			TiO <sub>2</sub> /GQDs		
	3	4	5	3	4	5
2	54,37%	55,67%	58,65%	89,19%	89,38%	94,41%
4	59,58%	64,24%	64,06%	96,09%	94,41%	97,58%
6	65,73%	69,82%	74,85%	97,58%	98,32%	98,70%

Berdasarkan **Tabel 4.14** didapatkan data hasil pengujian UV-Vis yaitu nilai persentase degradasi dari masing-masing sampel sesuai variasi dengan dilakukan penyinaran selama 6 jam. Selanjutnya dengan menggunakan data dari **Tabel 4.14**, maka kurva persentase degradasi *methylene blue* ditunjukkan pada **Gambar 4.x** dan **Gambar 4.x**



**Gambar 4.24** Grafik nilai absorbansi katalis pada TiO<sub>2</sub> dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada setiap variasi pH terhadap *Methylene Blue*



**Gambar 4.25** Diagram Batang nilai absorbansi katalis pada TiO<sub>2</sub> dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pada setiap variasi pH terhadap *Methylene Blue*

Berdasarkan **Gambar 4.24** dan **Gambar 4.25** menunjukkan kurva persentase degradasi *methylene blue* dengan sampel katalis TiO<sub>2</sub> dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Kurva di atas membandingkan nilai persentase degradasi terhadap lama penyinaran selama 6 jam menggunakan sinar UV. Adapun nilai absorbansi, konsentrasi (ppm), dan persentase degradasi saling berkaitan satu sama lain. Ketiganya menunjukkan besar degradasi *methylene blue*. Semakin kecil nilai absorbansi, maka semakin kecil juga nilai konsentrasi (ppm) *methylene blue*, sehingga akan meningkatkan nilai persentase degradasi. Semua sampel menunjukkan

adanya kenaikan tren pada nilai persentase degradasi setiap interval 2 jam. Adapun katalis TiO<sub>2</sub> dengan variasi pH 3 merupakan variabel dengan nilai persentase degradasi terkecil, yaitu 54,37%, 59,585%, dan 65,73125%. Pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 5 memiliki nilai persentase degradasi paling signifikan, dimana pada waktu 6 jam telah mencapai 98,7%. Selain itu pada TiO<sub>2</sub>/GQDs variasi pH 3 dan 4 juga memiliki nilai persentase degradasi yang besar dibandingkan TiO<sub>2</sub> tanpa adanya penambahan GQDs. Hal tersebut menunjukkan bahwa dengan adanya penambahan GQDs, maka akan meningkatkan kemampuan komposit untuk mendegradasi *methylene blue*, dimana GQDs akan mengadsorpsi *methylene blue* sementara TiO<sub>2</sub> mengalami reaksi fotokatalisis.

**Gambar 4.26**, **Gambar 4.27**, dan **Gambar 4.28** menampilkan plot reaksi linear yang mengikuti orde nol, orde pertama, dan orde kedua dari setiap sampel untuk mengetahui kinetika degradasi polutan. Dalam orde nol, laju reaksi tidak dipengaruhi oleh perubahan konsentrasi sehingga persamaannya ditunjukkan melalui Persamaan 4.x. Dari Persamaan 4.x kemudian diintegrasikan menjadi Persamaan 4.x dengan nilai awal  $C = C_0$  pada  $t = 0$  dan nilai akhir  $C = C$  pada  $t = t$ .

$$\frac{dC}{dt} = -k \quad (4.2)$$

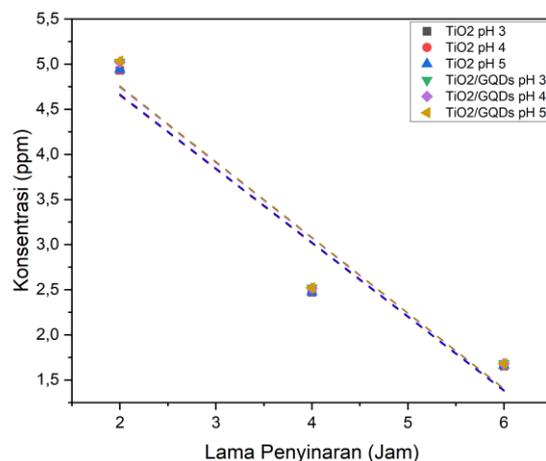
$$C = -kt + C_0 \quad (4.3)$$

Dimana,

$C_0$  : Konsentrasi RhB (ppm)

$t$  : Waktu (jam)

$k$  : Konstanta laju reaksi (ppm jam<sup>-1</sup>)



**Gambar 4.26** Grafik konsentrasi *methylene blue* terhadap waktu sesuai kinetika *zero order*

Untuk orde pertama, laju reaksinya ditunjukkan melalui Persamaan 4.4 sedangkan Persamaan 4.5 merupakan integrasi dari Persamaan 4.4.

$$\frac{dC}{dt} = -kC \quad (4.4)$$

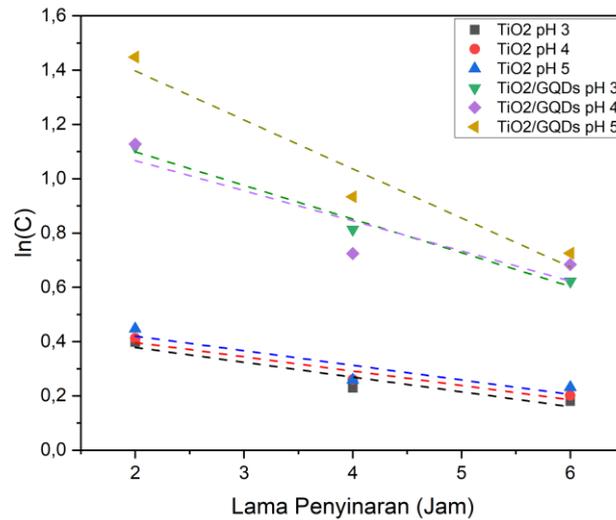
$$\ln C = -kt + \ln C_0 \quad (4.5)$$

Orde pertama memiliki defisini bahwa kecepatan reaksi hanya bergantung pada salah satu zat yang bereaksi atau sebanding dengan salah satu pangkat reaktannya. Sedangkan orde kedua

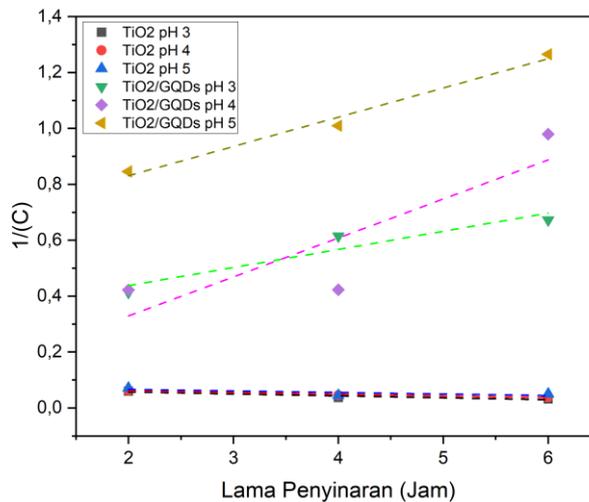
adalah laju reaksi berbanding lurus dengan hasil kali konsentrasi dua reaktannya atau dengan kuadrat konsentrasi salah satu reaktannya (Sanjaya & Agustine, 2015). Untuk orde kedua, persamaan laju reaksi dan hasil integrasinya ditunjukkan melalui Persamaan 4.6 dan Persamaan 4.7.

$$\frac{dc}{dt} = -kC^2 \quad (4.6)$$

$$\frac{1}{c} = -kt + \frac{1}{c_0} \quad (4.7)$$



**Gambar 4.27** Grafik  $\ln C$  terhadap waktu sesuai kinetika *first order*

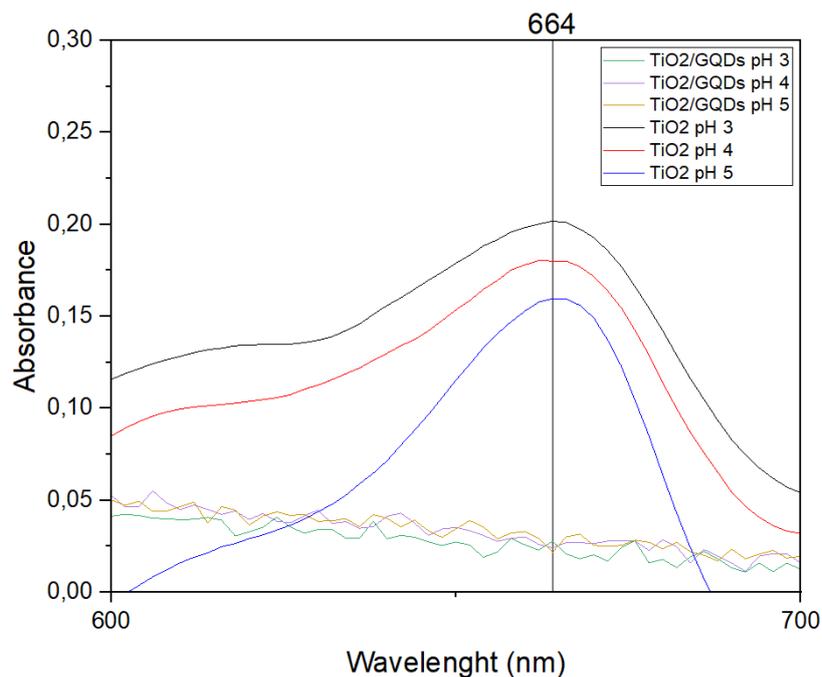


**Gambar 4.28** Grafik  $1/C$  terhadap waktu sesuai kinetika *second order*

**Tabel 4.15** Perbandingan kinetika degradasi *methylene blue* sesuai *zero order*, *first order*, dan *second order*

Sampel	Zero Order		First Order		Second Order	
	k (ppm.h <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	k (h <sup>-1</sup> )	R <sup>2</sup>	k (ppm.h) <sup>-1</sup>	R <sup>2</sup>
TiO <sub>2</sub> pH 3	1,652	0,92297	0,180	0,90838	0,032	0,87861
TiO <sub>2</sub> pH 4	1,656	0,92342	0,201	0,93760	0,038	0,92950
TiO <sub>2</sub> pH 5	1,661	0,92245	0,232	0,84124	0,049	0,58497
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 3	1,681	0,92369	0,622	0,98270	0,672	0,90717
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 4	1,682	0,92320	0,683	0,81786	0,979	0,75172
TiO <sub>2</sub> /GQDs pH 5	1,682	0,92331	0,725	0,94321	1,265	0,98398
Rata-rata	-	0,923173	-	0,905165	-	0,839325

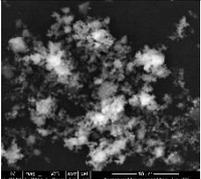
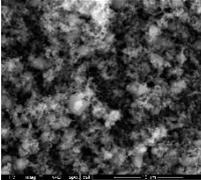
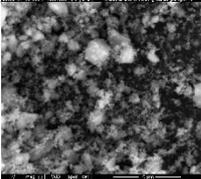
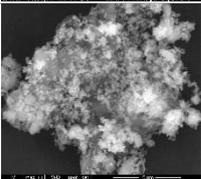
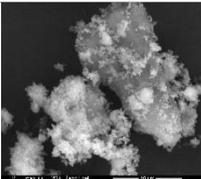
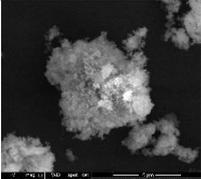
Pada **Tabel 4.15** menunjukkan bahwa konstanta laju reaksi (k) dan korelasi koefisien (R<sup>2</sup>) dari masing-masing orde reaksi pada setiap sampel. Berdasarkan hasil yang diperoleh, bahwa nilai korelasi koefisien pada masing-masing sampel memiliki nilai yang tinggi terhadap garis *trendline linear*. Adapun kinetika reaksi pada orde nol korelasi koefisiennya mencapai 92,31%, orde pertama 90,51%, dan orde kedua 83,93%. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa kinetika degradasi *methylene blue* mengikuti model reaksi orde nol dimana absorbansi tidak dipengaruhi oleh konsentrasi.



**Gambar 4.29** Hubungan nilai absorbansi dengan panjang gelombang terhadap degradasi *methylene blue*

Pada **Gambar 4.29** menunjukkan hubungan nilai absorbansi dengan panjang gelombang pada TiO<sub>2</sub> dan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs dengan variasi pH 3, pH 4, dan pH 5. Diperoleh bahwa pada larutan pewarna *methylene blue* 10 ppm memiliki puncak pada panjang gelombang 664 nm dan terjadi penurunan nilai absorbansi pada masing-masing sampel. Nilai absorbansi tertinggi dimiliki oleh sampel TiO<sub>2</sub> pH 3 dan nilai absorbansi terendah dimiliki oleh komposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5.

**Tabel 4.16** Tabulasi Hasil Pengujian

Sampel	SEM	EDX	XRD	BET	PL	Persen degradasi selama 6 jam
TiO <sub>2</sub> – 3		-	2θ = 27,89 2θ = 36,35 2θ = 41,45 2θ = 54,74	-	-	65,73%
TiO <sub>2</sub> – 4		-	2θ = 27,56 2θ = 36,17 2θ = 41,43 2θ = 54,71	-	-	69,82%
TiO <sub>2</sub> – 5		-	2θ = 27,58 2θ = 36,30 2θ = 41,23 2θ = 54,58	-	-	74,85%
TiO <sub>2</sub> /GQDs – 3		CK = 15,62% OK = 34,51% TiK = 49,87%	2θ = 27,51 2θ = 29,46 2θ = 36,16 2θ = 41,31	Surface area = 27,063 m <sup>2</sup> /g Ukuran pori = 5,504 nm Volume pori = 0,074 cm <sup>3</sup> /g	Intensity = 410	97,58%
TiO <sub>2</sub> /GQDs – 4		CK = 10,15% OK = 42,38% TiK = 47,47%	2θ = 27,58 2θ = 29,50 2θ = 36,18 2θ = 41,33	Surface area = 34,980 m <sup>2</sup> /g Ukuran pori = 5,758 nm Volume pori = 0,098 cm <sup>3</sup> /g	Intensity = 384	98,32%
TiO <sub>2</sub> /GQDs – 5		CK = 10,40% OK = 26,42%	2θ = 27,59 2θ = 29,55 2θ = 36,22 2θ = 41,38	Surface area = 38,392 m <sup>2</sup> /g	Intensity = 394	98,70%

LAPORAN TUGAS AKHIR  
TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI

		TiK = 63,19%		Ukuran pori = 5,586 nm Volume pori = 0,106 cm <sup>3</sup> /g		
--	--	-----------------	--	---	--	--

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat diambil pada penelitian ini, antara lain:

1. Sintesis TiO<sub>2</sub> dari prekursor TiCl<sub>3</sub> berhasil dilakukan dengan beberapa variasi pH asam yakni pH 3, pH 4, dan pH 5. Hal ini dibuktikan dengan beberapa hasil pengujian karakteristik yaitu XRD, FTIR, SEM, uji UV-Vis, dan uji fotokatalitik. Pada hasil pengujian XRD, menghasilkan peak tertinggi pada  $2\theta = 27^\circ$  dengan bidang difraksi (110) yang menunjukkan terbentuknya TiO<sub>2</sub> rutil. Pada hasil uji FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi yang sesuai pada sampel TiO<sub>2</sub> yaitu gugus fungsi vibrasi O-H, adsorpsi H<sub>2</sub>O, vibrasi Ti-OH, vibrasi Ti-O-Ti, vibrasi Ti-O, dan adsorpsi Ti-O-O. Pada hasil uji SEM menunjukkan terbentuknya material TiO<sub>2</sub> yang berbentuk *cauliflower* dan memiliki aglomerat. Kemudian pada pengujian fotokatalitik dapat diketahui mengenai persentase degradasi TiO<sub>2</sub> pH 5 didapatkan hasil sebesar 58,65%, 64,06%, dan 74,85%. Dari hasil uji fotokatalitik yang dilakukan, TiO<sub>2</sub> pH 5 memiliki hasil persentase degradasi dengan hasil akhir yang paling optimum dari TiO<sub>2</sub> variasi pH lainnya.
2. Nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs berhasil dilakukan dengan dibuktikan melalui beberapa hasil pengujian karakteristik yaitu XRD, FTIR, SEM-EDX, BET, UV-Vis dan PL. Pada hasil uji XRD nanokomposit, munculnya peak pada sudut  $2\theta = 27^\circ$  sebagai TiO<sub>2</sub> rutil sedangkan pada sudut  $2\theta = 25^\circ$  ditandai sebagai GQDs tetapi peak pada  $25^\circ$  tidak terlihat dengan jelas karena lebih dominan peak pada TiO<sub>2</sub>. Pada hasil uji FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi O-H *stretching*, C-H *stretching vibration*, C-O *stretching*, Ti-O-Ti *stretching vibration*, dan Ti-O-C *stretching vibration* yang mengindikasikan adanya material TiO<sub>2</sub> dan GQDs pada nanokomposit. Pada hasil uji SEM terlihat morfologi dengan bentuk *cauliflower* pada TiO<sub>2</sub> dan morfologi berbentuk bola pada GQDs. Pada hasil EDX menunjukkan adanya atom-atom seperti Ti, O, dan C yang mengindikasikan nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs. Pada hasil uji BET untuk TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5 didapatkan surface area terbesar yaitu 38,392 m<sup>2</sup>/g. Dari hasil pengujian Uv-vis diperoleh *band gap* terendah pada TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5 sebesar 3,02eV. Selanjutnya pada hasil uji PL didapatkan data intensitas terendah pada TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 4 sebesar 384.
3. Dilakukan uji fotokatalitik pada nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 3, pH 4, dan pH 5 terhadap polutan *methylene blue* untuk mengetahui degradasi yang terjadi. Nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs mampu mendegradasi larutan pewarna *methylene blue* dengan lama waktu penyinaran selama 6 jam dengan interval 2 jam menggunakan lampu UV. Hasil persentase degradasi pada TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5 sebesar 94,41%, 97,58%, dan 98,70%. Dari ketiga nanokomposit yang telah terbentuk, variasi TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5 memiliki hasil degradasi paling optimum pada waktu 6 jam dengan 98,70%.

### 5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan pada penelitian ini, antara lain:

1. Pencucian GQDs perlu dilakukan secara berkala dengan memastikan pH pada air pencucian sudah menyentuh pH netral untuk menghilangkan berbagai pengotor yang terdapat pada GQDs
2. Alat autoclave pada proses sintesis GQDs dipastikan bersih dan tidak berkarat agar hasil yang didapatkan tidak terkontaminasi.
3. Dapat dilakukan penelitian lain dengan variasi dan parameter lain.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Abbas, A., Tabish, T. A., Bull, S. J., Lim, T. M., & Phan, A. N. (2020). High yield synthesis of graphene quantum dots from biomass waste as a highly selective probe for Fe<sup>3+</sup> sensing. *Scientific Reports*, *10*(1), 1–16. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-78070-2>
- Ahmed, B., Kumar, S., Ojha, A. K., A, \*, , Hirsch, F., Riese, S., & Fischer, I. (2018). Facile synthesis and photophysics of graphene quantum dots. In *Journal of Photochemistry & Photobiology*. [www.elsevier.com](http://www.elsevier.com)
- Amananti, W., Sutanto, H., Fisika, J., Diponegoro, U., Prof, J., & Tembalang -Semarang, S. S. H. (2015). *Wilda Amananti / Analisis Sifat Optis Lapisan Tipis ZnO, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>:ZnO, dengan dan Tanpa Lapisan Penyangga yang Dideposisikan Menggunakan Metode Sol-Gel Spray Coating Analisis Sifat Optis Lapisan Tipis ZnO, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>:ZnO, dengan dan Tanpa Lapisan Penyangga yang Dideposisikan Menggunakan Metode Sol-Gel Spray Coating Abstrak-Pada penelitian ini lapisan tipis TiO<sub>2</sub>. 55.*
- Amni Pataya, S., Lobo Gareso, P., Juarlin, E., Fisika, J., & Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, F. (2016). *KARAKTERISASI LAPISAN TIPIS TITANIUM DIOKSIDA (TiO<sub>2</sub>) YANG DITUMBUHKAN DENGAN METODE SPIN COATING DIATAS SUBSTRAT KACA Characterization of a Layer of Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) that is grown Using Spin Coating Method on a Glass Substrate.*
- Axelband, J., Lukaszczyk, J., & Stawicki, S. P. (2015). *Utilization of methylene blue in the setting of hypotension associated with concurrent renal and hepatic failure: A concise review.* <https://www.researchgate.net/publication/29824161>
- Bharath, G., Latha, B. S., Alsharaeh, E. H., Prakash, P., & Ponpandian, N. (2017). Enhanced hydroxyapatite nanorods formation on graphene oxide nanocomposite as a potential candidate for protein adsorption, pH controlled release and an effective drug delivery platform for cancer therapy. *Analytical Methods*, *9*(2), 240–252. <https://doi.org/10.1039/c6ay02348g>
- Bokare, A., Chinnusamy, S., & Erogbogbo, F. (2021a). TiO<sub>2</sub>-Graphene Quantum Dots Nanocomposites for Photocatalysis in Energy and Biomedical Applications. *Catalysts*, *11*(3), 319. <https://doi.org/10.3390/catal11030319>
- Bokare, A., Chinnusamy, S., & Erogbogbo, F. (2021b). TiO<sub>2</sub>-graphene quantum dots nanocomposites for photocatalysis in energy and biomedical applications. In *Catalysts* (Vol. 11, Issue 3, pp. 1–51). MDPI. <https://doi.org/10.3390/catal11030319>
- Bokare, A., Chinnusamy, S., & Erogbogbo, F. (2021c). TiO<sub>2</sub>-graphene quantum dots nanocomposites for photocatalysis in energy and biomedical applications. In *Catalysts* (Vol. 11, Issue 3, pp. 1–51). MDPI. <https://doi.org/10.3390/catal11030319>
- Cho, S.-I., Chung, C.-H., & Moon, S. H. (2001). Temperature-Programmed Desorption Study on the Decomposition Mechanism of Ti(OC[<sub>3</sub>H]<sub>7</sub>)<sub>4</sub> on Si(100). *Journal of The Electrochemical Society*, *148*(9), C599. <https://doi.org/10.1149/1.1386628>
- Coletto, U., Amoresi, R. A. C., Pereira, C. A. M., Schmidt, B. W., Iani, I. M., Simões, A. Z., Monteiro, E. S., Longo, E., Zaghete, M. A., & Perazolli, L. A. (2020). Correlation of photocatalytic activity and defects generated in Ca<sup>2+</sup>-based heterojunctions. *SN Applied Sciences*, *2*(11). <https://doi.org/10.1007/s42452-020-03662-6>
- D'Amato, C. A., Giovannetti, R., Zannotti, M., Rommozzi, E., Minicucci, M., Gunnella, R., & Di Cicco, A. (2018). Band gap implications on Nano-TiO<sub>2</sub> surface modification with ascorbic acid for visible light-active polypropylene coated photocatalyst. *Nanomaterials*, *8*(8). <https://doi.org/10.3390/nano8080599>
- Dehra, H. (2011). A Combined Solar Photovoltaic Distributed Energy Source Appliance. *Natural Resources*, *02*(02), 75–86. <https://doi.org/10.4236/nr.2011.22010>

- Diebold, U. (2003). The surface science of titanium dioxide. In *SCIENCE@OIRECTe Surface Science Reports* (Vol. 48). www.sciencedirect.com
- Dinari, M., Momeni, M. M., & Goudarzirad, M. (2016). Dye-sensitized solar cells based on nanocomposite of polyaniline/graphene quantum dots. *Journal of Materials Science*, *51*(6), 2964–2971. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9605-9>
- Eddy, D. R., Permana, M. D., Sakti, L. K., Sheha, G. A. N., Solihudin, G. A. N., Hidayat, S., Takei, T., Kumada, N., & Rahayu, I. (2023). Heterophase Polymorph of TiO<sub>2</sub> (Anatase, Rutile, Brookite, TiO<sub>2</sub> (B)) for Efficient Photocatalyst: Fabrication and Activity. In *Nanomaterials* (Vol. 13, Issue 4). MDPI. <https://doi.org/10.3390/nano13040704>
- Fan, T., Zeng, W., Tang, W., Yuan, C., Tong, S., Cai, K., Liu, Y., Huang, W., Min, Y., & Epstein, A. J. (2015). Controllable size-selective method to prepare graphene quantum dots from graphene oxide. *Nanoscale Research Letters*, *10*(1). <https://doi.org/10.1186/s11671-015-0783-9>
- Hartanto, D., Purbaningtyas, T. E., Fansuri, H., Prasetyoko, D., Kimia, J., Matematika, F., Ilmu, D., & Alam, P. (n.d.). *Karakterisasi Struktur Pori dan Morfologi ZSM-2 Mesopori yang Disintesis dengan Variasi Waktu Aging Pore Structure and Morphology Characterizations of Mesoporous ZSM-5 Synthesized at Various Aging Time*.
- Haryo Tejo Prakoso, F. D. A. M. S. Y. F. H. W. (2022). DEKOLORISASI PEWARNA TEKSTIL MENGGUNAKAN TEKNIK BATCH DAN ROTARY BIOLOGICAL CONTACTOR DENGAN TIGA JENIS AGEN HAYATI. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, 295–304. <https://doi.org/10.24961/j.tek.ind.pert.2022.32.3.295>
- Hikmah, M., Aritonang, A. B., Wahyuni, N., Kimia, J., Matematika, F., Ilmu, D., & Alam, P. (2023). Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub> untuk Degradasi Zat Warna Sintetis Metilen Biru dengan Bantuan Sinar Tampak. In *Jurnal Teknologi Lingkungan Lahan Basah* (Vol. 11, Issue 3).
- Ichzan, N. A., Zharvan, V., & Yudoyono, G. (2019). Komposit PVA-TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalis. *P-ISSN 2622-5468 VOL. 1 NO. 1 MARET 2019*. <https://ejournals.umma.ac.id/index.php/jifta>
- Ida Ayu Gede Widihati, N. P. D. dan Y. F. N. (2011). FOTODEGRADASI METILEN BIRU DENGAN SINAR UV DAN KATALIS Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *JURNAL KIMIA 5 (1), JANUARI 2011 : 31-42*.
- IKA SILVIANA WIDIANTI. (2014). *PENGARUH VARIASI pH DAN TEMPERATUR SINTERING TERHADAP NILAI SENSITIVITAS MATERIAL TiO<sub>2</sub> SEBAGAI SENSOR GAS CO*. Librairies techniques.
- Indah Fajarwati, F., Sugiharto, E., & Siswanta, D. (2020). *Eksakta: Jurnal Imu-Ilmu MIPA FILM OF CHITOSAN-CARBOXYMETHYL CELLULOSEPOLYELECTROLYTE COMPLEX AS METHYLENE BLUE ADSORBENT*.
- Islammiyati, A., Azwar, A., & Asri, A. (2022). Studi Pengaruh Penyinaran Lampu Ultraviolet pada Kinerja Fotodegradasi Metilen Biru Berfotokatalis TiO<sub>2</sub>. *PRISMA FISIKA*, *10*(3), 430–435.
- Jothi Ramalingam, R., Radhika, T., Reshma Ranjan, P., Sayed, S. R. M., Al-lohedan, H. A., Meera Moydeen, A., & Al-dhayan, D. M. (2019). Platinum nanoparticle decorated rutile titania synthesized by surfactant free hydrothermal method for visible light catalysis for dye degradation and hydrogen production study. *International Journal of Hydrogen Energy*, *44*(43), 23959–23968. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.07.117>
- Kadyan, P., Thillai Arasu, P., & Kataria, S. K. (2024). Graphene Quantum Dots: Green Synthesis, Characterization, and Antioxidant and Antimicrobial Potential. *International Journal of Biomaterials*, 2024. <https://doi.org/10.1155/2024/2626006>

- Kaur, M., & Verma, N. K. (2014). CaCO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> nanoparticles based dye sensitized solar cell. *Journal of Materials Science and Technology*, 30(4), 328–334. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.10.016>
- Khataee, A. R., Aleboye, H., & Aleboye, A. (2009). Crystallite phase-controlled preparation, characterisation and photocatalytic properties of titanium dioxide nanoparticles. *Journal of Experimental Nanoscience*, 4(2), 121–137. <https://doi.org/10.1080/17458080902929945>
- Krishnamoorthy, K., Veerapandian, M., Yun, K., & Kim, S. J. (2013). The chemical and structural analysis of graphene oxide with different degrees of oxidation. *Carbon*, 53, 38–49. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2012.10.013>
- Kumar, Y. R., Deshmukh, K., Sadasivuni, K. K., & Pasha, S. K. K. (2020). Graphene quantum dot based materials for sensing, bio-imaging and energy storage applications: a review. *RSC Advances*, 10(40), 23861–23898. <https://doi.org/10.1039/D0RA03938A>
- Kusrini, E., Suhrowati, A., Usman, A., Khalil, M., & Degirmenci, V. (2019). Synthesis and characterization of graphite oxide, graphene oxide, and reduced graphene oxide from graphite waste using modified hummers' method and zinc as reducing agent. *International Journal of Technology*, 10(6), 1093–1104. <https://doi.org/10.14716/ijtech.v10i6.3639>
- Listanti, A., Taufiq, A., Hidayat, A., & Sunaryono, S. (2018). Investigasi Struktur dan Energi Band Gap Partikel Nano TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sol-Gel. *JPSE (Journal of Physical Science and Engineering)*, 3(1), 8–15. <https://doi.org/10.17977/um024v3i12018p008>
- Liu, X., Du, G., & Li, M. (2019). True Photoreactivity Origin of Ti<sup>3+</sup>-Doped Anatase TiO<sub>2</sub> Crystals with Respectively Dominated Exposed {001}, {101}, and {100} Facets. *ACS Omega*, 4(12), 14902–14912. <https://doi.org/10.1021/acsomega.9b01648>
- Loosli, F., & Stoll, S. (2017). Effect of surfactants, pH and water hardness on the surface properties and agglomeration behavior of engineered TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Environmental Science: Nano*, 4(1), 203–211. <https://doi.org/10.1039/c6en00339g>
- Ma, J., Chu, L., Guo, Y., Sun, C., Yan, H., Li, Z., & Li, M. (2021). Graphene quantum dots improved “caterpillar”-like TiO<sub>2</sub> for highly efficient photocatalytic hydrogen production. *Materials*, 14(18). <https://doi.org/10.3390/ma14185354>
- Masakke, Y., Rasyid Jurusan Kimia, M., atematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri M akassar Jl Dg Tata Raya, F. M., & akassar, M. (2015). *Biosintesis Partikel-nano Perak Menggunakan Ekstrak Metanol Daun Manggis (Garcinia mangostana L.) Biosynthesis of Silver Nanoparticles using Methanol Extract of Mangosteen Leaves (Garcinia mangostana L.): Vol. IV (Issue 1)*. <http://ojs.unm.ac.id/index.php/sainsmat>
- Mattsson, A., & Österlund, L. (2010). Adsorption and Photoinduced Decomposition of Acetone and Acetic Acid on Anatase, Brookite, and Rutile TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry C*, 114(33), 14121–14132. <https://doi.org/10.1021/jp103263n>
- Mega Alma, C. (2021). *UNIVERSITAS INDONESIA PENGARUH SUHU KALSINASI TiO<sub>2</sub> DENGAN TiCl<sub>3</sub> SEBAGAI PREKURSOR TERHADAP UNJUK KERJA SEL SURYA PEROVSKITE SKRIPSI*.
- Mochammad Anang Mustaghfiri Munasir. (2023). *Green synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles: dye-sensitized solar cells (DSSC) Applications : a review 1) Mochammad Anang Mustaghfiri, 2) Munasir*.
- Nasution, N., Aida Fitri, dan, & Studi Fisika Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sumatera Utara Medan, P. (2018). *SINTESIS NANOPARTIKEL TiO<sub>2</sub> FASA RUTILE DENGAN METODE KOPRESIPITASI*. 2(2), 18–25.
- Nikoomanzari, E., Karbasi, M., C.M.A. Melo, W., Moris, H., Babaei, K., Giannakis, S., & Fattah-alhosseini, A. (2022). Impressive strides in antibacterial performance amelioration

- of Ti-based implants via plasma electrolytic oxidation (PEO): A review of the recent advancements. In *Chemical Engineering Journal* (Vol. 441). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.136003>
- Nurmawarti, I., Abdullah, M., Fisika, K. K., Elektronik, M., & Khairurrijal, D. (2009). Distribusi Celah Pita Energi “Titania Kotor.” *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi ISSN 1979-0880 Edisi Khusus, Agustus 2009*.
- Rangan, S., Katalinic, S., Thorpe, R., Bartynski, R. A., Rochford, J., & Galoppini, E. (2010). Energy Level Alignment of a Zinc(II) Tetraphenylporphyrin Dye Adsorbed onto TiO<sub>2</sub> (110) and ZnO(11 $\bar{2}$ 0) Surfaces. *The Journal of Physical Chemistry C*, 114(2), 1139–1147. <https://doi.org/10.1021/jp909320f>
- Rawal, J., Kamran, U., Park, M., Pant, B., & Park, S. J. (2022). Nitrogen and Sulfur Co-Doped Graphene Quantum Dots Anchored TiO<sub>2</sub> Nanocomposites for Enhanced Photocatalytic Activity. *Catalysts*, 12(5). <https://doi.org/10.3390/catal12050548>
- Rudyah Putri Nurzam, F., dan Ratnawulan Jurusan Fisika, R., Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, F., Negeri Padang, U., & Hamka Air Tawar, J. (2019). PENGARUH KOMPOSISI CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> TERHADAP SIFAT LISTRIK NANOKOMPOSIT CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/PANi YANG DISINTESIS DENGAN METODA SOL-GEL. In *Pillar of Physics* (Vol. 12, Issue 1).
- Safardoust-Hojaghan, H., & Salavati-Niasari, M. (2017). *Degradation of Methylene Blue as a Pollutant with N-Doped Graphene Quantum Dot/Titanium Dioxide Nanocomposite*. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0959652617301919>
- Sari, R. N., & Sutrisno, H. (2018). PREPARASI TiO<sub>2</sub>-TERSENSITIFKAN AgCl DENGAN TEKNIK REFLUKS DALAM SUASANA ASAM DAN KARAKTERISASINYA. In *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)* (Vol. 6, Issue 1).
- Scarpelli, F., Mastropietro, T. F., Poerio, T., & Godbert, N. (2018). Mesoporous TiO<sub>2</sub> Thin Films: State of the Art. In *Titanium Dioxide - Material for a Sustainable Environment*. InTech. <https://doi.org/10.5772/intechopen.74244>
- Selvakumar, T., Rajaram, M., Natarajan, A., Harikrishnan, L., Alwar, K., & Rajaram, A. (2022). Highly Efficient Sulfur and Nitrogen Codoped Graphene Quantum Dots as a Metal-Free Green Photocatalyst for Photocatalysis and Fluorescent Ink Applications. *ACS Omega*, 7(15), 12825–12834. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c00092>
- Sutanto, H., Wibowo, S., Si, S., Fisika, J., & Mipa, F. (2015). *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi)*.
- Tan, Y. N., Wong, C. L., & Mohamed, A. R. (2011). An Overview on the Photocatalytic Activity of Nano-Doped-  $\text{TiO}_2$  in the Degradation of Organic Pollutants. *ISRN Materials Science*, 2011, 1–18. <https://doi.org/10.5402/2011/261219>
- Thi Bich Quyen, T., Thanh Kha, N., Nguyen Hoang Dang Khoa, N., Nguyen Tra My, N., Van Hong Thien, D., Huynh Vu Thanh, L., & Author, C. (2021). Synthesis of graphene quantum dots/TiO<sub>2</sub> nanocomposites and its application for detection of Chromium(VI) ions by photoluminescence spectroscopy. *International Journal of Scientific Engineering and Applied Science (IJSEAS)*, 7. [www.ijseas.com](http://www.ijseas.com)
- Todica, M., Stefan, T., Simon, S., Balasz, I., & Daraban, L. (2014). UV-Vis and XRD investigation of graphite-doped poly(acrylic) acid membranes. *Turkish Journal of Physics*, 38(2), 261–267. <https://doi.org/10.3906/fiz-1305-16>
- Wang, Z., Helmersson, U., & Käll, P.-O. (2002). Optical properties of anatase TiO<sub>2</sub> thin films prepared by aqueous sol–gel process at low temperature. *Thin Solid Films*, 405(1–2), 50–54. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(01\)01767-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(01)01767-9)

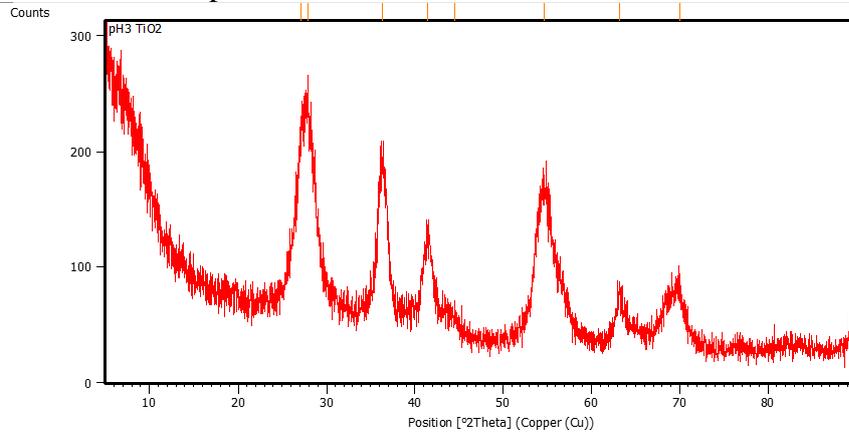
- Yuan, X., Liu, Z., Guo, Z., Ji, Y., Jin, M., & Wang, X. (2014). Cellular distribution and cytotoxicity of graphene quantum dots with different functional groups. *Nanoscale Research Letters*, 9(1), 1–9. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-108>
- Yuniarti, E. (2019). *Studi Komputasi Sifat Elektronik dan Sifat Optik Fotoelektroda Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) pada Fasa Anatase dan Rutile. II(1)*.
- Zangeneh, H., Zinatizadeh, A. A. L., Habibi, M., Akia, M., & Hasnain Isa, M. (2015). Photocatalytic oxidation of organic dyes and pollutants in wastewater using different modified titanium dioxides: A comparative review. In *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* (Vol. 26, pp. 1–36). Korean Society of Industrial Engineering Chemistry. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.10.043>
- Metal-Free Green Photocatalyst for Photocatalysis and Fluorescent Ink Applications. *ACS Omega*, 7(15), 12825–12834. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c00092>
- Sutanto, H., Wibowo, S., Si, S., Fisika, J., & Mipa, F. (2015). *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi)*.
- Tan, Y. N., Wong, C. L., & Mohamed, A. R. (2011). An Overview on the Photocatalytic Activity of Nano-Doped-  $\text{TiO}_2$  in the Degradation of Organic Pollutants. *ISRN Materials Science*, 2011, 1–18. <https://doi.org/10.5402/2011/261219>
- Wang, Z., Helmersson, U., & Käll, P.-O. (2002). Optical properties of anatase TiO<sub>2</sub> thin films prepared by aqueous sol–gel process at low temperature. *Thin Solid Films*, 405(1–2), 50–54. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(01\)01767-9](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(01)01767-9)
- Yuniarti, E. (2019). *Studi Komputasi Sifat Elektronik dan Sifat Optik Fotoelektroda Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) pada Fasa Anatase dan Rutile. II(1)*.
- Zangeneh, H., Zinatizadeh, A. A. L., Habibi, M., Akia, M., & Hasnain Isa, M. (2015). Photocatalytic oxidation of organic dyes and pollutants in wastewater using different modified titanium dioxides: A comparative review. In *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* (Vol. 26, pp. 1–36). Korean Society of Industrial Engineering Chemistry. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2014.10.043>

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Hasil Pengujian XRD

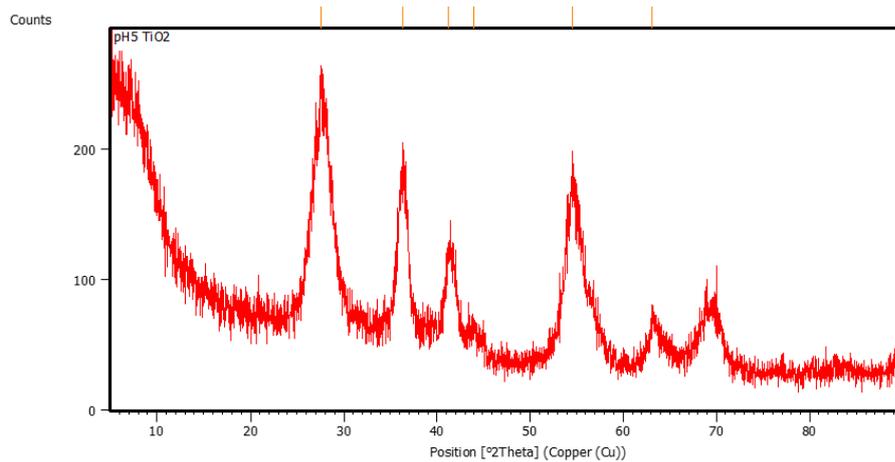
#### a. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 3



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
27.1235	104.39	0.4015	3.28768	84.03
27.8889	124.23	0.6691	3.19916	100.00
36.3569	119.84	1.0706	2.47113	96.47
41.4559	65.17	1.2044	2.17821	52.46
44.5111	8.73	1.0706	2.03554	7.03
54.7475	80.08	1.0706	1.67670	64.46
63.1879	32.60	0.4684	1.47155	26.24
69.9531	22.97	0.8029	1.34487	18.49

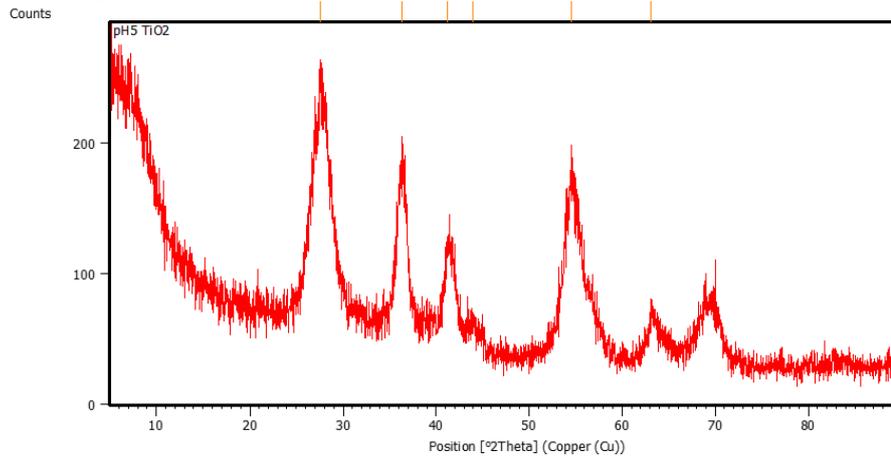
#### b. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 4



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
27.5870	111.79	0.5353	3.23347	97.00
36.3042	115.25	1.0706	2.47460	100.00
41.2335	63.66	1.0706	2.18945	55.24
44.0188	14.78	0.8029	2.05715	12.83
54.5805	88.99	0.4684	1.68144	77.22
63.1816	26.59	0.5353	1.47168	23.07

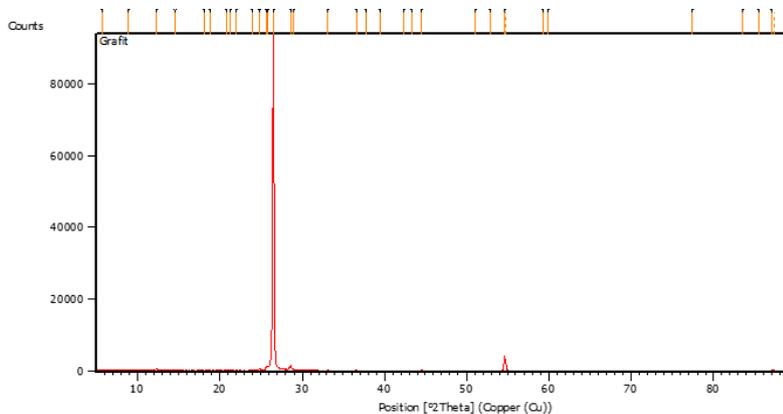
c. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 5



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
27.5870	111.79	0.5353	3.23347	97.00
36.3042	115.25	1.0706	2.47460	100.00
41.2335	63.66	1.0706	2.18945	55.24
44.0188	14.78	0.8029	2.05715	12.83
54.5805	88.99	0.4684	1.68144	77.22
63.1816	26.59	0.5353	1.47168	23.07

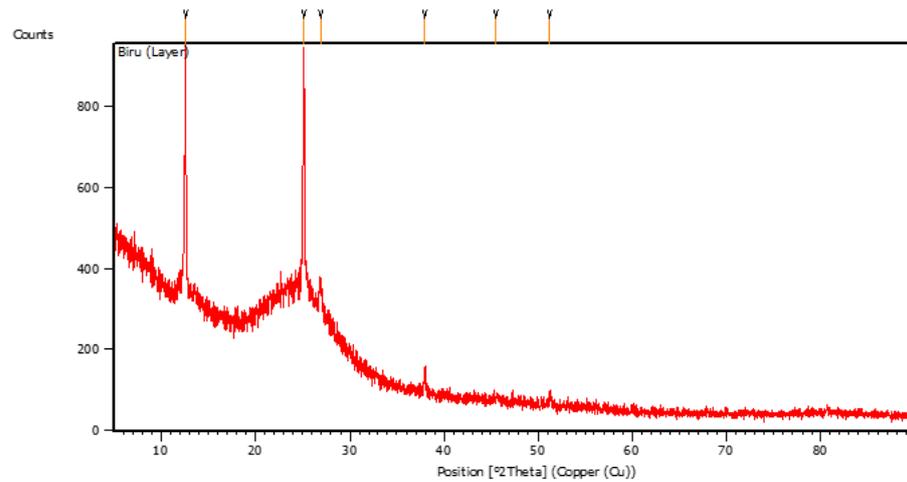
d. Sampel Grafit



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7657	39.33	0.9368	15.32865	0.04
8.8738	25.76	1.3382	9.96548	0.03
12.3365	533.97	0.1004	7.17493	0.57
14.5575	19.15	0.8029	6.08490	0.02
18.1027	20.06	1.0706	4.90045	0.02
18.8036	69.28	0.1338	4.71933	0.07
20.8330	75.07	0.2007	4.26397	0.08
21.3520	68.32	0.1673	4.16150	0.07
21.9519	101.19	0.1673	4.04910	0.11
23.9192	218.91	0.0836	3.72035	0.23
24.7945	558.86	0.0612	3.58799	0.60
24.8758	592.90	0.0669	3.57940	0.63
25.6353	1030.69	0.0502	3.47505	1.10
25.8229	1272.80	0.1004	3.45023	1.36
26.5403	93555.01	0.2175	3.35857	100.00

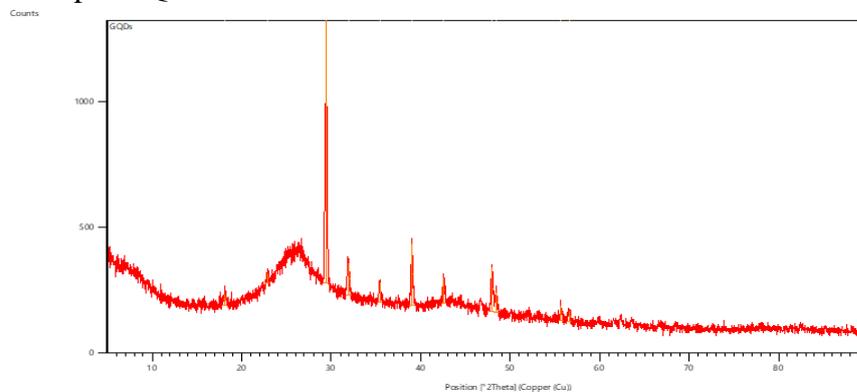
e. Sampel GO



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.6196	609.89	0.1004	7.01460	98.50
25.1302	619.16	0.1338	3.54374	100.00
26.9177	83.41	0.2676	3.31234	13.47
37.9512	63.28	0.1004	2.37091	10.22
45.5084	8.14	0.8029	1.99322	1.31
51.2461	29.30	0.1673	1.78273	4.73

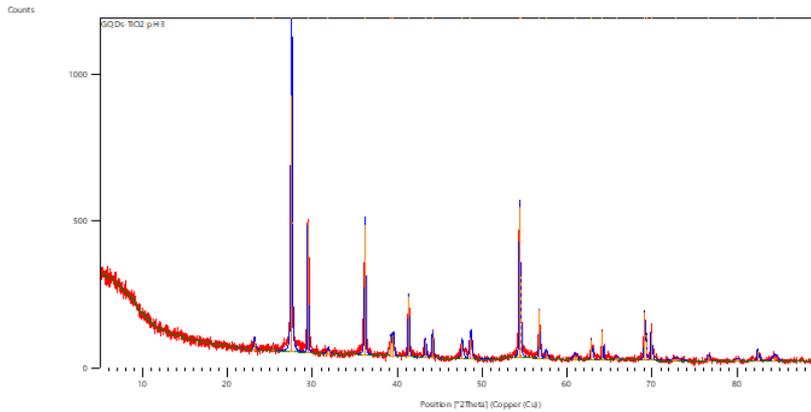
f. Sampel GQDs



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.0993	41.39	0.4015	4.90137	3.94
22.8775	39.54	0.2007	3.88734	3.76
29.4352	1050.78	0.1338	3.03453	100.00
31.9184	132.71	0.2007	2.80389	12.63
35.4170	81.56	0.2007	2.53452	7.76
38.9777	242.17	0.2342	2.31080	23.05
42.5647	105.23	0.1673	2.12400	10.01
48.0058	177.59	0.2007	1.89520	16.90
48.4631	81.15	0.2007	1.87839	7.72
55.6684	62.84	0.2007	1.65113	5.98
56.5924	46.18	0.2676	1.62635	4.40

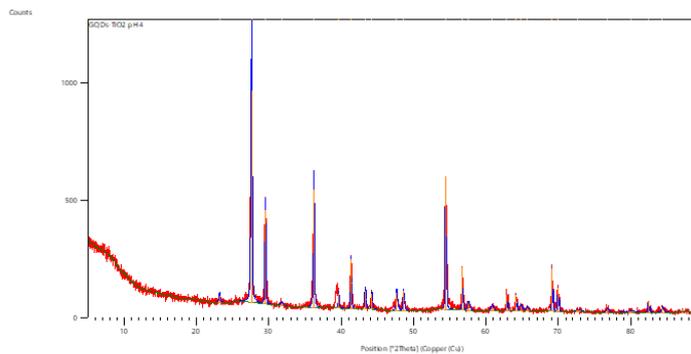
g. Sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23,1696	29,74	0,2676	3,83898	3,39
25,3735	22,35	0,0836	3,51032	2,55
27,5170	876,88	0,1506	3,24154	100,00
29,4628	445,70	0,0669	3,03174	50,83
31,8216	13,57	0,4015	2,81220	1,55
36,1621	442,51	0,1004	2,48399	50,46
39,2650	66,55	0,1004	2,29455	7,59
39,5288	70,91	0,1338	2,27985	8,09
41,3195	205,33	0,1004	2,18509	23,42
43,2831	61,04	0,1338	2,09040	6,96
44,1072	71,82	0,2007	2,05324	8,19
47,6060	53,68	0,2342	1,91018	6,12
48,6276	75,03	0,2676	1,87242	8,56
54,4055	514,91	0,1224	1,68504	58,72
54,5559	280,65	0,0816	1,68492	32,01

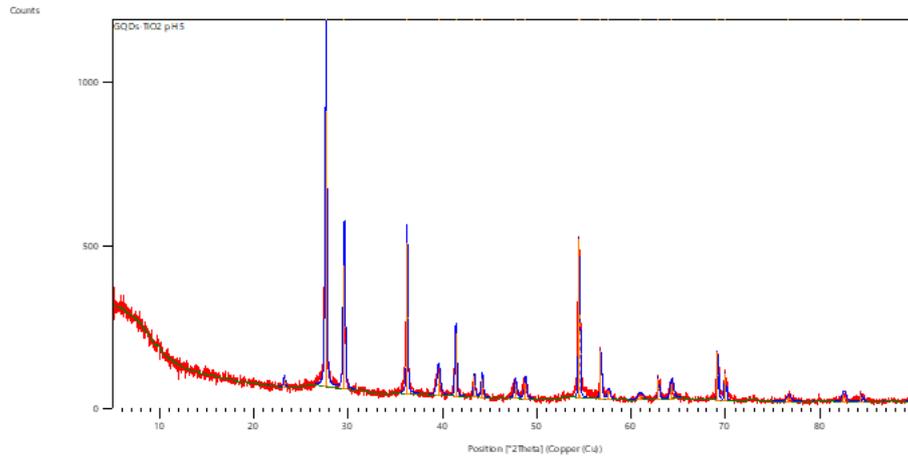
h. Sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs 4



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23,1794	29,35	0,2007	3,83737	3,23
27,5833	908,20	0,1673	3,23391	100,00
29,5047	403,21	0,1004	3,02754	44,40
31,7222	11,39	0,4015	2,82078	1,25
36,1866	503,89	0,1338	2,48236	55,48
39,6193	62,95	0,1338	2,27485	6,93
41,3361	214,09	0,0836	2,18425	23,57
43,3079	79,28	0,1673	2,08926	8,73
44,2159	69,28	0,1338	2,04844	7,63
47,6556	76,28	0,2007	1,90831	8,40
48,5950	83,43	0,1338	1,87360	9,19
54,3980	568,07	0,1004	1,68665	62,55
56,7039	181,92	0,0836	1,62341	20,03
57,5578	32,04	0,2676	1,60135	3,53
60,8176	18,82	0,4015	1,52309	2,07
62,8370	71,68	0,0836	1,47892	7,89

i. Sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/GQDs 5

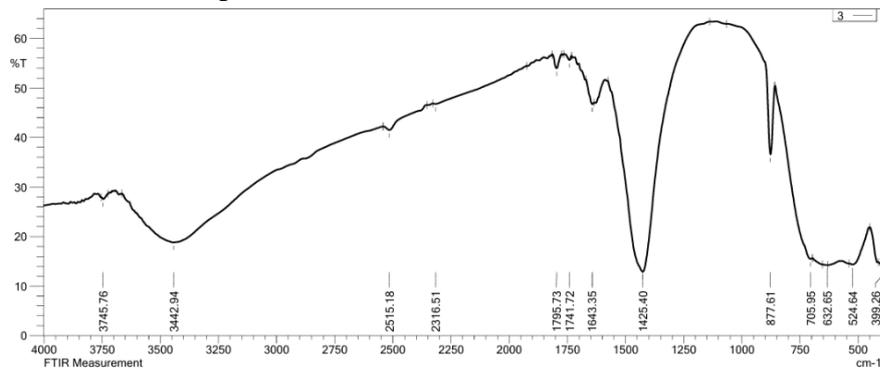


**Peak List:** (Bookmark 3)

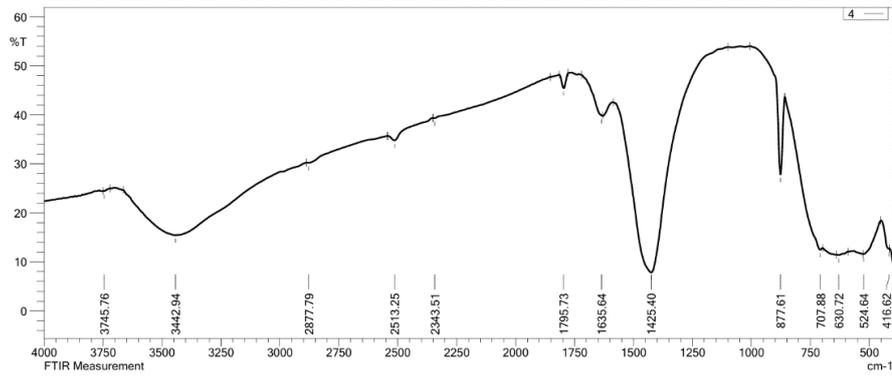
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23,2193	25,75	0,2007	3,83087	3,03
27,5979	850,82	0,1673	3,23223	100,00
29,5548	381,27	0,2007	3,02252	44,81
36,2239	464,42	0,1171	2,47990	54,59
39,5502	68,82	0,4015	2,27866	8,09
41,3844	193,95	0,1506	2,18181	22,80
43,3463	65,92	0,1338	2,08750	7,75
44,1632	57,95	0,2342	2,05076	6,81
47,7028	47,98	0,2676	1,90653	5,64
48,7788	53,01	0,2676	1,86697	6,23
54,4481	490,16	0,1020	1,68382	57,61
54,6071	262,99	0,1224	1,68347	30,91
56,7481	147,68	0,1224	1,62091	17,36
57,5888	27,21	0,2448	1,59923	3,20
60,9197	15,88	0,6528	1,51952	1,87
62,8539	66,90	0,1224	1,47734	7,86

Lampiran 2: Hasil Pengujian FTIR

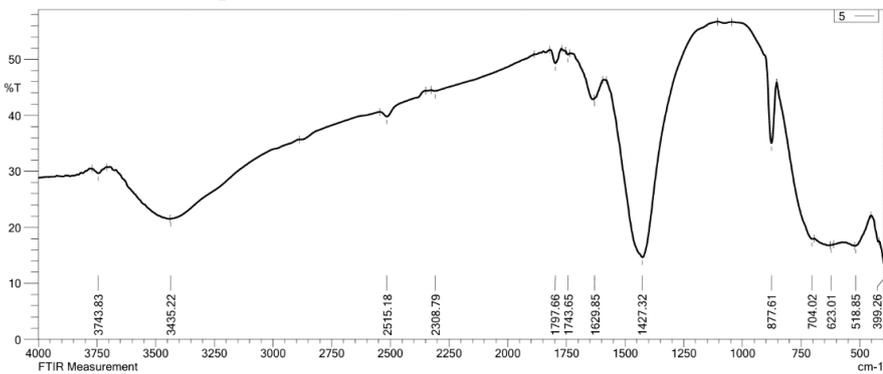
a. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 3



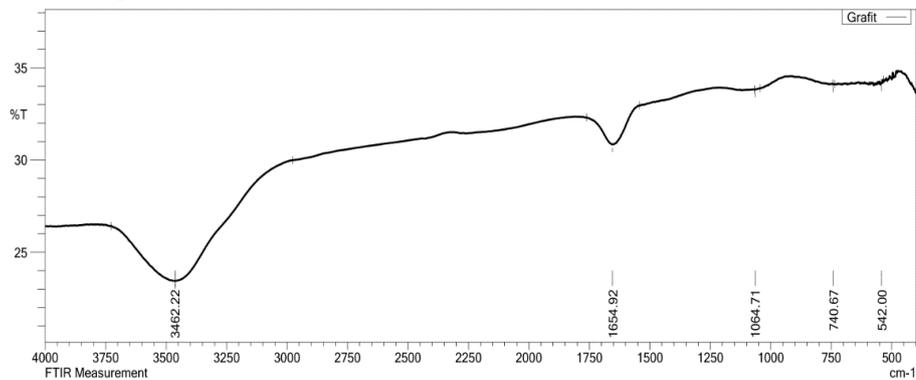
b. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 4



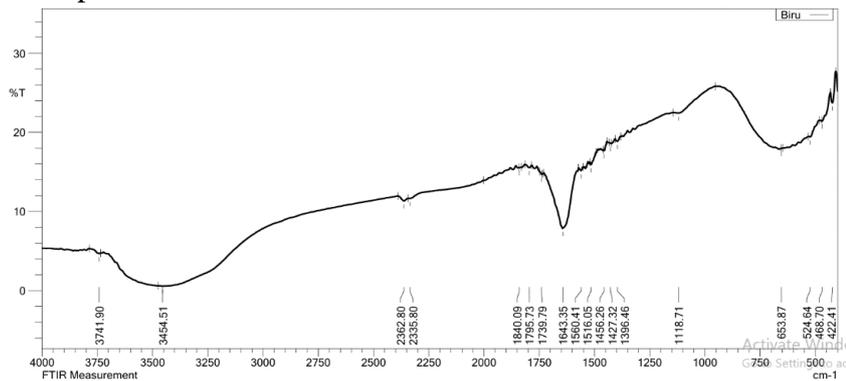
c. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 5



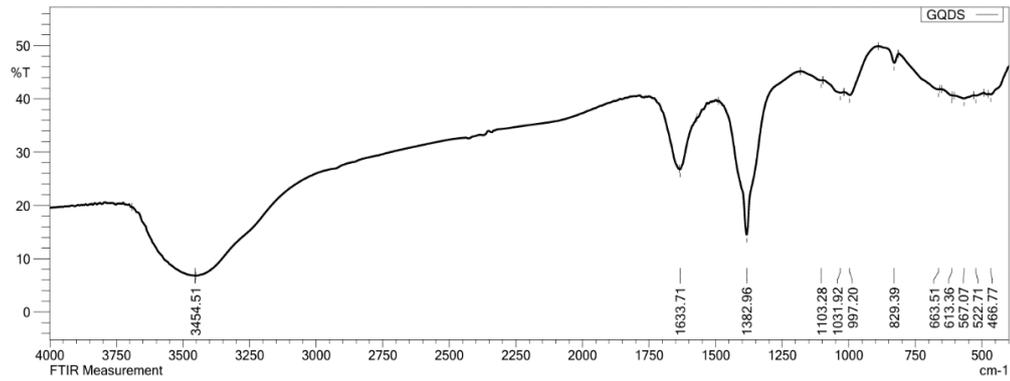
d. Sampel Grafit



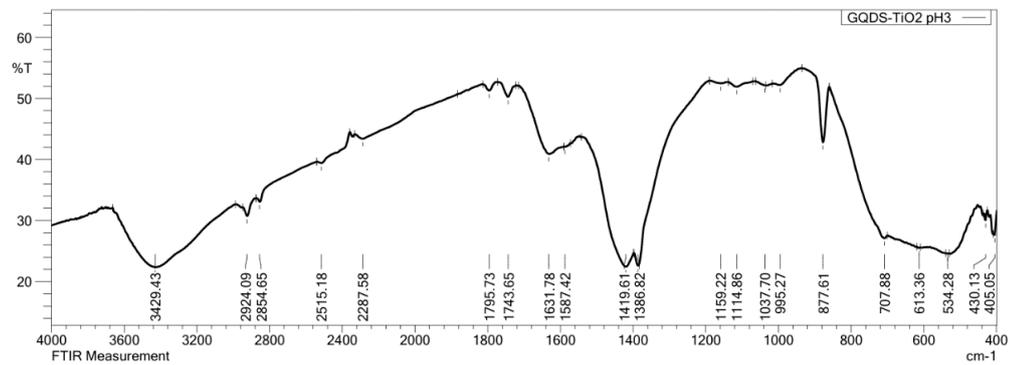
e. Sampel GO



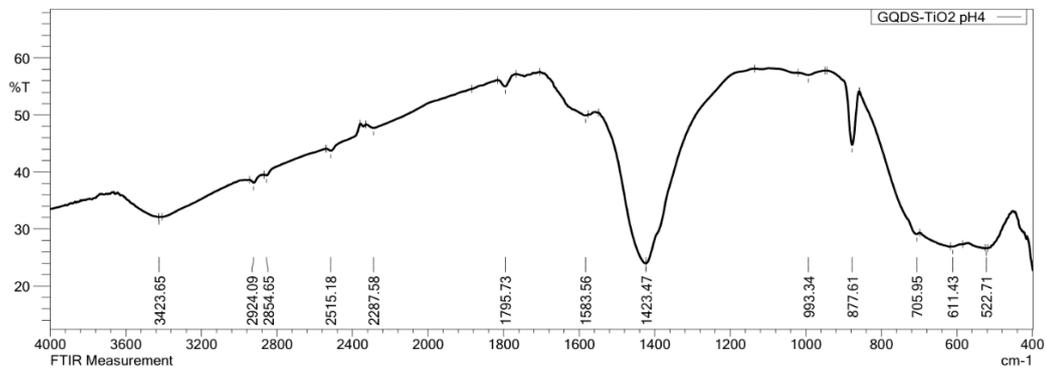
f. Sampel GQDs



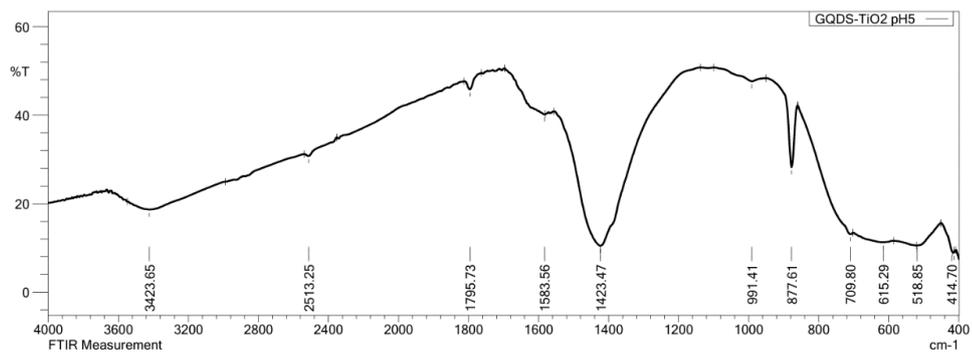
g. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 3



h. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 4



i. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5



Lampiran 3: Hasil Pengujian BET  
a. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 3

Relative Pressure	Volume @ STP cc/g
1.02093e-02	6.6136
2.00167e-02	6.8151
3.03391e-02	6.9065
4.04386e-02	6.9975
5.04533e-02	7.1180
9.74193e-02	7.5234
1.45308e-01	7.8581
1.91990e-01	8.1535
2.40070e-01	8.4678
2.86632e-01	8.7535
3.33237e-01	9.1033
3.81923e-01	9.4684
4.27794e-01	9.9592
4.76465e-01	10.3938
5.23206e-01	11.0810
5.70478e-01	11.8721
6.18148e-01	12.9454
6.66347e-01	14.3602
7.11967e-01	16.4147
7.59877e-01	19.4033
8.07719e-01	24.5321
8.54623e-01	32.1604
9.03215e-01	40.2819
9.49650e-01	48.1565
9.05961e-01	42.3841
8.61223e-01	38.4829
8.16546e-01	35.3168
7.71928e-01	27.1883
7.27167e-01	19.9388
6.81877e-01	16.4098
6.36343e-01	14.1552
5.91705e-01	12.7255
5.47312e-01	11.6060
5.02222e-01	10.7107
4.58967e-01	10.0746
4.12991e-01	9.5024
3.69555e-01	8.9995
3.23134e-01	8.5206
2.79923e-01	8.1137
2.35105e-01	7.7290
1.90435e-01	7.3128
1.45755e-01	6.8995
1.01144e-01	6.4386

Analysis Report  
Operator: ILRC UI Date: 7/8/2024 Report Date: 2024/07/09  
Sample ID: Station 2 Filename: GQDS-TiO2 PH 3\_240708\_01.QPS  
Sample Desc: Full Isotherm a.n Awud EdoComment:  
Sample weight: 0.1047 g Sample Volume: 0.0000 cc  
Analysis Time: 276.6 min End of run: 7/8/2024 8:10:28 Instrument: QuadraSorB Station 2  
Void Vol.: Cell Cal. ID: 1 Run mode: Standard Instrument version: 7.01  
Outgas Time: 2.0 hrs Outgas Temp: 300.0 C  
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K  
Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des) Equil time: variable/120 sec (ads/des) Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)  
Data Reduction Parameters  
t-Method Calc. method: de Boer

BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po  
Adsorbate model: Nitrogen Temperature 77.350K  
Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	ds(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logr) cc/g	ds(logr) cc/g
16.3038	1.5466e-04	1.8972e-01	9.3472e-05	1.1466e-01	3.5060e-03	4.3009e+00
18.1355	1.5466e-04	1.8972e-01	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
20.2654	7.2474e-04	7.5233e-01	2.5324e-04	2.4992e-01	1.1805e-02	1.1650e+01
22.7441	1.4675e-03	1.4055e+00	2.7447e-04	2.4135e-01	1.4357e-02	1.2625e+01
25.7615	2.8922e-03	2.5116e+00	4.2805e-04	3.3232e-01	2.5356e-02	1.9685e+01
29.5437	5.0850e-03	3.9960e+00	5.1765e-04	3.5043e-01	3.5154e-02	2.3798e+01
34.2638	8.9142e-03	6.2311e+00	7.3579e-04	4.2949e-01	5.7939e-02	3.3819e+01
40.5843	1.4813e-02	9.1381e+00	7.9319e-04	3.9088e-01	7.3915e-02	3.6425e+01
49.7467	2.5620e-02	1.3483e+01	9.9258e-04	3.9905e-01	1.1324e-01	4.5527e+01
63.8143	4.1687e-02	1.8518e+01	9.3154e-04	2.9195e-01	1.3604e-01	4.2637e+01
89.7748	5.7909e-02	2.2132e+01	4.6786e-04	1.0423e-01	9.5499e-02	2.1275e+01
153.7778	7.2521e-02	2.4033e+01	1.5656e-04	2.0361e-02	5.3689e-02	6.9826e+00

BJH adsorption summary

Surface Area = 24.033 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.073 cc/g  
Pore Radius D<sub>v</sub>(r) = 49.747 Å

Laboratorium IIRC  
Universitas Indonesia  
Quantachrome QuadraWin ©2000-16, Quantachrome Instruments. All rights reserved. v7.1

Analysis Report  
Operator: IIRC UI Date: 7/8/2024 Station 2  
Sample ID: Station 2 File name: GQDS-TiO2 PH 3\_240708\_01.QPS  
Sample Desc: Full Isotherm a.u. Awud EdoComment:  
Sample weight: 0.1047 g Sample Volume: 0.0000 cc  
Analysis Time: 276.6 min End of run: 7/8/2024 8:10:28 Instrument: QuadraSorb Station 2  
Void Vol.: Cell Cal. ID: 1 Run mode: Standard Instrument version: 7.01  
Outgas Time: 2.0 hrs Outgas Temp: 300.0 C  
Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K  
Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des) Equil time: variable/120 sec (ads/des) Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)

Data Reduction Parameters  
t-Method Calc. method: de Boer  
BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po  
Adsorbate model: Nitrogen Temperature 77.350K  
Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
15.8188	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
17.4790	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00	0.0000e+00
19.3593	1.8771e-04	1.9392e-01	9.6150e-05	9.9332e-02	4.2824e-03	4.4241e+00
21.5220	1.0061e-03	9.5447e-01	3.4486e-04	3.2047e-01	1.7073e-02	1.5865e+01
24.1006	2.3936e-03	2.1058e+00	4.9835e-04	4.1356e-01	2.7624e-02	2.2924e+01
27.1981	4.5047e-03	3.6582e+00	6.1893e-04	4.5513e-01	3.8710e-02	2.8465e+01
31.0904	8.7068e-03	6.3614e+00	9.6077e-04	6.1805e-01	6.8666e-02	4.4172e+01
36.1181	1.6116e-02	1.0464e+01	1.3040e-03	7.2208e-01	1.0822e-01	5.9928e+01
42.7971	3.2850e-02	1.8284e+01	2.1799e-03	1.0187e+00	2.1423e-01	1.0012e+02
52.2118	5.1260e-02	2.5336e+01	1.6508e-03	6.3234e-01	1.9771e-01	7.5732e+01
66.7750	5.7748e-02	2.7279e+01	3.6094e-04	1.0810e-01	5.5159e-02	1.6521e+01
92.9342	6.5418e-02	2.8930e+01	2.2333e-04	4.8062e-02	4.7241e-02	1.0167e+01
155.2754	7.6126e-02	3.0309e+01	1.1854e-04	1.5268e-02	4.1158e-02	5.3013e+00

BJH desorption summary  
Surface Area = 30.309 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.076 cc/g  
Pore Radius D<sub>x</sub>(r) = 42.797 Å

## b. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 4

Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure	Volume @ STP cc/g
1.02754e-02	7.2314
1.99830e-02	7.5708
3.03722e-02	7.7718
4.04963e-02	7.9565
5.05432e-02	8.1365
9.71174e-02	8.8289
1.44936e-01	9.4406
1.92227e-01	10.0172
2.39587e-01	10.5890
2.87007e-01	11.1665
3.34091e-01	11.8165
3.81922e-01	12.5049
4.28226e-01	13.2787
4.76544e-01	14.0570
5.22577e-01	15.0333
5.72263e-01	16.2313
6.19084e-01	17.6409
6.65109e-01	19.4101
7.14137e-01	21.9858
7.60058e-01	25.6014
8.07244e-01	31.3342
8.54616e-01	40.7031
9.02250e-01	52.1311
9.49727e-01	65.1077
9.06090e-01	56.5326
8.60624e-01	49.8693
8.16846e-01	43.0001
7.72118e-01	32.6010
7.27028e-01	25.3497
6.82229e-01	21.4218
6.36576e-01	18.8973
5.92037e-01	17.1504
5.46690e-01	15.7757
5.02709e-01	14.6858
4.58579e-01	13.7037
4.13458e-01	12.8541
3.68816e-01	12.0501
3.24032e-01	11.3294
2.79278e-01	10.6424
2.34469e-01	10.0033
1.89866e-01	9.3374
1.45183e-01	8.6846
1.00383e-01	7.9916

ISOTHERM

# LAPORAN TUGAS AKHIR TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI

Laboratorium ILRC  
Universitas Indonesia  
Quantachrome QuadraWin ©2000-16, Quantachrome Instruments. All rights reserved. v7.1

Analysis Operator: ILRC UI Date: 7/8/2024 Report Operator: ILRC UI Date: 2024/07/09  
 Sample ID: Station 3 Filename: GQDS-T102 PH\_4\_240708\_01.QPS  
 Sample Desc: Full Isotherm a.n Awud EdaComment:  
 Sample weight: 0.1090 g Sample Volume: 0.0137 cc  
 Analysis Time: 306.5 min End of run: 7/8/2024 8:40:20 Instrument: QuadraSorcb Station 3  
 Void Vol.: Cell Cal. ID: 20 Run mode: Standard Instrument version: 7.01  
 Outgas Time: 2.0 hrs OutgasTemp: 300.0 C  
 Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K  
 Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des) Equil time: variable/120 sec (ads/des) Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)

Data Reduction Parameters

t-Method Calc. method: de Boer

BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po  
 Adsorbate model: Nitrogen Temperature: 77.350K  
 Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
16.3121	6.4216e-04	7.8734e-01	3.8425e-04	4.7112e-01	1.4420e-02	1.7680e+01
18.1456	1.0779e-03	1.2676e+00	2.1835e-04	2.4067e-01	9.1140e-03	1.0045e+01
20.2508	2.1436e-03	2.3202e+00	4.8118e-04	4.7522e-01	2.2415e-02	2.2137e+01
22.7840	3.5630e-03	3.5668e+00	4.9803e-04	4.3718e-01	2.6094e-02	2.2905e+01
25.8541	5.5443e-03	5.0989e+00	6.0221e-04	4.6585e-01	3.5802e-02	2.7695e+01
29.5187	8.3626e-03	7.0084e+00	6.9754e-04	4.7261e-01	4.7337e-02	3.2073e+01
34.3454	1.2953e-02	9.6817e+00	8.1788e-04	4.7627e-01	6.4537e-02	3.7581e+01
40.7441	2.0036e-02	1.3158e+01	9.8585e-04	4.8392e-01	9.2249e-02	4.5282e+01
49.6968	3.1814e-02	1.7898e+01	1.0986e-03	4.4212e-01	1.2522e-01	5.0395e+01
63.7461	5.1310e-02	2.4015e+01	1.1219e-03	3.5199e-01	1.6365e-01	5.1343e+01
89.2664	7.4096e-02	2.9120e+01	6.7689e-04	1.5166e-01	1.3747e-01	3.0799e+01
153.4186	9.8172e-02	3.2259e+01	2.5439e-04	3.3163e-02	8.6940e-02	1.1334e+01

BJH adsorption summary

Surface Area = 32.259 m<sup>2</sup>/g  
 Pore Volume = 0.898 cc/g  
 Pore Radius D<sub>v</sub>(r) = 63.746 Å

Laboratorium ILRC  
Universitas Indonesia  
Quantachrome QuadraWin ©2000-16, Quantachrome Instruments. All rights reserved. v7.1

Analysis Operator: ILRC UI Date: 7/8/2024 Report Operator: ILRC UI Date: 2024/07/09  
 Sample ID: Station 3 Filename: GQDS-T102 PH\_4\_240708\_01.QPS  
 Sample Desc: Full Isotherm a.n Awud EdaComment:  
 Sample weight: 0.1090 g Sample Volume: 0.0137 cc  
 Analysis Time: 306.5 min End of run: 7/8/2024 8:40:20 Instrument: QuadraSorcb Station 3  
 Void Vol.: Cell Cal. ID: 20 Run mode: Standard Instrument version: 7.01  
 Outgas Time: 2.0 hrs OutgasTemp: 300.0 C  
 Analysis gas: Nitrogen Bath Temp: 77.3 K  
 Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des) Equil time: variable/120 sec (ads/des) Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)

Data Reduction Parameters

t-Method Calc. method: de Boer

BJH/DH method Moving pt. avg.: off Ignoring P-tags below 0.35 P/Po  
 Adsorbate model: Nitrogen Temperature: 77.350K  
 Molec. Wt.: 28.013 Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup> Liquid Density: 0.808 g/cc

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
15.8152	4.5308e-04	5.7297e-01	2.9163e-04	3.6880e-01	1.0612e-02	1.3419e+01
17.4794	9.1944e-04	1.1066e+00	2.6277e-04	3.0066e-01	1.0567e-02	1.2091e+01
19.3629	1.7490e-03	1.9635e+00	4.1643e-04	4.3013e-01	1.8550e-02	1.9160e+01
21.5160	2.7664e-03	2.9092e+00	4.3965e-04	4.0867e-01	2.1760e-02	2.0227e+01
24.0943	4.3903e-03	4.2571e+00	5.7130e-04	4.7422e-01	3.1658e-02	2.6279e+01
27.2194	6.9281e-03	6.1218e+00	7.4470e-04	5.4719e-01	4.6613e-02	3.4250e+01
31.1194	1.1331e-02	8.9516e+00	1.0025e-03	6.4428e-01	7.1713e-02	4.6089e+01
36.1271	1.9256e-02	1.3339e+01	1.4093e-03	7.8020e-01	1.1700e-01	6.4770e+01
42.8064	3.5335e-02	2.0851e+01	2.0787e-03	9.7120e-01	2.0433e-01	9.5466e+01
52.2774	5.8530e-02	2.9725e+01	2.0697e-03	7.9181e-01	2.4818e-01	9.4947e+01
66.6642	7.2891e-02	3.4034e+01	8.1753e-04	2.4527e-01	1.2476e-01	3.7430e+01
92.8498	8.6044e-02	3.6867e+01	3.7790e-04	8.1400e-02	7.9837e-02	1.7179e+01
155.4957	1.0195e-01	3.8912e+01	1.7577e-04	2.2608e-02	6.1115e-02	7.8606e+00

BJH desorption summary

Surface Area = 38.912 m<sup>2</sup>/g  
 Pore Volume = 0.102 cc/g  
 Pore Radius D<sub>v</sub>(r) = 42.806 Å

c. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5

Molec. Wt.: 28.013      Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup>      Liquid Density: 0.808 g/cc

Relative Pressure	Volume @ STP cc/g
1.02446e-02	8.1002
1.99207e-02	8.4606
3.03187e-02	8.6655
4.03415e-02	8.8680
5.04857e-02	9.0556
9.74415e-02	9.7357
1.44865e-01	10.3641
1.92028e-01	10.9760
2.39356e-01	11.6134
2.87016e-01	12.2981
3.34231e-01	12.9885
3.81111e-01	13.7714
4.29906e-01	14.6753
4.77425e-01	15.7150
5.22979e-01	16.8038
5.71429e-01	18.2075
6.18576e-01	19.9376
6.65764e-01	22.1671
7.12126e-01	25.2134
7.60563e-01	29.5868
8.06995e-01	36.7111
8.54246e-01	47.5410
9.02732e-01	59.1369
9.49141e-01	69.3312
9.05037e-01	62.1292
8.60567e-01	56.9680
8.16541e-01	52.7621
7.72096e-01	40.1683
7.26693e-01	29.6399
6.82092e-01	24.8768
6.37102e-01	21.7107
5.92863e-01	19.4499
5.46993e-01	17.6752
5.02380e-01	16.2834
4.57520e-01	15.0818
4.13716e-01	14.0108
3.69478e-01	13.1215
3.23386e-01	12.2877
2.79250e-01	11.5272
2.34434e-01	10.7515
1.89868e-01	10.0184
1.44991e-01	9.2981
1.00358e-01	8.5685

ISOTHERM

Laboratorium ILRC  
Universitas Indonesia  
Quantachrome QuadraWin ©2000-16, Quantachrome Instruments. All rights reserved. v7.1

Analysis Operator: ILRC UI      Date: 7/8/2024      Report Operator: ILRC UI      Date: 2024/07/09  
Sample ID: Station 4      Filename: GQDS-TiO2 PH 5\_240708\_01.QPS  
Sample Desc: Full Isotherm a.x.d      ~~Asud~~ EdComment:  
Sample weight: 0.1056 g      Sample Volume: 0.0000 cc  
Analysis Time: 284.1 min      End of run: 7/8/2024 8:17:58      Instrument: QuadraSorb Station 4  
Void Vol.: Cell Cal. ID: 30      Run mode: Standard      Instrument version: 7.01  
Outgas Time: 2.0 hrs      OutgasTemp: 300.0 C  
Analysis gas: Nitrogen      Bath Temp: 77.3 K  
Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des) Equil time: variable/120 sec (ads/des) Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)  
Data Reduction Parameters

t-Method      Calc. method: de Boer

BJH/DH method      Moving pt. avg.: off      Ignoring P-tags below 0.35 P/Po  
Adsorbate: ~~model~~ Nitrogen      Temperature: 77.350K  
Molec. Wt.: 28.013      Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup>      Liquid Density: 0.808 g/cc

Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logc) cc/g	dS(logc) cc/g
16.3307	6.2471e-04	7.6508e-01	3.5426e-04	4.3386e-01	1.3308e-02	1.6298e+01
18.1975	1.6572e-03	1.8999e+00	5.2406e-04	5.7597e-01	2.1937e-02	2.4110e+01
20.2809	2.7946e-03	3.0214e+00	5.1779e-04	5.1062e-01	2.4157e-02	2.3822e+01
22.7681	4.5867e-03	4.5957e+00	6.4511e-04	5.6668e-01	3.3778e-02	2.9671e+01
25.8080	7.2028e-03	6.6231e+00	7.9235e-04	6.1403e-01	4.7021e-02	3.6439e+01
29.5313	1.0985e-02	9.1848e+00	9.1261e-04	6.1806e-01	6.1954e-02	4.1958e+01
34.2452	1.6739e-02	1.2545e+01	1.0891e-03	6.3608e-01	8.5710e-02	5.0057e+01
40.6582	2.5433e-02	1.6822e+01	1.1526e-03	5.6695e-01	1.0759e-01	5.2925e+01
49.7087	4.0493e-02	2.2881e+01	1.4264e-03	5.7390e-01	1.6265e-01	6.5439e+01
63.6224	6.3336e-02	3.0062e+01	1.3227e-03	4.1581e-01	1.9258e-01	6.0539e+01
89.4293	8.6568e-02	3.5257e+01	6.7646e-04	1.5128e-01	1.3757e-01	3.0765e+01
152.5577	1.0551e-01	3.7740e+01	2.0606e-04	2.7014e-02	7.0139e-02	9.1951e+00

BJH adsorption summary

Surface Area = 37.740 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.106 cc/g  
Pore Radius Qv(r) = 49.709 Å

Laboratorium ILRC  
Universitas Indonesia  
Quantachrome QuadraWin ©2000-16, Quantachrome Instruments. All rights reserved. v7.1

Analysis Operator: ILRC UI	Date: 7/8/2024	Report Operator: ILRC UI	Date: 2024/07/09
Sample ID: Station 4	Filename: GQDS-TiO2 PH 5_240708_01.QPS		
Sample Desc: Full Isotherm a.a. Awud EdoComment:			
Sample weight: 0.1056 g	Sample Volume: 0.0000 cc		
Analysis Time: 284.1 min	End of run: 7/8/2024 8:17:58	Instrument: QuadraSorb Station 4	
Void Vol.: Cell Cal. ID: 30	Run mode: Standard	Instrument version: 7.01	
Outgas Time: 2.0 hrs	OutgasTemp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: variable/0.010 (ads/des)	Equil time: variable/120 sec (ads/des)	Equil timeout: variable/240 sec (ads/des)	

Data Reduction Parameters

t-Method      Calc. method: de Boer

BJH/DH method      Moving pt. avg.: off      Ignoring P-tags below 0.35 P/Po

Adsorbate: modelNitrogen      Temperature: 77.350K

Molec. Wt.: 28.013      Cross Section: 16.200 Å<sup>2</sup>      Liquid Density: 0.808 g/cc

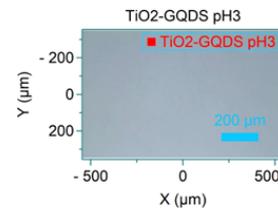
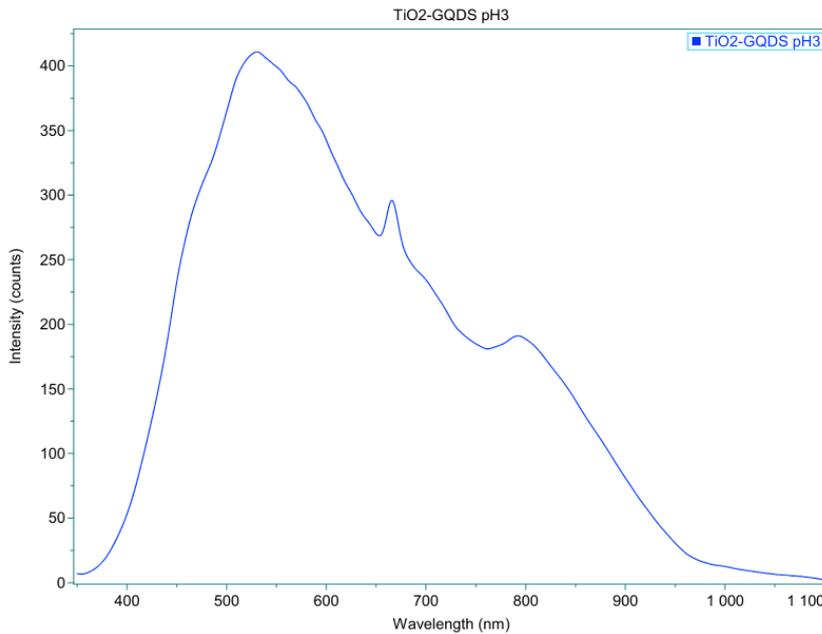
Radius Å	Pore Volume cc/g	Pore Surf Area m <sup>2</sup> /g	dV(r) cc/Å/g	dS(r) m <sup>2</sup> /Å/g	dV(logr) cc/g	dS(logr) cc/g
15.8309	3.1411e-04	3.9683e-01	2.0380e-04	2.5747e-01	7.4229e-03	9.3777e+00
17.4620	1.1783e-03	1.3867e+00	5.0221e-04	5.7520e-01	2.0176e-02	2.3109e+01
19.3327	2.2513e-03	2.4966e+00	5.3100e-04	5.4932e-01	2.3616e-02	2.4431e+01
21.5167	3.7595e-03	3.8985e+00	6.4253e-04	5.9724e-01	3.1802e-02	2.9560e+01
24.1314	6.1393e-03	5.8709e+00	8.2571e-04	6.8435e-01	4.5826e-02	3.7980e+01
27.2703	9.8016e-03	8.5569e+00	1.0786e-03	7.9102e-01	6.7638e-02	4.9605e+01
31.1343	1.5675e-02	1.2330e+01	1.3557e-03	8.7084e-01	9.7029e-02	6.2329e+01
36.0954	2.5536e-02	1.7793e+01	1.7641e-03	9.7745e-01	1.4632e-01	8.1076e+01
42.7800	4.9809e-02	2.9141e+01	3.1201e-03	1.4587e+00	3.0650e-01	1.4329e+02
52.2282	7.8482e-02	4.0121e+01	2.5793e-03	9.8770e-01	3.0901e-01	1.1833e+02
66.6025	8.7131e-02	4.2719e+01	4.9053e-04	1.4730e-01	7.4786e-02	2.2457e+01
92.2491	9.7316e-02	4.4927e+01	3.0257e-04	6.5600e-02	6.3551e-02	1.3778e+01
153.7969	1.1069e-01	4.6666e+01	1.4958e-04	1.9452e-02	5.1444e-02	6.6898e+00

BJH desorption summary

Surface Area = 46.666 m<sup>2</sup>/g  
Pore Volume = 0.111 cc/g  
Pore Radius Dv(r) = 42.780 Å

## Lampiran 4: Hasil Pengujian PL

### a. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 3



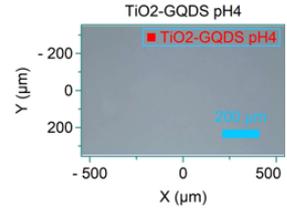
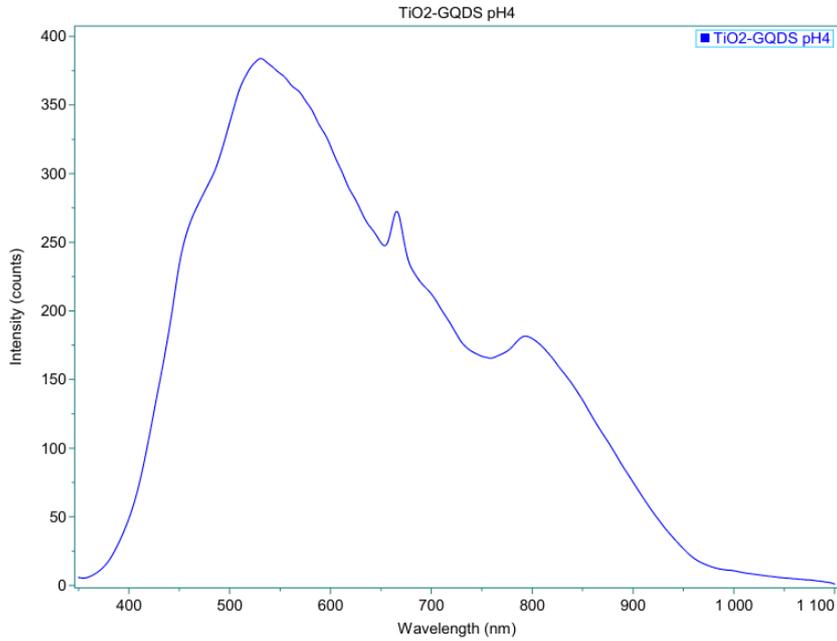
NOTES:

Powered by  
LabSpec 6 from:

Date	12.07.2024 0...	Acq. time (s)	4	Accumulations	6	Laser (nm)	325
Spectro (cm <sup>-1</sup> )		Hole		Slit		Grating	1200
ND Filter		Objective	x10	ICS correction	Off	Range (cm <sup>-1</sup> )	



b. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 4



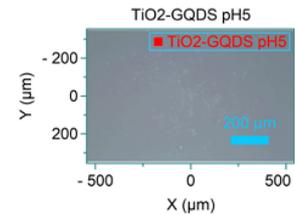
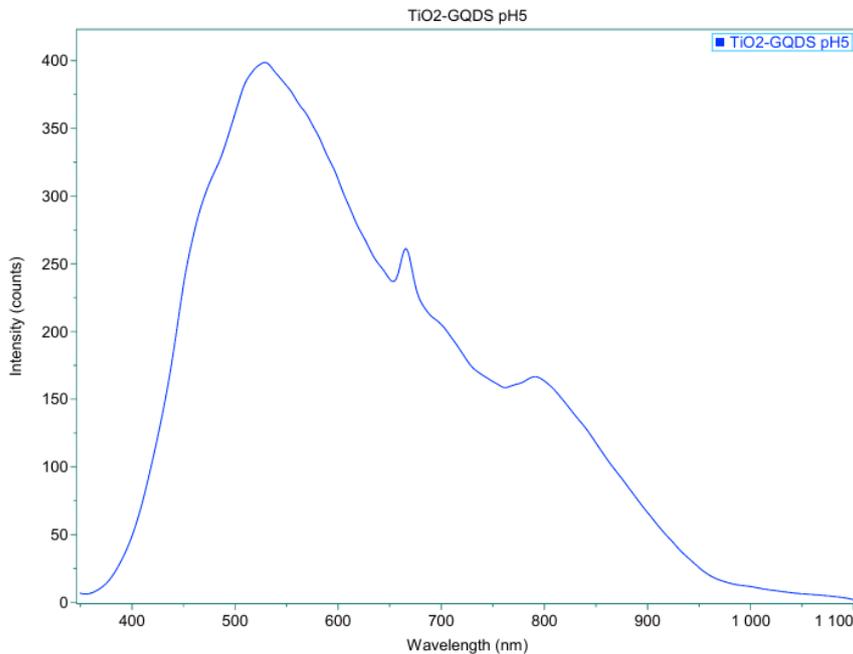
NOTES:

Powered by  
LabSpec 6 from:



Date	10.07.2024 0...	Acq. time (s)	4	Accumulations	6	Laser (nm)	325
Spectro (cm <sup>-1</sup> )		Hole		Slit		Grating	1200
ND Filter		Objective	x10	ICS correction	Off	Range (cm <sup>-1</sup> )	

c. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5



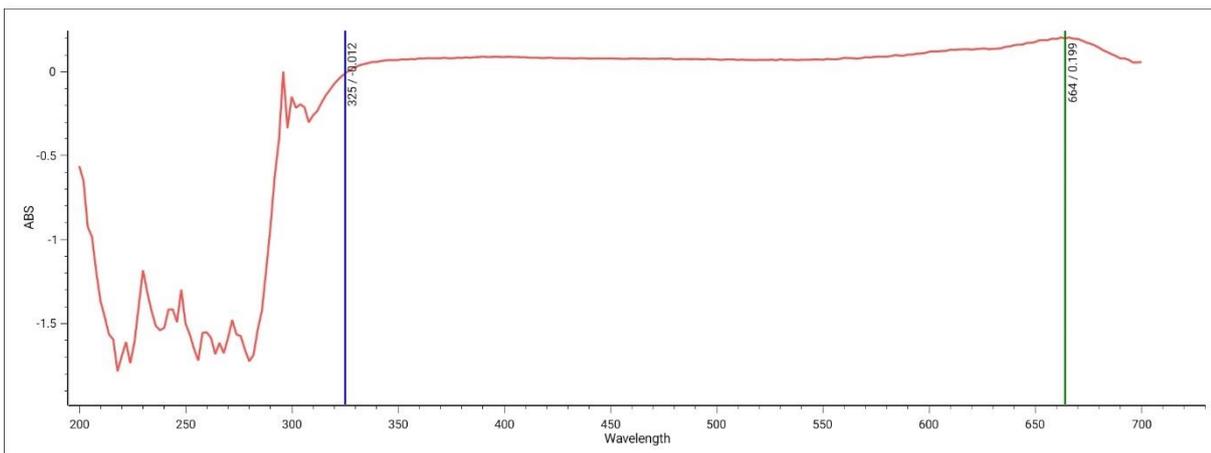
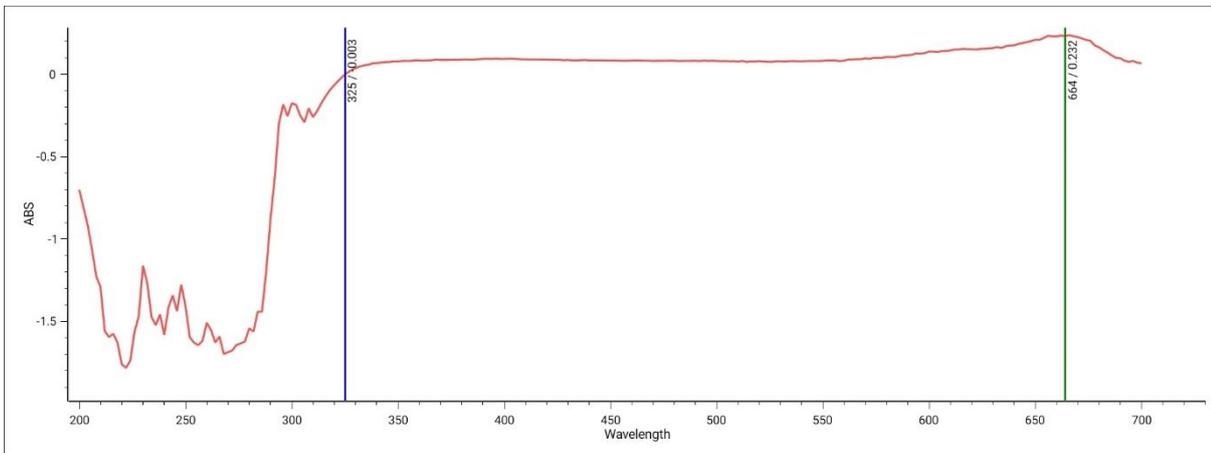
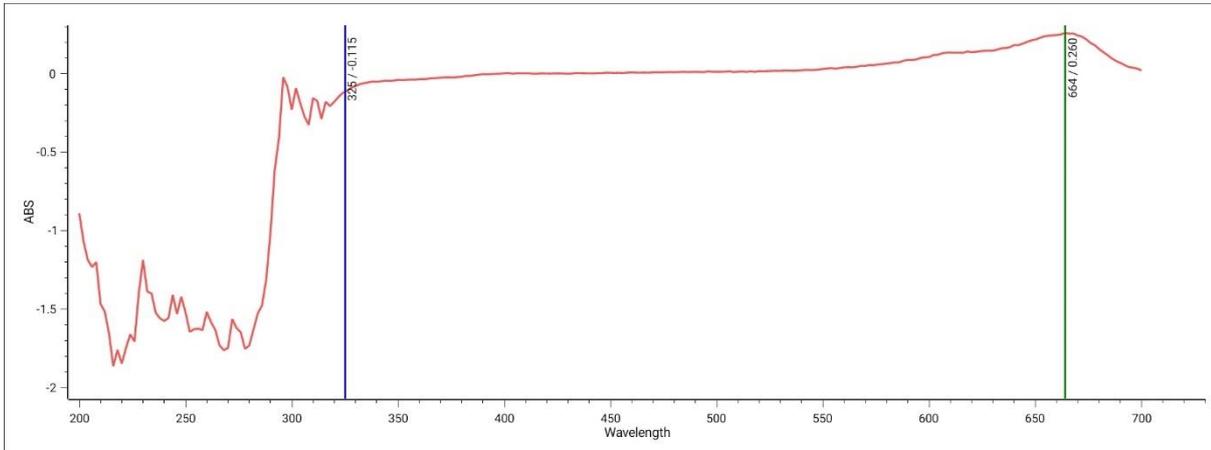
NOTES:

Powered by  
LabSpec 6 from:

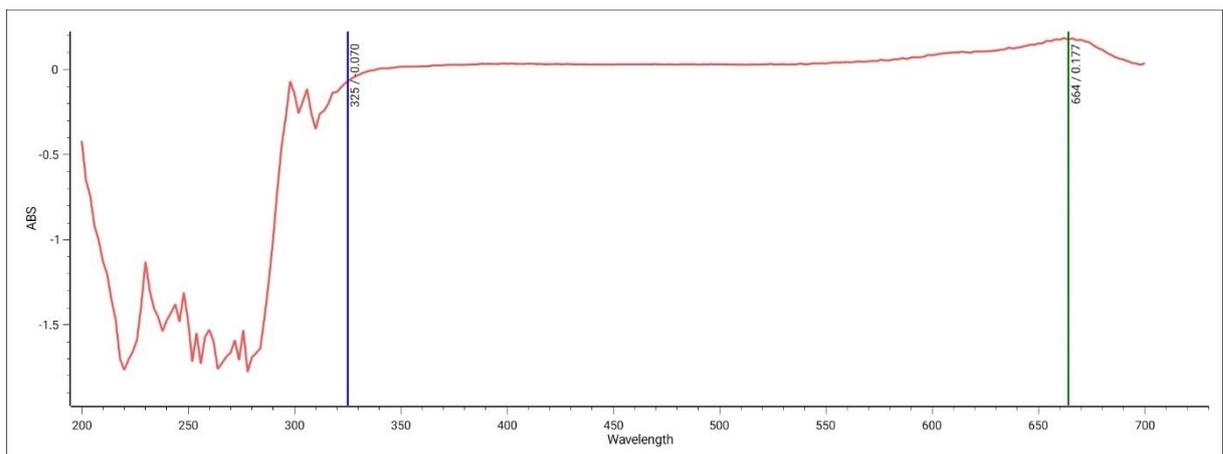
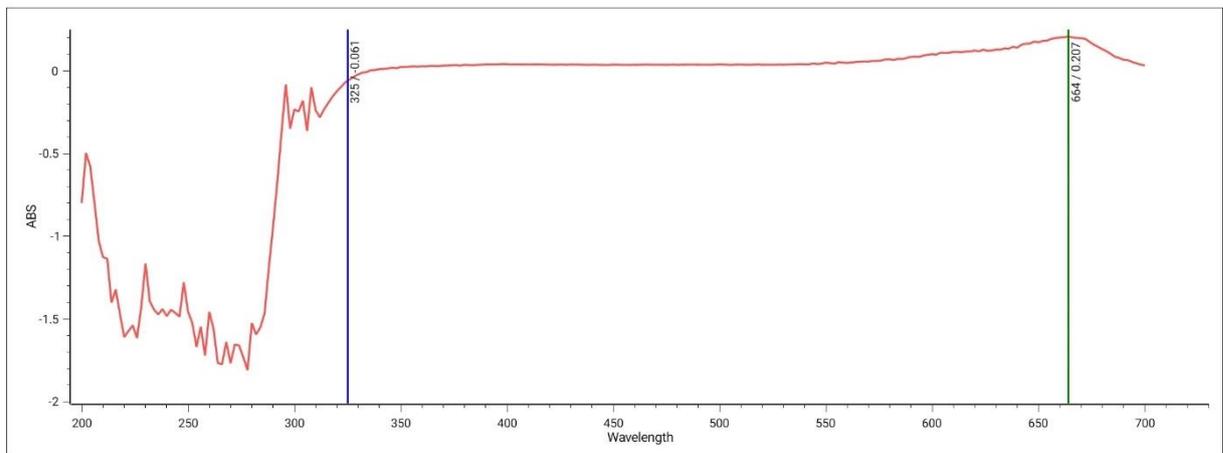
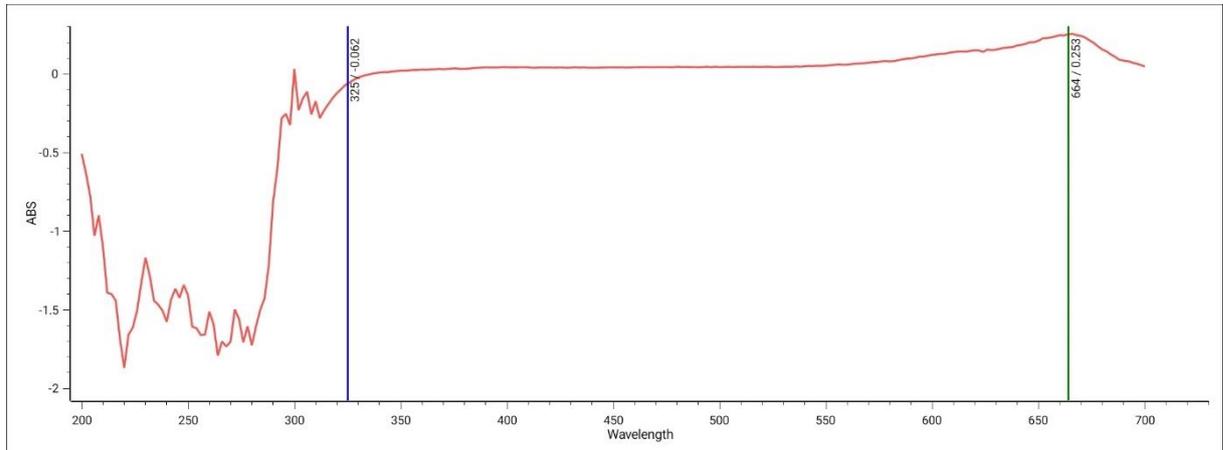


Date	11.07.2024 2...	Acq. time (s)	4	Accumulations	6	Laser (nm)	325
Spectro (cm <sup>-1</sup> )		Hole		Slit		Grating	1200
ND Filter		Objective	x10	ICS correction	Off	Range (cm <sup>-1</sup> )	

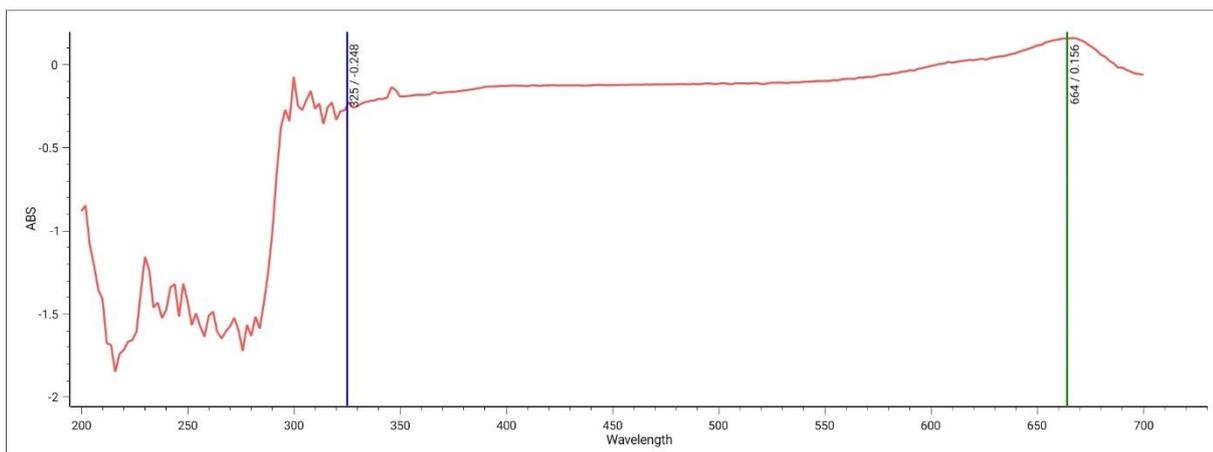
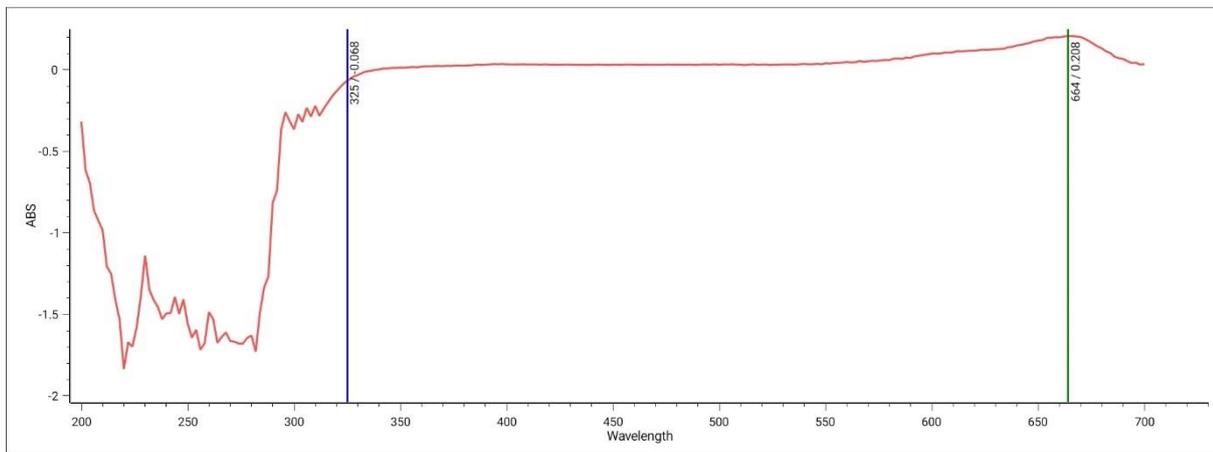
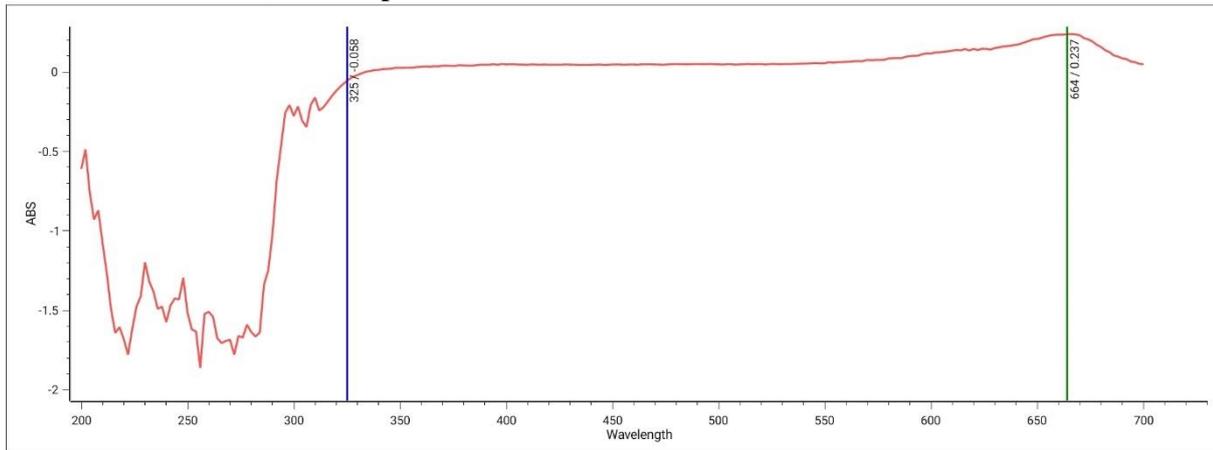
Lampiran 5: Hasil Pengujian Uv-Vis  
a. Sampel  $\text{TiO}_2$  pH 3



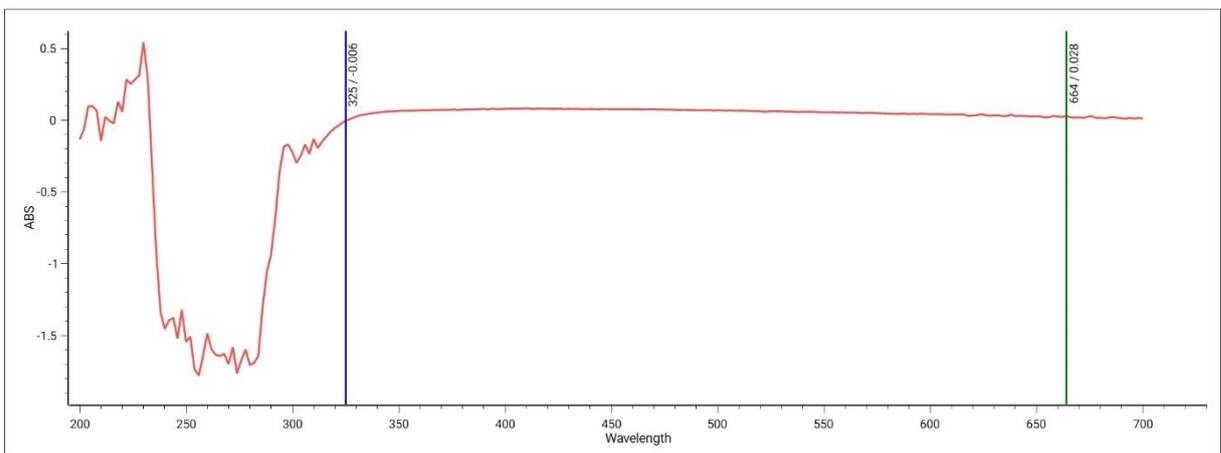
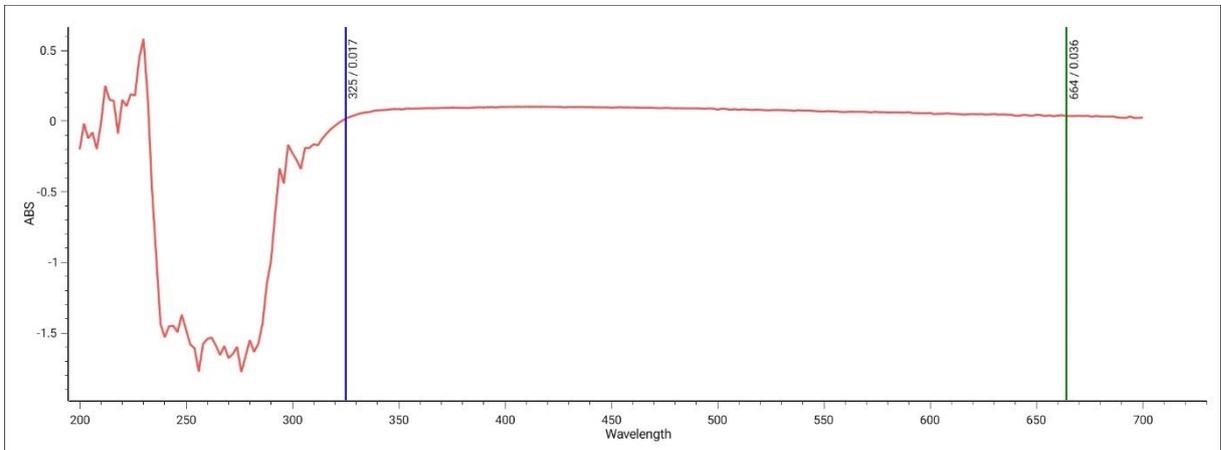
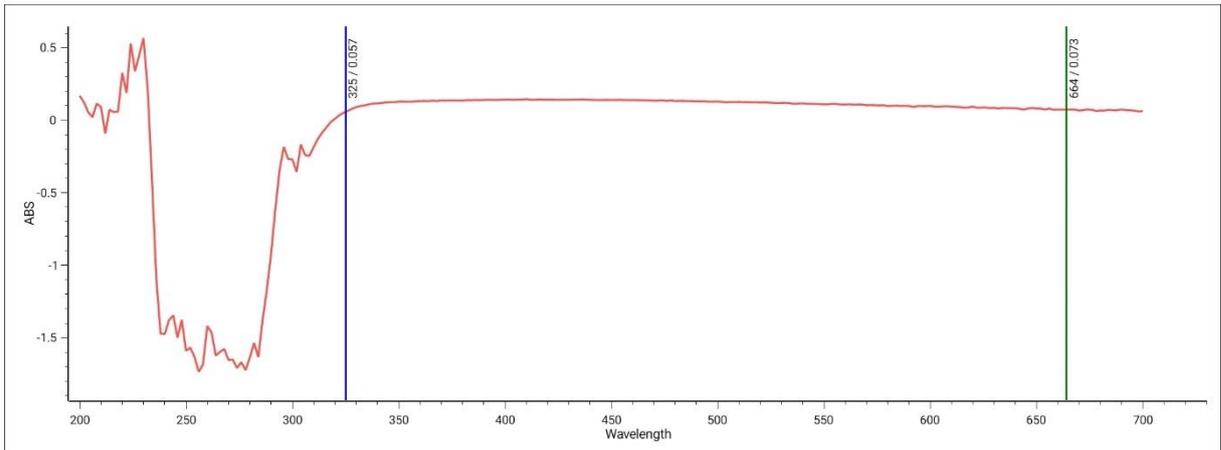
b. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 4



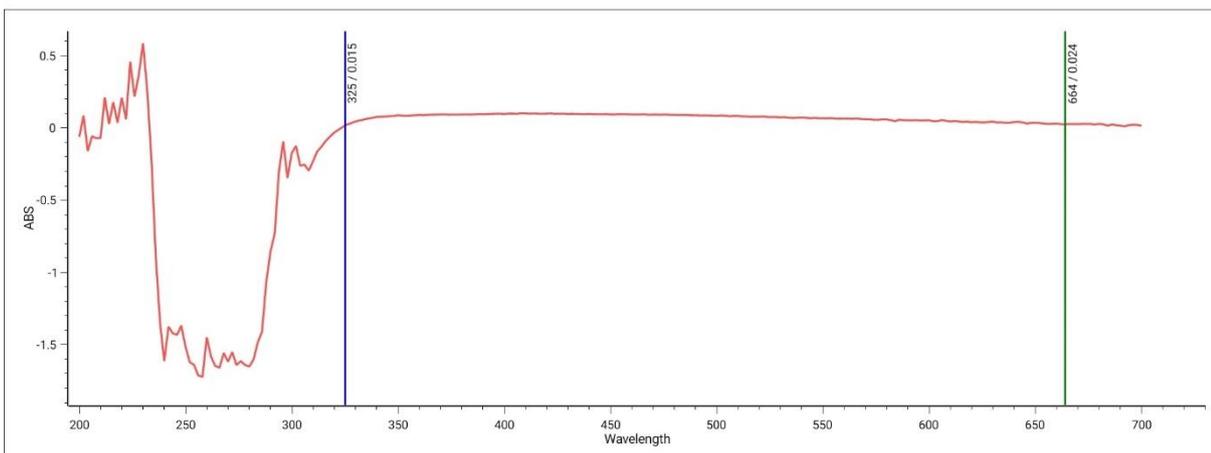
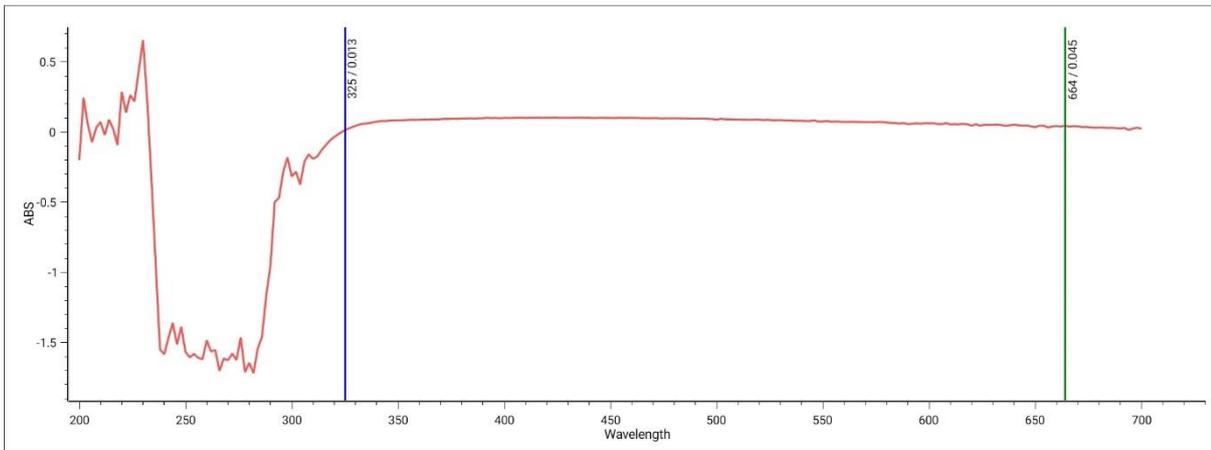
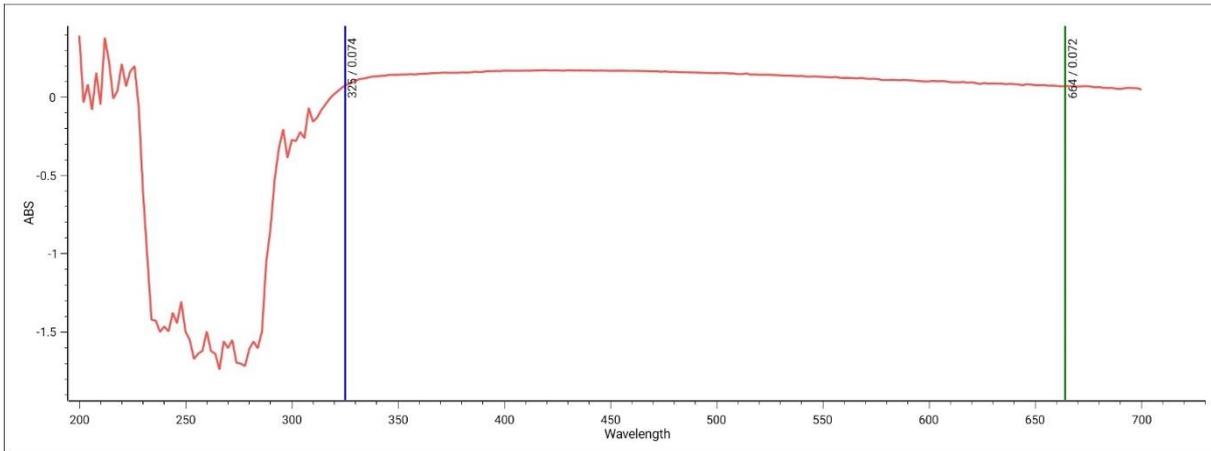
c. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 5



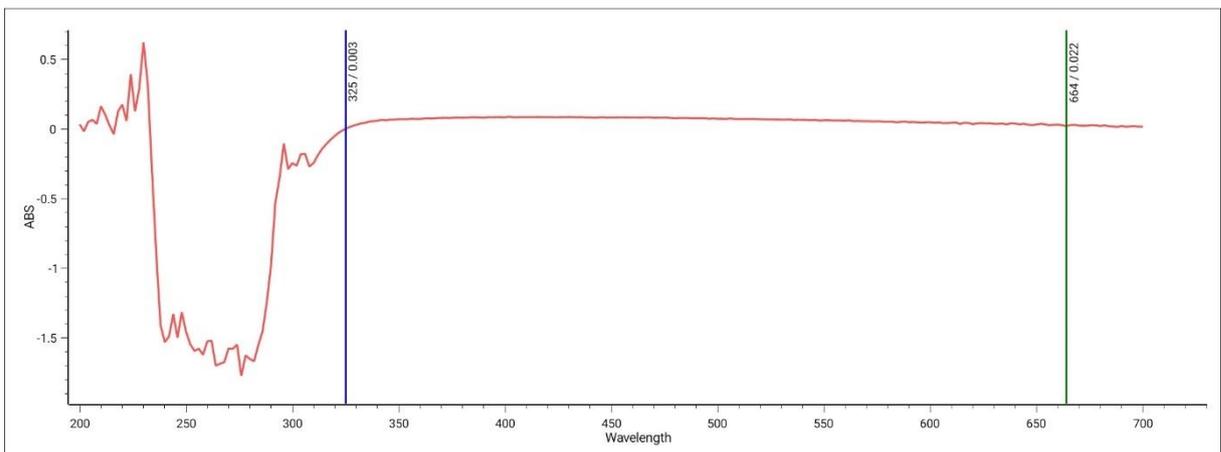
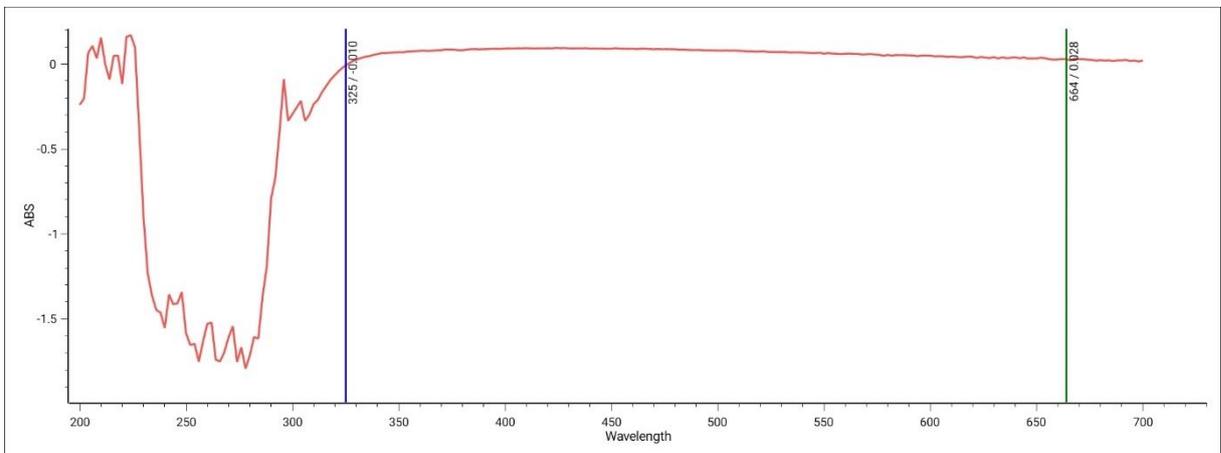
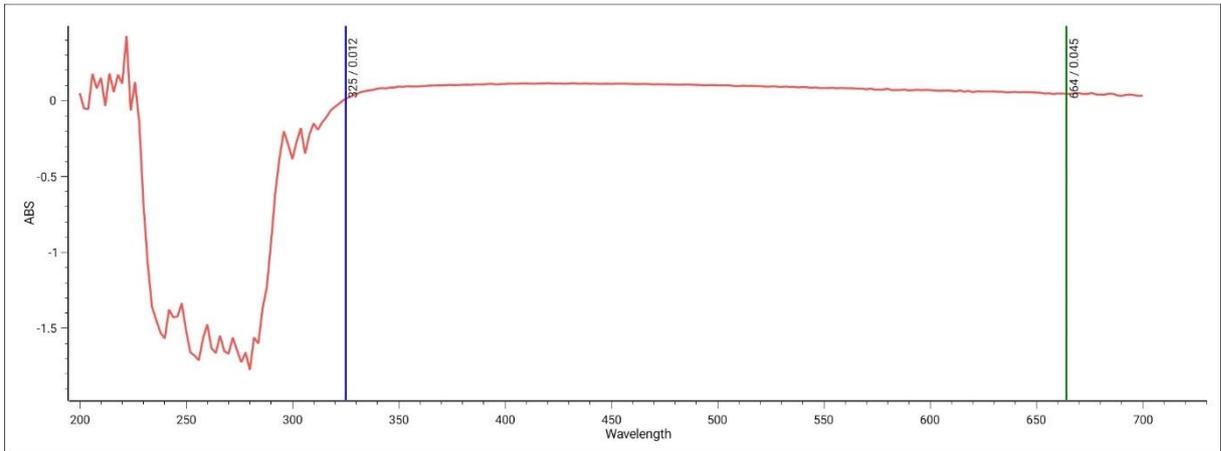
d. Sampel  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 3



e. Sampel  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 4



f. Sampel  $\text{TiO}_2/\text{GQDs}$  pH 5



Lampiran 6: Perhitungan *band gap*

a. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 3

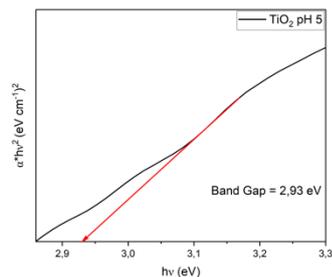
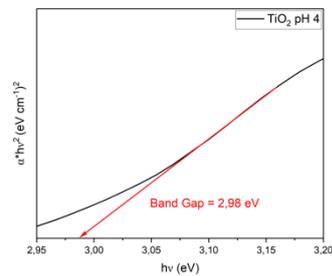
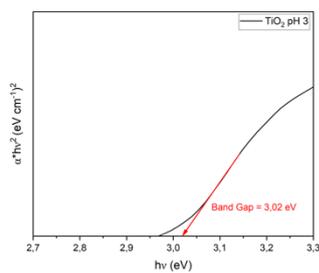
	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)
Long Name				
Units				
Comments				
F(x)=			1240/A	(2,303*
Method				
1	700	0,01786	1,77143	0,00531
2	698	0,02188	1,7765	0,00801
3	696	0,01815	1,78161	0,00555
4	694	0,02319	1,78674	0,00911
5	692	0,01593	1,79191	0,00432
6	690	0,01715	1,7971	0,00504
7	688	0,02346	1,80233	0,00948
8	686	0,02033	1,80758	0,00716
9	684	0,02745	1,81287	0,01313
10	682	0,02378	1,81818	0,00991
11	680	0,0171	1,82353	0,00516
12	678	0,0196	1,82891	0,00682
13	676	0,02163	1,83432	0,00835
14	674	0,02259	1,83976	0,00916
15	672	0,01712	1,84524	0,00529
16	670	0,01603	1,85075	0,00467
17	668	0,02247	1,85629	0,00923
18	666	0,01983	1,86186	0,00723
19	664	0,01663	1,86747	0,00512
20	662	0,02464	1,87311	0,0113
21	660	0,02236	1,87879	0,00936
22	658	0,01919	1,8845	0,00694
23	656	0,02233	1,89024	0,00945
24	654	0,02337	1,89602	0,01041
25	652	0,01899	1,90184	0,00692
26	650	0,02257	1,90769	0,00983
27	648	0,02004	1,91358	0,0078
28	646	0,02431	1,9195	0,01155

b. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 4

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)	E(Y2)
Long Name					
Units					
Comments					
F(x)=			1240/A	(2,303*B*C)^2	
Method					10 pts SG smooth of D
1	700	-0,06983	1,77143	0,08116	66,28508
2	698	-0,0761	1,7765	0,09694	66,11178
3	696	-0,07102	1,78161	0,08491	66,10059
4	694	-0,07317	1,78674	0,09065	66,25149
5	692	-0,07694	1,79191	0,10081	66,5645
6	690	-0,07244	1,7971	0,08989	67,03961
7	688	-0,07611	1,80233	0,0998	68,44722
8	686	-0,07363	1,80758	0,09395	68,87394
9	684	-0,0758	1,81287	0,10015	70,00322
10	682	-0,08058	1,81818	0,11385	70,5171
11	680	-0,07772	1,82353	0,10653	70,74166
12	678	-0,0768	1,82891	0,10464	70,8298
13	676	-0,07194	1,83432	0,09236	70,94757
14	674	-0,0657	1,83976	0,07749	71,55414
15	672	-0,07864	1,84524	0,11168	72,24087
16	670	-0,07901	1,85075	0,11341	72,14029
17	668	-0,07924	1,85629	0,11475	72,42642
18	666	-0,07416	1,86186	0,10112	73,31433
19	664	-0,07788	1,86747	0,11219	74,32554
20	662	-0,07915	1,87311	0,11658	74,85294
21	660	-0,07141	1,87879	0,09547	74,5838
22	658	-0,08214	1,8845	0,12708	74,12583
23	656	-0,07002	1,89024	0,09291	74,95013
24	654	-0,07405	1,89602	0,10455	75,87722
25	652	-0,07332	1,90184	0,10313	75,87685
26	650	-0,07337	1,90769	0,10391	76,12655
27	648	-0,07484	1,91358	0,10878	76,8586
28	646	-0,07635	1,9195	0,11392	78,1965

c. Sampel TiO<sub>2</sub> pH 5

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)
Long Name				
Units				
Comments				
F(x)=			1240/A	(2,303
Method				
1	700	-0,03275	1,77143	0,01785
2	698	-0,03281	1,7765	0,01802
3	696	-0,03086	1,78161	0,01603
4	694	-0,026	1,78674	0,01145
5	692	-0,03338	1,79191	0,01898
6	690	-0,03458	1,7971	0,02048
7	688	-0,02667	1,80233	0,01225
8	686	-0,03149	1,80758	0,01718
9	684	-0,0355	1,81287	0,02197
10	682	-0,03543	1,81818	0,02201
11	680	-0,03128	1,82353	0,01726
12	678	-0,02906	1,82891	0,01498
13	676	-0,03179	1,83432	0,01804
14	674	-0,02895	1,83976	0,01505
15	672	-0,02899	1,84524	0,01518
16	670	-0,03143	1,85075	0,01795
17	668	-0,02845	1,85629	0,01479
18	666	-0,02714	1,86186	0,01354
19	664	-0,02819	1,86747	0,0147
20	662	-0,03272	1,87311	0,01992
21	660	-0,02918	1,87879	0,01594
22	658	-0,02908	1,8845	0,01593
23	656	-0,02955	1,89024	0,01655
24	654	-0,03666	1,89602	0,02562
25	652	-0,02542	1,90184	0,0124
26	650	-0,02965	1,90769	0,01697
27	648	-0,03048	1,91358	0,01804
28	646	-0,02872	1,9195	0,01612



d. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 3

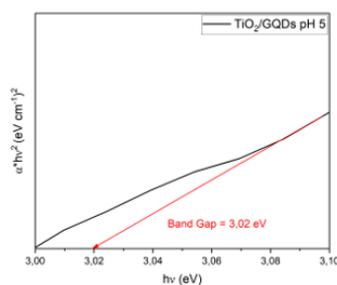
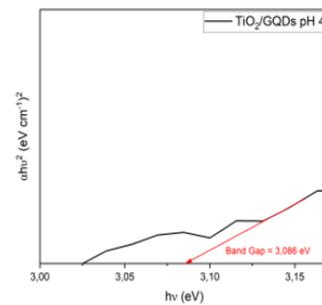
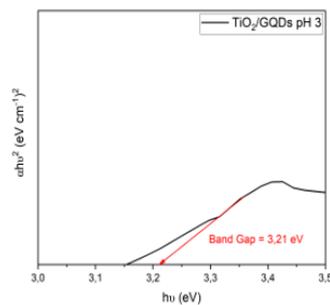
	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)
Long Name				
Units				
Comments				
F(x)=			1240/A	(2,303)
Method				
1	700	2,03058	1,77143	68,6239
2	698	1,94515	1,7765	63,33249
3	696	1,99571	1,78161	67,05137
4	694	1,9525	1,78674	64,54972
5	692	1,9733	1,79191	66,31401
6	690	1,97702	1,7971	66,95071
7	688	1,99114	1,80233	68,30586
8	686	2,00439	1,80758	69,62216
9	684	2,0153	1,81287	70,79433
10	682	1,99485	1,81818	69,77229
11	680	2,00691	1,82353	71,03448
12	678	1,98675	1,82891	70,02584
13	676	2,01497	1,83432	72,45611
14	674	1,98445	1,83976	70,6955
15	672	1,98137	1,84524	70,89635
16	670	2,00067	1,85075	72,71643
17	668	2,00626	1,85629	73,56187
18	666	2,0153	1,86186	74,67276
19	664	1,97587	1,86747	72,21241
20	662	1,96415	1,87311	71,7901
21	660	2,02839	1,87879	77,02759
22	658	2,04114	1,8845	78,47387
23	656	1,97191	1,89024	73,68817
24	654	1,96242	1,89602	73,42766
25	652	1,94875	1,90184	72,85315
26	650	1,99466	1,90769	76,79665
27	648	2,05834	1,91358	82,28401
28	646	1,97575	1,9195	76,28343

e. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 4

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)
Long Name				
Units				
Comments				
F(x)=			1240/A	(2,303
Method				
1	700	1,35945	1,77143	30,75825
2	698	1,36223	1,7765	31,06142
3	696	1,36437	1,78161	31,33842
4	694	1,36579	1,78674	31,58495
5	692	1,37599	1,79191	32,24405
6	690	1,36465	1,7971	31,89889
7	688	1,35536	1,80233	31,64927
8	686	1,3648	1,80758	32,27907
9	684	1,3643	1,81287	32,44433
10	682	1,36952	1,81818	32,88511
11	680	1,37826	1,82353	33,50239
12	678	1,36498	1,82891	33,05403
13	676	1,36815	1,83432	33,40452
14	674	1,37052	1,83976	33,71958
15	672	1,36631	1,84524	33,71252
16	670	1,38693	1,85075	34,94546
17	668	1,37635	1,85629	34,62072
18	666	1,37582	1,86186	34,80215
19	664	1,36911	1,86747	34,67143
20	662	1,37749	1,87311	35,30955
21	660	1,36685	1,87879	34,9772
22	658	1,37973	1,8845	35,85648
23	656	1,36792	1,89024	35,46051
24	654	1,37772	1,89602	36,19076
25	652	1,37252	1,90184	36,13877
26	650	1,36727	1,90769	36,08387
27	648	1,37648	1,91358	36,79773
28	646	1,3844	1,9195	37,45324

f. Sampel TiO<sub>2</sub>/GQDs pH 5

	A(X1)	B(Y1)	C(X2)	D(Y2)
Long Name				
Units				
Comments				
F(x)=			1240/A	(2,303
Method				
1	700	1,12846	1,77143	21,19374
2	698	1,13377	1,7765	21,51644
3	696	1,13588	1,78161	21,72089
4	694	1,13479	1,78674	21,80436
5	692	1,11918	1,79191	21,33138
6	690	1,13022	1,7971	21,88059
7	688	1,13774	1,80233	22,30183
8	686	1,13979	1,80758	22,51297
9	684	1,13036	1,81287	22,27166
10	682	1,13784	1,81818	22,69995
11	680	1,14004	1,82353	22,92206
12	678	1,13327	1,82891	22,78445
13	676	1,14158	1,83432	23,25683
14	674	1,14632	1,83976	23,58974
15	672	1,14041	1,84524	23,48631
16	670	1,14451	1,85075	23,79692
17	668	1,14927	1,85629	24,13918
18	666	1,15033	1,86186	24,32919
19	664	1,14169	1,86747	24,10968
20	662	1,14865	1,87311	24,55222
21	660	1,15373	1,87879	24,92021
22	658	1,14651	1,8845	24,75912
23	656	1,14507	1,89024	24,84778
24	654	1,15528	1,89602	25,4478
25	652	1,14433	1,90184	25,1211
26	650	1,14387	1,90769	25,25561
27	648	1,1508	1,91358	25,72059
28	646	1,15278	1,9195	25,96923



*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## UCAPAN TERIMA KASIH

Dalam mengerjakan laporan penelitian Tugas Akhir ini, penulis mendapatkan bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh sebab itu, penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada pihak-pihak yang telah mendukung dan membantu, diantaranya:

1. Allah SWT yang senantiasa memberikan berkat, rahmat, karunia, dan pertolongan-Nya, serta selalu menjadi tempat penulis mengadu segala keluh, kesah, dan syukur selama penyusunan Tugas Akhir ini.
2. Abi, Mama, Kakak, dan Adek yang selalu memberi dukungan agar saya bisa lulus tepat waktu dan semangat dalam mengerjakan tugas akhir ini.
3. Keluarga besar yang selalu memberi bantuan saat sedang kesusahan
4. Ibu Dr. Hariyati Purwaningsih, S.Si, M.Si. dan Ibu Vania Mitha Pratiwi, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing tugas akhir yang selalu memberikan saran dan masukan untuk membantu saya dalam menyelesaikan tugas akhir ini
5. Kawan seperjuangan lab fisika material yang selalu menemani hari-hari saya dalam mengerjakan laporan tugas akhir

Akhir kata, semoga Tugas Akhir ini dapat bermanfaat untuk pengembangan lebih lanjut dan siapapun yang membutuhkan di masa yang akan datang.

Surabaya, 29 Juli 2024  
Penulis

Awud Edo

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama Awud Edo, biasa dikenal sebagai Awud. Penulis lahir di Kota Surabaya pada tanggal 27 April 2001. Penulis telah menempuh pendidikan formal, yaitu di SD Supriyadi Semarang selama 6 tahun, SMPN 2 Semarang selama 3 tahun, dan SMA NASIMA Semarang selama 3 tahun dengan mengambil program Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (IPA). Kemudian, penulis melanjutkan studi S1 Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) pada tahun 2020 sampai sekarang. Selama berkuliah, penulis aktif menjabat sebagai *Staff of Fundraising Silver Parade IX*, *Head of Internal Affairs* pada HMMT, dan *Staff of Internal Affairs* pada HMMT. Penulis melaksanakan Kerja Praktik di PT PERTAMINA HULU SANGA-

SANGA. Pelatihan yang pernah diikuti, antara lain Pelatihan Karya Tulis Ilmiah Tingkat Dasar (PKTI TD) BEM ITS, Pelatihan Keterampilan Mahasiswa Wirausaha Tingkat Dasar (LKMW TD) HMMT FTIRS ITS, Latihan Keterampilan Manajemen Mahasiswa Pra Tingkat Dasar (LKMM Pra-TD) BEM FTIRS ITS. Untuk semua informasi dan masukan terkait penulisan Tugas Akhir ini dapat menghubungi penulis melalui email [awudedo01@gmail.com](mailto:awudedo01@gmail.com).

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*