



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
  - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
  - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar Unand.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin Unand.

# **OPTIMASI PROSES KALSINASI PADA SINTESIS KOMPOSIT TiO<sub>2</sub>/KITOSAN**

**SKRIPSI**



**RINA YULITA  
0810412051**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ANDALAS  
PADANG 2012**

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan Nama Allah Yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang.

Dan, bertasbihlah dengan memuji Rabb-mu ketika kamu bangun berdiri.  
Dan bertasbihlah kepada-Nya pada beberapa saat di malam hari  
dan diwaktu terbenam bintang-bintang (di waktu fajar)  
(QS. Ath-Thûr: 48-49)

Maka Kami telah memperkenankan doanya dan menyelamatkannya dari  
kedukaan. Dan, demikianlah Kami selamatkan orang-orang yang beriman.  
((QS. Al- Anbiyâ' :88)

*Karya kecil ini dipersembahkan untuk kedua orang tua tercinta yang sangat  
penulis sayangi...*

*(Alm H. Zuardi & Hj Yurnida)*

*Ya Allah.....*

*Telah kami lalui satu tahap dalam hidup kami  
Penuh liku, perjuangan dan pengorbanan yang tidak sedikit.  
Jika bukan karena rahmat-mu Ya Rahiman  
Kami tak akan bisa mencapainya...*

*Tak ada kata yang lebih indah untuk mengungkapkannya  
Selain kalimat Alhamdulillah rabbal alamiin...*

*Jadikan ini menjadi berkah bagi kami dan rahmatMu selalu melingkupi kami  
Jadikan Sabar dan Syukur selalu menghiasi hidup kami  
Amiin.....*



Assalamu'alaikum, wr. wb.

Alhamdulillahirobbil' alamin. Puji syukurku pada-Mu ya Allah karena atas segala nikmat dan karunia-Mu lah ku dapat menyelesaikan pendidikan sampai sarjana. Sholawat beriring salam, ku kirimkan kepada Nabi Muhammad SAW. karena atas jasa Beliau lah dunia pendidikan dapat dirasakan saat ini.

Ucapan terima kasih dari hati yang paling dalam sekaligus wujud rasa hormat kepada teristimewa almarhum Papa, H. Zuardi dan Mama tercinta Hj. Yurnida. Terima kasih atas kasih sayang, pengorbanan, kesabaran, semangat, do'a dan dukungan baik moril maupun materil yang telah diberikan selama ini. Dan tidak lupa kepada kakak tercinta Afdhal Samudera S.Kom dan Ifdil Putra, A.Md.

Terima kasih kepada Ibu Dr. Upita Septiani, MSi dan Ibu Dr. Yetria Rilda, M.S sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan waktu untuk mendengarkan semua masalah rina selama penelitian ini. Ibu dan Bapak Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan banyak ilmu dan pengetahuan.

Buat teman senasib sepenanggungan sepercuhatan yang teristimewa : Rina Handayani SSi, Chyntia Zareva S.Si dan Fitri Gusherlin yang sebentar lagi juga akan mendapatkan gelar S.Si(makasi buat smuanya my besties :\*). Untuk Restu Harly Pebriani (makasi ya kak buat bantuan dan kerja sama selama melakukan penelitian). Dan teristimewa buat seseorang yang selalu ada buat mendengarkan keluh kesah dan tawa selama peneltain dan penulisan skripsi ini :\*.

Teman-Teman labor Material dan sahabat – sahabat tercinta : Incin (mkxi y cin editan XRD ny), Ella, Mbak sep, Lia, Ai Noer, Ojan, Ice, Oji, Putri, Pendra, Rini, Rika, Rido dan untuk teman-teman angkatan 2008 Dwi, Dilla, Eno, ii, wendi, andi, aga lola, edah, Andhiko Amril Rjdhia, Nila, Yurna "na", wilda wi, ante yosi, Sandi, Iyenk, pokoknya semua teman-teman Kimia angkatan 2008. Terima kasih banyak ya buat semua canda tawa selama masa kuliah ini dan sukses untuk kita semua. ^\_^

Wassalam

Rina Yulita



## KATA PENGANTAR

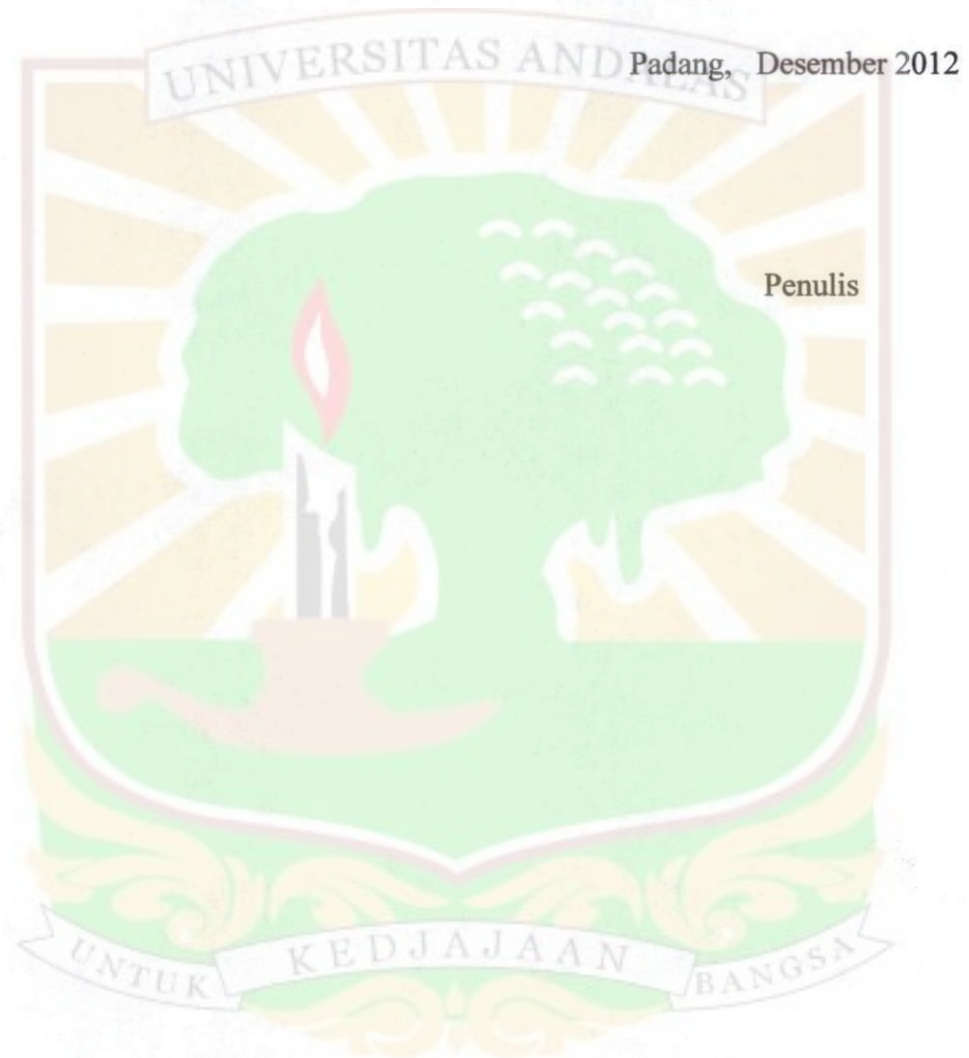
Alhamdulillah, segala puji dan syukur penulis ucapkan ke hadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi dengan judul **“Optimasi Proses Kalsinasi pada Sintesis Komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan”** sebagai syarat untuk menyelesaikan program studi Kimia pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas Padang.

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan penghargaan dan terima kasih yang setulus-tulusnya kepada :

1. Ibu Dr. Upita Septian, MSi selaku pembimbing I dan Ibu Dr. Yetria Rilda, M.S selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan petunjuk, bimbingan, dan arahan dalam pelaksanaan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Dr. Zulhadjri, M. Eng selaku Kepala Laboratorium Material Jurusan Kimia Universitas Andalas.
4. Bapak Dr. Adlis Santoni selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas Padang
5. Bapak Mai Efdi, MSc selaku Koordinator Pendidikan Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas Padang.
6. Ibu Dr. Refilda selaku dosen pembimbing akademik.
7. Bapak dan Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas yang telah memberikan ilmu dan bimbingan dalam perkuliahan.
8. Analis laboratorium dan rekan kerja di Laboratorium Material Jurusan Kimia.
9. Teman-teman kimia angkatan 2008 yang telah membantu dalam penelitian ini.
10. Orang tua, abang, kakak dan sepupu serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah bersedia membantu selama penelitian dan penulisan skripsi ini.



Akhir kata, penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun sangat penulis harapkan demi penyempurnaan skripsi ini, semoga dapat memberi manfaat bagi kita semua.





# OPTIMASI PROSES KALSINASI PADA SINTESIS KOMPOSIT TiO<sub>2</sub>/KITOSAN

Oleh  
Rina Yulita

Bidang Kimia Fakultas MIPA Universitas Andalas  
Dibimbing oleh Dr. Upita Septiani, M.Si dan Dr. Yetria Rilda, MS

## ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan dengan metoda sol gel dan dengan melakukan proses kalsinasi pada temperatur 250°C dan 300°C selama 2-5 jam. Komposit TiO<sub>2</sub>/kitosan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FTIR, TGA, XRD, SEM-EDX. Hasil FTIR menunjukkan perubahan intensitas pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm<sup>-1</sup>. Dari hasil analisis TGA memperlihatkan persen kehilangan berat berkurang dengan penambahan dopan kitosan pada suhu 300°C selama 5 jam. Pola XRD menunjukkan semakin bertambahnya suhu dan waktu intensitas dari komposit semakin meningkat. Hasil analisis SEM memperlihatkan bahwa kitosan terdoping pada permukaan TiO<sub>2</sub> yang membentuk bongkahan seperti batang yang menunjukkan kitosan terdoping pada TiO<sub>2</sub>. Sedangkan hasil analisis EDX memperlihatkan elemen penyusun dari komposit yang dihasilkan bervariasi jika suhu dan lama waktu kalsinasi divariasikan.

*Kata kunci* : optimasi, nanokomposit, kalsinasi, sol-gel, titania.



# OPTIMIZATION PROCESS OF SYNTHESIS CALCINATION

## COMPOSITE TiO<sub>2</sub>/KITOSAN

By

**Rina Yulita**

**In Chemistry Faculty of Science**

**Andalas University**

**Supervised by Dr. Upita Septiani, M.Si and Dr. Yetria Rilda, MS**

### ABSTRACT

It has been done synthesis of composite TiO<sub>2</sub>/Kitosan by the sol gel method at temperatures 250°C and 300°C for 2-5 hours. The resulting TiO<sub>2</sub>/kitosan composite characterized by FTIR, TGA, XRD, SEM-EDX. FTIR results showed changes in the intensity of the wave numbers 4000 - 400 cm<sup>-1</sup>. From the TGA analysis shows percent weight loss was reduced by the addition of dopants chitosan at temperature 300°C for 5 hours. XRD pattern shows the increasing calcination temperature and time stability of the composite increases. The results of SEM analysis showed that chitosan doped TiO<sub>2</sub> on the surface of the blocks like a rod shape. While the results of EDX analysis shows compositions of composite is vary if the temperature and duration of calcination varied.

**Keywords:** sol gel, composite, synthesis, calcination, TGA



# DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN PENGSAHAN</b> .....	i
<b>ABSTRAK</b> .....	ii
<b>ABSTRAC</b> .....	iii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	iv
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	vi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	vii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	viii
 <b>BAB 1. PENDAHULUAN</b>	
1.1. Latar Belakang .....	1
1.2. Batasan Masalah Penelitian.....	2
1.3. Tujuan Penelitian.....	2
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
 <b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Titania (TiO <sub>2</sub> ).....	4
2.2. Kitosan	
2.2.1 Proses Pembentukan.....	7
2.3. Metoda Sol Gel	
2.3.1 Pengertian Sol Gel.....	8
2.3.2 Reaksi Pada Proses Sol Gel.....	9
2.3.3 Mekanisme Proses Sol Gel.....	9
2.3.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Sol Gel.....	10
2.3.5 Kelebihan dan Kekurangan Sol Gel.....	11
2.4. Karakterisasi	
2.4.1 Fourier-Transform Infrared (FTIR).....	11
2.4.2 <i>Thermo- Gravimetric Analysis</i> (TGA) .....	13
2.4.3 <i>X-ray</i> Diffraction (XRD) .....	13

2.4.4	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive Xrays (EDX)</i> .....	15
-------	---	----

**BAB III . METODOLOGI PENELITIAN**

3.1.	Waktu dan Tempat Penelitian.....	17
3.2.	Alat dan Bahan	
	3.2.1 Alat.....	17
	3.2.2 Bahan.....	17
3.3.	Prosedur Penelitian	
	3.3.1 Sintesis Kitosan.....	17
	3.3.2 Sintesis TiO <sub>2</sub> /Kitosan.....	18

**BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

4.1.	Isolasi Kitin dan Kitosan .....	19
4.2.	Analisis FTIR Kitin dan Kitosan .....	20
4.3.	Analisa FTIR TiO <sub>2</sub> / Kitosan .....	23
4.4.	Analisa <i>Thermo- Gravimetric Analysis (TGA)</i> TiO <sub>2</sub> /Kitosan.....	26
4.5.	Analisis XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	30
4.6.	Analisis SEM-EDX ( <i>Scanning Microscopy – Energy Dispersive X-ray</i> ).....	33

**BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN**

5.1.	Kesimpulan.....	39
5.2.	Saran .....	39

<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	40
-----------------------------	----

<b>LAMPIRAN</b> .....	43
-----------------------	----



## DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Persentase hasil dari proses isolasi kitosan dari kulit udang.....	19
2. Interpretasi gugus fungsi spektra infarmerah Kitin dan Kitosan.....	22
3. Serapan gelombang gugus O-Ti-O dengan variasi suhu dan lama..... waktu kalsinasi	26



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Perhitungan jumlah penambahan <i>Raw Material</i> .....	42
2. Isolasi Kitosan Dari Kulit Udang.....	44
3. Sintesis $TiO_2$ /Kitosan.....	46
4. Pengukuran Derajat Deasetilasi .....	47
5. Gambar Gel Kering $TiO_2$ /Kitosan.....	48
6. Pengurangan Massa Gel $TiO_2$ , Kitosan dan $TiO_2$ /Kitosan berdasarkan Fungsi Temperatur.....	49
7. Pengamatan Sifat Fisik Sintesis $TiO_2$ /Kitosan.....	50
8. Bentuk Fisik dari Kitin dan Kitosan.....	51
9. Reaksi Kitosan dengan Pereaksi Van Wesslink.....	52
10. Data JCDS $TiO_2$ dan Kitosan.....	53





## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Transformasi kitin menjadi kitosan .....	6
2. Gambaran Umum Proses Sol-Gel .....	10
3. Skema Peralatan <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	12
4. Difraksi Sinar X.....	14
5. Pantulan Sinar-X oleh bidang Atom $S_1 S_1$ dan $S_2 S_2$ terpisah pada jarak $d$ .....	15
6. Skema peralatan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	16
7. Spektrum FT-IR kitin kitosan 3x deasetilasi kitosan komersil.....	20
8. Spektrum FTIR $TiO_2$ , Kitosan, dan $TiO_2$ /Kitosan.....	24
9. Kurva TGA Kitosan.....	27
10. Kurva TGA $TiO_2$ /Kitosan 10% dan 20%.....	28
11. Kurva Gel $TiO_2$ , Kitosan Komersil, dan $TiO_2$ /Kitosan.....	29
12. Pola XRD $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Suhu Kalsinasi.....	31
13. Pola XRD $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Waktu Kalsinasi.....	32
14. Analisis SEM $TiO_2$ .....	33
15. Analisis SEM $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Suhu Kalsinasi.....	34
16. Analisis SEM $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Waktu Kalsinasi.....	35
17. Analisis EDX $TiO_2$ .....	36
18. Analisis EDX $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Suhu Kalsinasi.....	36
19. Analisis EDX $TiO_2$ /Kitosan dengan Variasi Waktu Kalsinasi.....	37

# BAB I. PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Komposit merupakan suatu gabungan dua material atau lebih yang tetap terpisah dan berbeda dalam level makroskopik selagi membentuk komponen tunggal dan terdiri dari dua atau lebih bahan dimana sifat masing-masing bahan berbeda satu sama lainnya baik itu sifat kimia maupun fisika. Modifikasi bisa dilakukan antara senyawa semikonduktor dan senyawa organik <sup>[1]</sup>.

Senyawa titania telah menjadi pusat perhatian dari beberapa peneliti karena beberapa keunggulan yang dimilikinya seperti band gap yang besar ( 3,0- 3,2 eV), foto reaktif, stabil, non toksik dan lebih efektif jika diaplikasikan sebagai katalis alternatif untuk mendegradasi polutan organik baik didalam air maupun udara. Senyawa titania lebih reaktif jika menyerap sinar UV – dekat pada daerah transmisi sinar dengan panjang gelombang 365 – 385 nm <sup>[2]</sup>. Penambahan senyawa non logam (S dan N) ternyata dapat memperlebar pita serapan TiO<sub>2</sub> ke daerah tampak, penggunaan doping oksida logam seperti (ZnFe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) juga dapat meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> untuk mendegradasi pencemar di dalam limbah <sup>[3,4]</sup>, sedangkan doping senyawa organik belum banyak dilakukan, oleh karena itu perlu dikembangkan di dalam proses memodifikasikan titania (TiO<sub>2</sub>) dengan salah satu senyawa organik yaitu kitosan.

Senyawa kitosan merupakan senyawa biopolimer alam bersifat ramah lingkungan, mudah terbiodegradasi serta tidak beracun dan berpotensi sebagai pengabsorpsi logam atau pencemar, karena kitosan mempunyai sifat absorpsi besar dengan adanya gugus spesifik amina dan hidroksi. Selain itu, kitosan juga mempunyai keunggulan yaitu gugus fungsi yang unik sehingga mudah berikatan dengan TiO<sub>2</sub>, stabil terhadap panas, dan bersifat sebagai penghilang zat warna. Kitosan dapat diisolasi dari limbah udang melalui tahap-tahap proses yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi <sup>[5]</sup>

Mengingat kedua senyawa baik kitosan maupun TiO<sub>2</sub> masing-masingnya mempunyai keunggulan maka dalam penelitian ini dilakukan modifikasi TiO<sub>2</sub> dengan penambahan kitosan sebagai dopan. Pemilihan kitosan sebagai senyawa dopan didasarkan karena kitosan mudah diperoleh dari isolasi limbah udang,



mempunyai gugus fungsi yang unik sehingga mudah berikatan dengan molekul  $\text{TiO}_2$ <sup>[6,7]</sup>. Modifikasi  $\text{TiO}_2$  dengan kitosan dalam penelitian ini dimaksudkan agar material-material tersebut menjadi suatu senyawa komposit yang stabil dengan performan yang baik untuk nantinya diaplikasikan.

Berdasarkan uraian diatas maka didalam penelitian ini dilakukan sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan penambahan kitosan sebagai dopan melalui proses sol-gel dan dilanjutkan karakterisasi dari  $\text{TiO}_2$ /kitosan dengan TGA, XRD, SEM - EDX. Parameter kondisi proses yang dioptimasi pada penelitian ini adalah variasi suhu dan waktu kalsinasi. Selain itu penelitian ini juga bertitik tolak pada penelitian sebelumnya dimana dilakukan pada suhu kalsinasi  $\geq 400^\circ\text{C}$  dengan waktu kalsinasi yang sama. Maka pada penelitian ini dilakukan optimasi proses kalsinasi dengan melakukan variasi waktu kalsinasi pada suhu  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$ .

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan yaitu:

1. Apakah proses kalsinasi pada temperatur  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$  dapat mempertahankan kestabilan komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan.
2. Apakah kalsinasi pada waktu bervariasi dapat meningkatkan kestabilan produk komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan.

## 1.3 Tujuan

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari kestabilan komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dapat dipertahankan pada temperatur kalsinasi  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$ .
2. Mengetahui kesempurnaan sintesis komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan yang dihasilkan pada proses kalsinasi pada waktu yang bervariasi.

#### 1.4 Manfaat

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat menjadi informasi untuk memodifikasi titania sebagai katalis berkualitas tinggi dan berpotensi luas untuk diaplikasikan sebagai penghilang zat warna pada limbah industri tekstil.





## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 TITANIA (TiO<sub>2</sub>)

Titania (TiO<sub>2</sub>) merupakan suatu bahan semikonduktor yang telah banyak digunakan pada berbagai aplikasi antara lain sel surya, fotokatalis, sensor biologis dan kimia, produk kesehatan hingga pigmentasi cat (Kong dkk, 2007). TiO<sub>2</sub> menjadi pilihan dalam banyak aplikasi fotokimia dan fitoelektrokimia karena tidak beracun, tidak mudah mengalami korosi, fotoreaktif, dan merupakan material biokompatibel<sup>[8,9]</sup>. Titanium dioksida yang merupakan fotokatalis sangat efektif dalam mengurai berbagai kontaminan bahan pencemar di lingkungan<sup>[10]</sup> karena aktifitas fotokatalitiknya cukup tinggi, stabil secara kimia, ramah lingkungan dan lebih ekonomis.

Titania mempunyai tiga bentuk kristalin yaitu anatase dengan struktur kristal tetragonal, brookite dengan struktur kristal orthorombik dan rutil dengan struktur kristal tetragonal. Fase rutil lebih stabil dengan  $E_g = 3,0$  eV meskipun demikian, TiO<sub>2</sub> struktur anatase lebih banyak dipilih karena memiliki aktifitas fotokatalitik tinggi terkait dengan nilai band gapnya yang lebih besar ( $E_g = 3,2$  eV) dari pada rutil. Energi gap besar mempengaruhi umur katalis dan mobilitas elektron dari TiO<sub>2</sub>. Struktur kristal brookite sulit untuk dipreparasi dalam skala laboratorium karena bersifat metastabil<sup>[11]</sup>.

Titania merupakan senyawa semikonduktor dan dapat bersifat fotokatalisis bila mengadsorpsi cahaya yang berenergi sama atau lebih besar dari energi celah pita maka akan terjadi fotoeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dalam semikonduktor tersebut<sup>[12]</sup>. Untuk menghambat rekombinasi elektron-hole maka peran doping sangat diperlukan, sehingga umur katalis akan berlangsung lebih lama<sup>[13]</sup>. TiO<sub>2</sub> adalah semikonduktor tipe-n dan merupakan katalis pendukung yang aktif, memiliki stabilitas termal yang tinggi dan kekuatan mekanik yang sangat baik<sup>[14]</sup>.

Fotokatalis titania merupakan zat pengoksidasi yang sangat kuat bila disinari dengan cahaya UV dengan panjang gelombang  $\lambda$  (365-385) nm, TiO<sub>2</sub> anatase jika dikenai suatu sinar UV dengan  $\lambda < 385$  nm dan TiO<sub>2</sub> rutil pada



$\lambda = 405 \text{ nm}$ . Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang disinari dengan UV akan mengalami generasi elektron pada pita konduksi dan membentuk hole ( $\text{h}^+$ ) pada pita valensi. Interaksi hole dengan molekul air akan menghasilkan radikal hidroksil (OH). Radikal (OH) merupakan zat pengoksidasi dari senyawa organik. Kemudian elektron akan bereaksi dengan oksigen dari larutan membentuk anion ( $\text{O}_2^-$ ) yang bersifat oksidator kuat sedangkan hole akan mengoksidasi anion hidroksida yang terlarut menjadi radikal hidroksil dengan energi yang besar akan mengubah polutan organik menjadi termineralisasi<sup>[11]</sup>.

Studi intensif yang sedang dikembangkan pada saat ini adalah bagaimana memodifikasi  $\text{TiO}_2$  agar terjadi peningkatan aktifitas fotokatalitiknya serta memperlebar daerah serapan ke daerah tampak, sehingga dapat memanfaatkan sumber energi<sup>[15]</sup>. Oleh karena itu beberapa ahli melakukan sintesis modifikasi terhadap  $\text{TiO}_2$  diantaranya dengan penambahan dopan berupa senyawa organik. Penelitian fotokatalisis  $\text{TiO}_2$  dikembangkan secara luas untuk menguji kemampuannya dalam proses penghilangan zat warna pada limbah cair industri dengan cara mengadsorpsinya<sup>[16]</sup>.

Buket Arik pada tahun 2011 melaporkan, kitosan berbasis titania dan sol silika yang disiapkan pada suhu rendah membentuk lapisan sebagai penghilang zat warna yang bisa dipakai berulang-ulang dan tahan lama. Penggunaan doping kitosan pada titania membawa manfaat ekologi karena merupakan hasil isolasi dari cangkang udang dan semua komponen merupakan bahan alam dan tidak berbahaya<sup>[17]</sup>.

## 2.2 KITOSAN

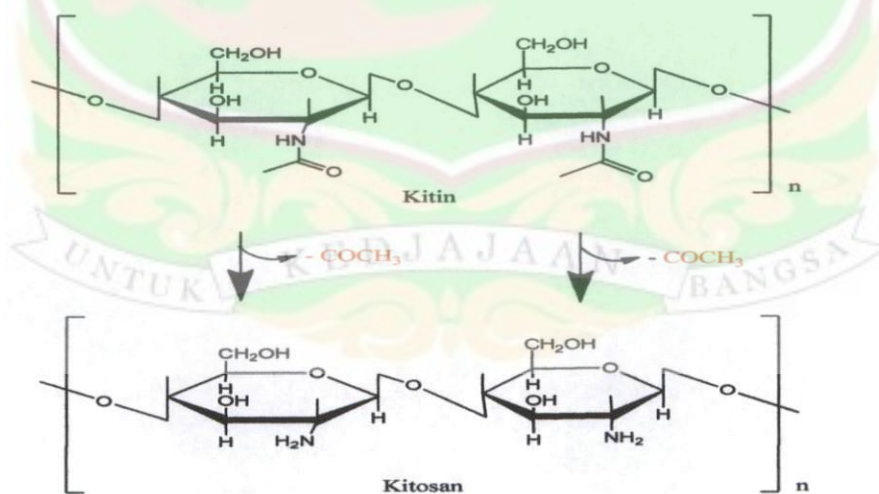
Kitosan lebih dikenal dengan nama kitin terdeasetilasi. Kitosan merupakan turunan biopolimer dari kitin. Senyawa kitin merupakan polimer dari N-asetil-D-glukosamin yang merupakan komponen utama dinding sel jamur, serta eksoskeleton hewan intervertebrata laut seperti udang (*crustaceae*), kepiting, udang lobster, dan tulang punggung cumi-cumi. Transformasi kitin menjadi kitosan dapat dilakukan dengan dengan penambahan larutan basa 50% dimana dengan perlakuan tersebut gugus asetil yang ada pada kitin dapat terdeasetilasi menjadi gugus amino. Kitin merupakan senyawa polisakarida yang bercabang,



salah satu turunan kitin adalah kitosan yang lebih dikenal dengan nama kitin terdeasetilasi<sup>[18]</sup>.

Kitosan berbentuk padatan berupa bubuk berwarna putih. Kitosan kering tidak mempunyai titik lebur. Bila kitosan disimpan dalam jangka waktu yang relatif lama pada suhu sekitar 100° F maka sifat kelarutannya serta viskositasnya akan berubah. Bila kitosan disimpan lama dalam keadaan terbuka maka akan terjadi dekomposisi, warnanya akan berubah kekuningan dan viskositas larutan menjadi berkurang<sup>[18]</sup>. Kitin dan kitosan memiliki kelarutan yang berbeda. Kitin tidak larut dalam pelarut biasa dikarenakan oleh gugus asetil dengan ikatan hidrogen antar molekulnya. Kitin biasanya hanya larut dalam pelarut khusus seperti heksafloroaseton dan N, N-dimetilasetamida (DMAc) yang mengandung 5% - 8% LiCl. Sedangkan kitosan tidak larut dalam air, larut dalam asam organik lemah. Kitosan tidak beracun, mudah mengalami biodegradasi dan bersifat polielektrolitik<sup>[19]</sup>.

Kitosan merupakan turunan dari kitin yang telah melepaskan gugus asetilnya, dan aktivitas kitosan juga lebih besar dari pada kitin serta lebih aplikatif dalam berbagai bidang. Gambaran reaksi pelepasan gugus asetil pada kitin sehingga menjadi kitosan dapat diamati pada gambar 1 berikut :



**Gambar 1.** Transformasi kitin menjadi kitosan

Kitosan mempunyai gugus fungsi hidroksil dan amin sehingga mudah berikatan dengan senyawa lain. Dalam aplikasinya Kitosan dapat dimanfaatkan di berbagai

bidang biokimia, obat-obatan atau farmakologi, pangan dan gizi, pertanian, mikrobiologi, penanganan air limbah, industri-industri kertas, tekstil membran atau film, kosmetik dan lain sebagainya<sup>[20]</sup>.

Kitosan memiliki sifat unik yang dapat digunakan dalam berbagai cara serta memiliki kegunaan yang beragam, antara lain sebagai bahan perekat, aditif untuk kertas dan tekstil, penjernih air minum, serta untuk mempercepat penyembuhan luka, dan memperbaiki sifat pengikatan warna. Kitosan merupakan pengkelat yang kuat untuk ion logam transisi. Kitosan merupakan suatu biopolimer alam yang reaktif yang dapat melakukan perubahan-perubahan kimia. Karena ini banyak turunan kitosan dapat dibuat dengan mudah. Keunikan lainnya kitosan sebagai adsorben karena selain memiliki gugus hidroksi juga memiliki gugus amino yang menyebabkan kitosan mempunyai reaktivitas yang tinggi untuk berikatan dengan zat warna<sup>[18,20]</sup>.

Kitosan dapat juga digunakan dalam penjernihan air sebagai bagian dari proses penyaringan. Kitosan menyebabkan partikel sedimen berikatan bersama dengan baik dan selanjutnya terangkat selama penyaringan dalam pasir. Kitosan mampu mengangkat mineral-mineral berat dan minyak-minyak dalam air<sup>[20]</sup>.

### **2.2.1 Proses Pembentukan Kitosan**

Kitosan yang terdapat pada kulit atau cangkang udang masih terikat dengan protein,  $\text{CaCO}_3$ , pigmen, dan lemak. Teknik untuk pemisahannya dilakukan melalui tiga tahapan yaitu demineralisasi dengan HCl encer, deproteinisasi dengan NaOH dan selanjutnya deasetilasi kitin menggunakan NaOH pekat<sup>[20]</sup>.

#### **a. Deproteinasi**

Proses deproteinisasi adalah proses penghilangan protein pada bubuk udang dengan menggunakan berbagai pereaksi seperti  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaHCO}_3$ , KOH,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{S}$ ,  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , dan NaOH yang lebih banyak digunakan.

#### **b. Demineralisasi**

Proses demineralisasi merupakan proses untuk menghilangkan mineral-mineral dalam serbuk cangkang udang yang sebagian besar merupakan garam-garam Calcium (Ca) seperti kalsium karbonat dan kalsium fosfat. Reaksi demineralisasi dalam pelarut asam adalah sebagai berikut :





### c. Deasetilasi

Proses deasetilasi kimiawi dilakukan untuk menghilangkan gugus asetil kitin melalui pemanasan dalam larutan alkali konsentrasi tinggi. Hwang dan Shin (2000) menggunakan larutan NaOH 40% dalam proses deasetilasi kitin, pada suhu 70°C selama 6 jam yang menghasilkan kitosan dengan derajat deasetilasi 92%.

## 2.3 METODA SOL-GEL

### 2.3.1 Pengertian Sol-Gel

Metoda sol gel merupakan suatu metode yang digunakan untuk pembentukan senyawa-senyawa anorganik melalui suatu reaksi kimia pada temperatur yang relatif rendah <sup>[21]</sup>. Selain itu, metoda sol gel merupakan metoda yang mudah dan telah banyak digunakan dalam sintesis senyawa organik maupun senyawa anorganik, bahan optik, dan bahan mesoporus. Metoda sol gel didasarkan pada reaksi hidrolisis dan polikondensasi dari alkoksida logam M (OR) <sub>x</sub>, dimana M = Si, Ti, Sn, Al, Mo, V, W, Ce dan sebagainya. Pada saat sintesis metoda sol gel dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti struktur, konsentrasi reaktan, pelarut, katalis dan suhu saat reaksi terjadi. <sup>[22]</sup>.

Metoda sol-gel berdasarkan jenis prekursor yang digunakan ada dua metoda yaitu metoda alkoksida dan metoda koloid. Metoda alkoksida yaitu metoda sol-gel yang menggunakan logam alkoksida sebagai prekursor, sedangkan untuk metoda koloid yaitu metoda sol-gel yang menggunakan selain alkoksida sebagai prekursor seperti nitrat, karboksilat, etil asetonat dan klorida <sup>[23]</sup>. Prekursor yang banyak digunakan adalah titanium alkoksida Ti(OR)<sub>4</sub>. Titanium alkoksida, Ti(OR)<sub>4</sub> adalah senyawa logam-organik yang merupakan logam alkoksida yang telah banyak dipelajari untuk preparasi gelas dan gel monolitik <sup>[24]</sup>.

Titanium isopropoksida (TIP) merupakan salah satu senyawa titanium alkoksida dengan rumus molekul TiC<sub>12</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>. Nama lain dari senyawa ini adalah isopropyl titanat (IV), titanium tetraisopropoksida, isopropyl ortotitanat, tetraisopropoksititanium, tetraisopropoksi orto titanat, titanium isopropilat, atau yzor TPT. Senyawa ini memiliki titik leleh 18-20°C, titik didih 232°C, dan density

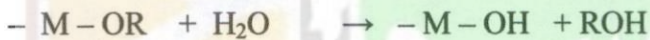


0,971 g/ml<sup>[24]</sup>. Sifat lain dari senyawa ini mudah terhidrolisis dan bila kontak dengan udara dapat membuat senyawa mudah terkondensasi.

### 2.3.2 Reaksi pada Proses Sol Gel

Proses sol-gel mengalami proses hidrolisis dan kondensasi dari prekursor dan senyawa alkoksida. Alkoksida menyediakan sumber monomer “anorganik” yang cocok, yang biasanya larut dalam berbagai jenis pelarut, khususnya alkohol. Alkohol memungkinkan penambahan air yang cocok untuk memulai reaksi (X Yang, 2008). Metode sol-gel diketahui dapat meningkatkan dispersi nanopartikel pada matrik organik <sup>[25]</sup>. Keuntungan lain dari prekursor alkoksida adalah kecepatan hidrolisis dan kondensasi dengan bahan-bahan kimia yaitu dengan menggunakan alkoksida sebagai prekursor (X. Yang, 2008)<sup>[26]</sup>. Adapun mekanisme reaksi pada proses hidrolisis dan kondensasi biasanya disederhanakan dengan reaksi berikut :

Hidrolisis logam alkoksida



Kondensasi



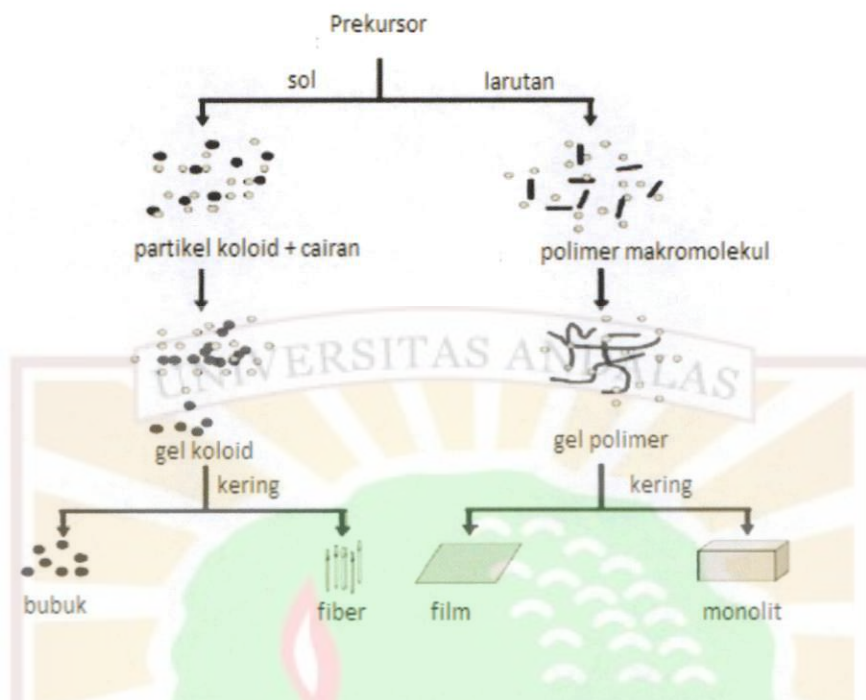
### 2.3.3 Mekanisme Proses Sol-Gel

Teknik sol-gel adalah teknik kimia basah untuk pembuatan bahan (biasanya logam oksida) mulai dari larutan kimia yang bereaksi untuk menghasilkan partikel koloid *nanosized* (sol) yang bertindak sebagai prekursor. Jenis prekursor adalah logam alkoksida dan logam yang mengalami reaksi hidrolisis dan polikondensasi.

Proses sol gel bisa merupakan proses pembentukan jaringan oksida melalui reaksi polikondensasi molekul prekursor dalam media cair. Selain itu proses sol gel juga bisa dikatakan sebagai proses pembentukan material melalui sol, pembentukan gel (*gelation*) dari sol dan diakhiri dengan pelepasan pelarut <sup>[26]</sup>.







**Gambar 2.** Gambaran Umum Proses Sol-Gel

### 2.3.4 Faktor-Faktor yang Mempengaruhi Proses Sol-Gel

Dalam proses sol-gel, ada beberapa faktor yang berpengaruh dalam menghasilkan produk yang diinginkan, yaitu <sup>[26]</sup>:

#### a. Senyawa prekursor

Persyaratan umum dari prekursor yang digunakan adalah harus dapat larut dalam media reaksi dan harus cukup reaktif dalam pembentukan gel. Mackenzie menyimpulkan bahwa perbedaan senyawa alkoksida yang digunakan sebagai prekursor dalam proses sol-gel akan memberikan perbedaan yang jelas pada densitas, ukuran pori, dan luas permukaan gel. Senyawa prekursor akan mengalami hidrolisis dan kondensasi.

#### b. Katalis

Penggunaan katalis menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna. Katalis yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah asam anorganik seperti HCl, HNO<sub>3</sub>, dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Di samping itu, asam organik juga dapat digunakan sebagai katalis seperti asam asetat atau pembentukan gel dan sifat fisik gel. Namun demikian, katalis tidak diperlukan dalam reaksi kondensasi.

### **c. Pelarut**

Pada tahap awal pelarut digunakan untuk menghomogenkan campuran bahan dasar dan air karena sifat kepolarannya berbeda. Pelarut ini berfungsi untuk menghalangi pemisahan fasa cair-cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel adalah alkohol, karena alkohol mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada temperatur kamar.

### **d. Temperatur**

Temperatur dalam proses sol-gel akan mempengaruhi kecepatan pembentukan gel. Proses sol-gel yang telah dilakukan pada temperatur yang lebih tinggi dari temperatur kamar menyebabkan laju hidrolisis akan menjadi cepat dan juga menyebabkan gel cepat terbentuk.

### **2.3.5 Kelebihan dan Kekurangan Sol-Gel**

Proses sol-gel mempunyai beberapa kelebihan seperti dapat menghasilkan kaca bermutu tinggi, kehomogenan yang lebih baik, kemurnian yang tinggi, suhu relatif rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil, mengurangi pencemaran udara. Disamping mempunyai kelebihan, proses sol gel juga mempunyai beberapa kelemahan. Akan tetapi, kelemahan ini bukanlah suatu penghambat untuk terus melakukan penelitian dengan metode sol-gel<sup>[26]</sup>.

Walaupun proses sol-gel mudah dilakukan, terdapat beberapa permasalahan dalam menghasilkan produk akhir. Salah satunya yaitu sukar untuk mendapatkan produk yang bebas dari pecahan saat proses pengeringan. Hal ini disebabkan karena struktur intekritinya. Proses pengeringan yang terlalu cepat akan menghasilkan produk akhir dalam bentuk serbuk atau serpihan<sup>[26]</sup>.

## **2.4 KARAKTERISASI**

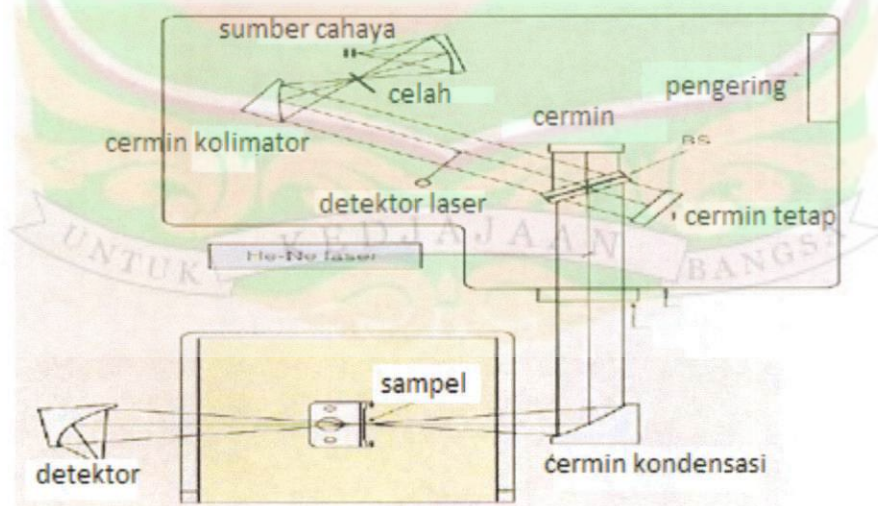
### **2.4.1 Fourier-Transform Infrared (FTIR)**

FTIR umumnya digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada suatu senyawa, terutama senyawa organik. Setiap serapan pada panjang gelombang tertentu menggambarkan adanya suatu gugus fungsi spesifik<sup>[27]</sup>.



Prinsip kerja instrumen ini adalah mengukur energi inframerah yang diserap oleh ikatan kimia pada frekuensi atau panjang gelombang tertentu. Energi radiasi tersebut bervariasi dalam jarak tertentu dan responnya diplot dalam suatu fungsi radiasi energi. Walaupun energi radiasi tersebut bervariasi, dengan transformasi fourier, sample yang diradiasi bisa dinyatakan dalam dalam satu pulsa tunggal. Struktur dasar suatu senyawa dapat ditentukan berdasarkan letak absorpsi inframerahnya. FTIR dapat digunakan untuk mengetahui gugus pada suatu senyawa organik maupun senyawa polimer. FTIR dapat membedakan gugus OH yang berasal dari alkohol dan karboksilat [27].

Secara umum, bagian pokok dari spektrofotometer inframerah adalah sumber cahaya inframerah, monokromator dan detektor. Sumber radiasi yang sering digunakan adalah bahan yang sukar mencair, *Nernst glower* dan *Globar*. *Nernst glower* merupakan tabung hampa dari Zirkonium dan Yttrium oksid yang dipanaskan dan mempunyai suhu operasi antara 750 hingga 1200°C. *Nernst glower* lebih baik dibandingkan *Globar*, tetapi karena suhu operasinya lebih tinggi maka waktu hidupnya lebih pendek, sedangkan *globar* tidak dapat dioperasikan pada suhu-suhu yang lebih tinggi sehingga tidak mengurangi waktu hidupnya karena sifatnya yang mudah teroksidasi [28].



**Gambar 3.** Skema Peralatan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) [27].



#### 2.4.2 Thermo- Gravimetric Analysis (TGA)

Analisa Thermogravimetric (TGA) adalah suatu teknik analitik untuk menentukan stabilitas termal suatu material dan fraksi komponen *volatile* dengan menghitung perubahan berat yang dihubungkan dengan perubahan temperatur. Seperti analisis ketepatan yang tinggi pada tiga pengukuran: berat, temperatur, dan perubahan temperatur. Suatu kurva hilangnya berat dapat digunakan untuk mengetahui titik hilangnya berat.

TGA biasanya digunakan riset dan pengujian untuk menentukan karakteristik material seperti polymer, untuk menentukan penurunan temperatur, kandungan material yang diserap, komponen anorganik dan organik di dalam material, dekomposisi bahan yang mudah meledak, dan residu bahan pelarut. TGA juga sering digunakan untuk kinetika korosi pada oksidasi temperatur tinggi.

Pengukuran TGA dilakukan diudara atau pada atmosfer yang inert, seperti Helium atau Argon, dan berat yang dihasilkan sebagai fungsi dari kenaikan temperatur. Pengukuran dapat juga dilakukan pada atmosfer oksigen (1-5% O<sub>2</sub> di dalam N<sub>2</sub> atau He) untuk melambatkan oksidasi<sup>[29]</sup>.

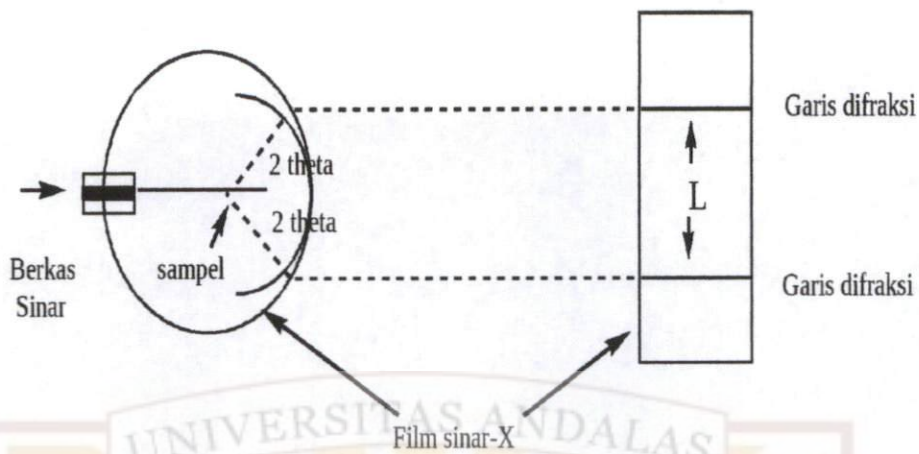
#### 2.4.3 X-ray Diffraction (XRD)

Metode difraksi sinar-X merupakan metode yang paling luas digunakan dalam identifikasi struktur kristal. Kelebihan dari metode ini adalah bersifat tidak merusak sampel sehingga sampel tersebut masih dapat digunakan untuk analisis yang lain. Syarat suatu sampel dapat dianalisis menggunakan metode ini adalah sifat sampel yang bukan amorf atau nonkristalin. Dalam bidang kimia, difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengidentifikasi struktur zat padat yang belum diketahui (Kim, 1999)<sup>[8]</sup>.

Prinsip dasar penggunaan sinar-X pada analisis bahan adalah susunan sistemik atom-atom atau ion-ion dalam bidang kristal. Setiap spesies mineral memiliki susunan atom yang spesifik berupa atom penciri yang dapat mendifraksi sinar-X dan menghasilkan pola-pola yang khas (Kim, 1999). Pola difraksi ini digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi spesies mineral. Secara umum prinsip dasar penggunaan difraksi sinar-X dapat diamati pada Gambar 5.







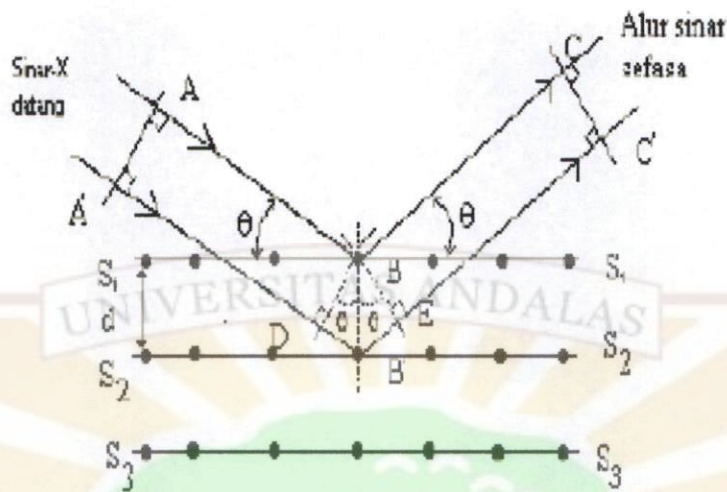
Gambar 4. Difraksi Sinar-X

Sinar-X dihasilkan dalam suatu tabung sinar-X oleh elektron-elektron yang bergerak cepat ke suatu target logam. Atom-atom yang mengalami eksitasi dalam target tersebut memancarkan radiasi dengan panjang gelombang antara 0,01 dan 100 Å. Untuk memperoleh suatu difraksi, harus terjadi penguatan pada sinar-X yang terpencarkan tersebut pada suatu arah tertentu. Penguatan sinar-X yang terpencarkan menjadi kuantitatif hanya jika hukum *Bragg* dipatuhi. *Bragg* menyatakan bahwa setiap berkas sinar akan terdifraksi mengikuti persamaan 1.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta ; n = 1, 2, \dots \dots \dots 1$$

dimana  $d$  adalah jarak antar bidang atom dalam bidang kristal,  $\lambda$  adalah panjang gelombang,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang kristal, dan  $n$  adalah tingkat difraksi<sup>[8]</sup>.

Jarak kisi yang sebenarnya untuk bidang dasar (001) adalah  $d_{(001)}$  atau  $d_{(hkl)}$ . Hukum *Bragg* menduga bahwa semua bidang-bidang dalam suatu kristal memantulkan sinar-X, apabila kristal dimiringkan dengan sudut tertentu terhadap berkas sinar datang. Berdasarkan gambar 5 dapat diketahui bahwa berkas sinar datang A'B'C' telah melintasi beberapa bilangan integral dari panjang gelombang ( $n\lambda$ ) lebih jauh dari pada berkas sinar datang ABC. Difraksi dari bidang-bidang atom berjarak sama yang berurutan menghasilkan difraksi maksimum. Apabila difraksi ini diterima oleh film fotografi, akan dihasilkan suatu seri titik atau garis (pita). Posisi dari garis-garis tersebut berhubungan langsung dengan jarak  $d$ <sup>[8]</sup>.



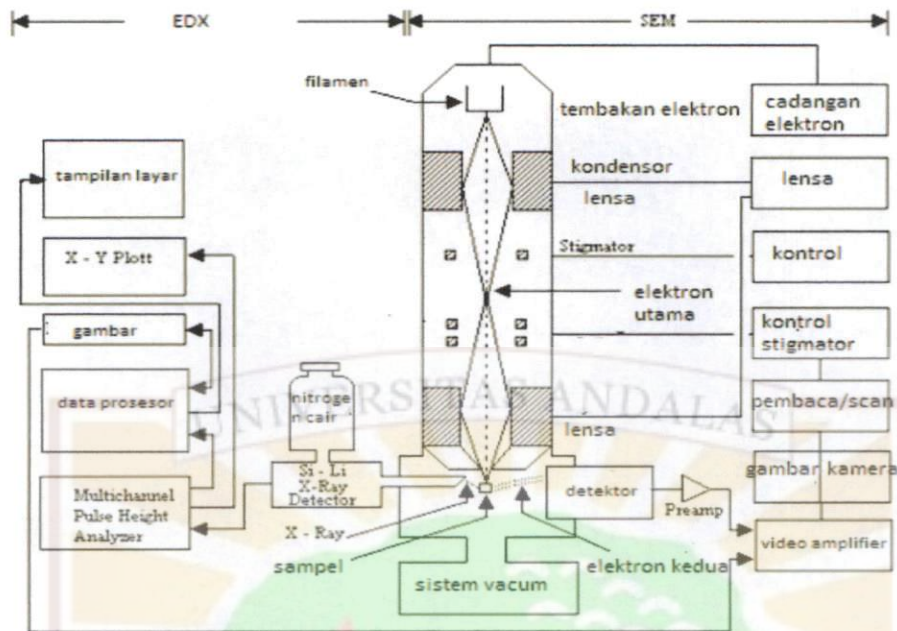
**Gambar 5.** Pantulan Sinar-X oleh bidang Atom  $S_1 S_1$  dan  $S_2 S_2$  terpisah pada Jarak  $d$  <sup>[8]</sup>.

Nilai  $d_{(001)}/n$ , yang disebut jarak kisi, dapat diukur dari hasil analisis difraksi sinar-X. Jika  $n = 1$ , maka jarak  $d_{(001)}/1$  menunjukkan jarak difraksi tingkat pertama. Jika  $n = 2$ ,  $d_{(001)}/2$  menunjukkan jarak difraksi tingkat kedua. Rangkaian dari nilai  $d/n$  yang diperoleh, bersama dengan intensitas puncak kurva difraksi sinar-X merupakan penciri bagi identifikasi spesies mineral (Kim, 1999) <sup>[8]</sup>.

#### 2.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM) – Energy Dispersive Xrays (EDX)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Sumber elektron difokuskan pada suatu noda kecil dengan diameter  $50-100^{\circ}$  A pada permukaan sampel. Bentuk permukaan yang berbeda akan menghasilkan pantulan elektron yang berbeda pula. Elektron itulah yang akan diperlihatkan pada layar recorder<sup>[30]</sup>.





**Gambar 6.** Skema peralatan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Dengan SEM dapat pula dilihat mikrostruktur dan kehomogenan dari gel yang terbentuk. Keunggulan adalah tingkat perbesaran yang sangat tinggi (300.000 kali) <sup>[30]</sup>.

Selanjutnya analisa EDX merupakan analisa dengan menembakkan sinar X di suatu titik pada sampel. Akibat dari penembakan itu maka terjadi pemancaran berkas sinar X. Pemancaran sinar X tersebut membawa karakteristik atom yang ditembak oleh sinar X tadi. Energi sinar X yang dipancarkan itu ditangkap oleh detector dan dihasilkan sinyal-sinyal sebagai gambaran kandungan unsur yang terdapat pada sampel <sup>[31]</sup>.

## **BAB III.**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Material Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas mulai dari bulan Februari 2012 sampai dengan Juli 2012. Pengukuran FT-IR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas. Pengukuran TGA dilakukan di Laboratorium Kualitas Semen Padang. Pengukuran XRD dilakukan di Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Bandung. Penelitian SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Geologi Kuarter (BPGL) Bandung.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas piala, gelas ukur, erlenmeyer, spatula, petridish, batang pengaduk, labu ukur, pipet tetes, kertas saring, pH meter, *magnetic stirrer*, timbangan. Instrumen yang digunakan adalah oven, furnace, FTIR (JASCO FT-IR 460 plus), TGA (Leco TGA 701), XRD (Shimidzu XRD 7000 dengan sumber target CuK  $\alpha$ ), dan SEM – EDX (JEOL JSM-6360LA)

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bubuk udang, kitosan komersil, Natrium Hidroksida, Asam Klorida, Asam Asetat (Merck), Aquadest, Titanium Iso Propoksida (Aldrich 97%) , Dietanol Amin (Merck) dan Isopropanol (Merck).

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1 Sintesis Kitosan**

Bahan baku yang digunakan adalah kulit udang kering yang berasal dari limbah udang. Bahan baku tersebut dihancurkan hingga menjadi serbuk. Kemudian dilakukan proses deproteinasi. Proses ini dilakukan pada suhu 70°C selama 2 jam, dengan menggunakan larutan NaOH 3,5 % dengan perbandingan serbuk udang dengan NaOH = 1 : 10 (gr serbuk/ml NaOH ), dimana 100 gr serbuk udang dilarutkan dalam 1000 ml NaOH dan dilakukan bertahap sebanyak 5 kali sambil



diaduk konstan selama 120 menit. Kemudian disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquades sampai pH netral.

Proses ini dilanjutkan dengan proses demineralisasi pada suhu 70°C dengan menggunakan larutan HCl 1 N dengan perbandingan sampel dengan larutan HCl = 1 : 10 (gr serbuk/ml HCl) sambil diaduk konstan selama 240 menit. Kemudian disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan menggunakan aquadest sampai pH netral. Hasil dari proses ini disebut kitin. Kitin kemudian dilarutkan dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 50 % pada suhu 100 °C sambil diaduk konstan selama 60 menit pada proses deasetilasi. Hasil yang berupa *slurry* disaring, lalu dicuci dengan aquades sampai pH netral lalu dikeringkan maka hasil yang diperoleh ini disebut Kitosan. Proses deasetilasi dilakukan sebanyak 1 kali dan 3 kali, kemudian dilakukan pengujian dengan FTIR pada hasil kitosan 1 kali deasetilasi dan kitosan 3 kali deasetilasi, sebagai pembandingan digunakan kitosan komersil dari IPB (Institut Pertanian Bogor).

### 3.3.2 Sintesis TiO<sub>2</sub>/Kitosan

Dibuat larutan kitosan dengan cara melarutkan kitosan kedalam asam asetat 2 %. Kemudian dibuat komposisi kitosan sebagai dopan pada TiO<sub>2</sub> dengan perbandingan kitosan 20 % terhadap TiO<sub>2</sub>.

Larutan kitosan yang telah dilarutkan dalam asam asetat 2 % (larutan A), distirrer dan dihomogenkan selama 15 menit. Kemudian dibuat larutan DEA 1 M dan isopropanol dengan jumlah tertentu, distirrer dan dihomogenkan selama 5 menit pada temperatur kamar, ditambahkan TIP 0,5 M, distirrer dan dihomogenkan selama 15 menit pada temperatur kamar (Larutan B). Larutan A dan B dicampurkan, dihomogenkan selama 2 jam untuk membentuk volume total larutan A dan B sebanyak 50 ml. Dilakukan pembentukan gel pada suhu 110 °C selama 4 jam dan dilanjutkan karakterisasi dengan TGA. Gel selanjutnya dikalsinasi pada temperatur 250 °C dan 300 °C untuk memperoleh *powder* TiO<sub>2</sub>/Kitosan, dengan variasi waktu kalsinasi selama 2,3,4,5 jam dan didapatkan *powder* TiO<sub>2</sub>/kitosan. Kemudian *powder* TiO<sub>2</sub>/Kitosan dikarakterisasi dengan XRD dan SEM – EDX.



## BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Isolasi Kitin dan Kitosan

Isolasi kitin dan kitosan dari cangkang udang melalui beberapa tahapan proses yaitu proses deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi. Persen Hasil yang diperoleh dari proses deproteinasi adalah 86,00% dari 500 g bubuk udang. Selanjutnya pada proses demineralisasi diperoleh persen hasil 27,24 % dari hasil deproteinasi. Dan tahapan terakhir yaitu deasetilasi, pada penelitian ini deasetilasi dilakukan sebanyak 3x pengulangan. Persen hasil yang diperoleh dari proses deasetilasi adalah 15,13 %. Jadi dari 500 g bubuk udang diperoleh 75,65 g kitosan dengan persentase 15,13%.

**Tabel 1.** Persentase Persen Hasil pada isolasi Kitosan dari Bubuk Udang

Material	Proses	Persen Hasil	Warna
Serbuk udang	Deproteinasi	86.00 %	Coklat muda
Kitin	Demineralisasi	27.24 %	Coklat muda
Kitosan	Deasetilasi	15.13 %	Putih Kekuningan

Dari tabel 1 memperlihatkan bahwa pada proses isolasi kitosan dari serbuk udang, terjadi pengurangan massa dari jumlah serbuk udang 500 gram menjadi 75.65 gram yang membuktikan terjadinya penghilangan protein, mineral dan gugus asetil, hal ini dapat terjadi selama proses isolasi dan dapat diperkuat dengan FT-IR.

Derajat deasetilasi sangat penting untuk menentukan karakteristik dari kitosan yang akan mempengaruhi kelarutan. Deasetilasi ditentukan berdasarkan karakter spektra IR kitosan yang dihasilkan dengan cara menentukan derajat deasetilasinya (DD). Derajat Deasetilasi kitosan diukur berdasarkan Hukum Lambert Beer dari hasil spektrum FTIR pada bilangan gelombang  $1654,8 \text{ cm}^{-1}$  dan pada bilangan gelombang  $3386,8 \text{ cm}^{-1}$ . Kitosan dengan 1x deasetilasi yang diperoleh dalam penelitian ini memiliki DD 64,09 % dan kitosan 3x deasetilasi memiliki DD 68,33 %. Sebagai pembandingan pada penelitian ini digunakan kitosan komersil dimana DDnya adalah sebesar 96,27 %. Kitosan dengan derajat



deasetilasi besar mempunyai kelarutan yang besar dalam asam asetat. Kelarutan kitosan komersil lebih larut sempurna dibandingkan dengan kitosan isolasi sendiri, disebabkan karena teknik pengerjaan yang berbeda dan pengotor-pengotor yang terdapat pada kitosan hasil isolasi lebih banyak dibandingkan kitosan komersil. Atas dasar pertimbangan ini, maka untuk tahap sintesis  $TiO_2$ /Kitosan digunakan kitosan Komersil karena memiliki derajat deasetilasi yang tinggi dan memiliki daya kelarutan yang baik dalam asam asetat.

#### 4.2 Analisis FTIR Kitin dan Kitosan

Secara umum spektrum IR kitin dan kitosan memiliki serapan yang hampir sama pada daerah serapan tertentu, perbedaan terdapat pada intensitas dan pergeseran serapan diantara spektra kitin dan kitosan. Serapan dan gugus fungsi yang terdapat pada kitin dan kitosan disajikan pada tabel 2.



**Gambar 7.** Spektrum FT-IR (a) kitin (b) kitosan 3x deasetilasi (c) kitosan komersil.

Gambar 7 menunjukkan serapan yg hampir sama pada serapan gelombang  $1600\text{ cm}^{-1}$  sampai  $1100\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan keberadaan C=O stretching, N-H bending, C-H bending dan amida. Gambar 7 juga menunjukkan bahwa terdapat



perubahan puncak serapan kitin dipreparasi menjadi kitosan dan sebagai pembanding dilakukan analisis FTIR dari kitosan komersil. Puncak serapan yang membedakan anatara kitin dan kitosan salah satunya adalah intensitas puncak pada bilangan gelombang  $1654,8 \text{ cm}^{-1}$  yang terdapat pada spektra kitin dan spektra kitosan. Bilangan gelombang ini menunjukkan keberadaan gugus  $\text{C}=\text{O}$ . Hal ini menunjukkan banyaknya gugus asetil ( $\text{COOCH}_3$ ) yang putus dari cincin amida.

Pada spektra infra merah kitin hasil isolasi dari cangkang udang ditampilkan pada gambar 7 (a) memperlihatkan serapan yang mencolok pada bilangan gelombang  $2361,41 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi dari  $\text{C}-\text{N}$  yang tidak dimiliki oleh kitosan 3x deasetilasi (gambar 7 b). Hal ini menunjukkan gugus  $\text{C}-\text{N}$  putus pada senyawa kitin dan tidak muncul pada senyawa kitosan 3x deasetilasi. Dari spektrum terlihat puncak pada bilangan gelombang  $3441,35 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi dari  $\text{OH}$  intermolekuler. Pita serapan pada bilangan gelombang  $1630,52 \text{ cm}^{-1}$  merupakan akibat dari vibrasi  $\text{NH}$  amida primer.

Hasil spektrum dari kitosan ditunjukkan pada gambar 7(b) menunjukkan serapan pada bilangan gelombang  $3444.24 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan daerah  $\text{OH}$  dan air. Adanya serapan pada bilangan gelombang  $1658,48 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1377,89 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah puncak untuk gugus  $\text{N}-\text{H}$  dari gugus amina dan gugus  $\text{C}-\text{H}$  pada  $\text{CH}_3$ . Ini menandakan bahwa gugus asetil pada kitin pada gambar 7(a) mengalami dekomposisi namun tidak terlalu terlihat perbedaannya ini mengindikasikan bahwa isolasi belum berhasil menghasilkan kitosan. Hal ini kemungkinan disebabkan pada preses deproteinasi penghilangan protein yang tidak sempurna. Pada spektrum FTIR ini kita juga dapat menentukan kadar deasetilasi (DD) dengan metoda *base line* dimana DD dari kitosan 3x deasetilasi ini adalah 68.33 % (lampiran 4).

Perbedaan terlihat pada spektrum kitosan Komersil yang digunakan sebagai pembanding. Spektrum ditunjukkan pada gambar 7(c) dimana memperlihatkan pita serapan ( $\text{OH}$ ) pada bilangan gelombang  $3446,17 \text{ cm}^{-1}$ , ( $-\text{CH}_2$  stretching) pada  $2922,59 \text{ cm}^{-1}$ , gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) pada  $1646,91 \text{ cm}^{-1}$ , ( $-\text{CH}_2$  bonding) pada  $1384,64 \text{ cm}^{-1}$  dan serapan ( $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ -stretching) pada  $1036,55 \text{ cm}^{-1}$ . Adanya perbedaan spektrum antara kitosan Komersil dan kitosan isolasi yang



dapat dilihat pada serapan  $1650\text{ cm}^{-1}$  dengan serapan yang semakin melebar pada kitosan komersil yang mengindikasikan proses deasetilasi berhasil dilakukan dan diasumsikan adanya perbedaan metoda pada isolasi yang dipakai pada saat pembentukan kitosan. Kemungkinan metoda enzimatik digunakan dalam isolasi kitosan komersil karena metoda enzimatik dapat meningkatkan kesempurnaan deasetilasi. Terdeteksinya gugus karbonil dan amida pada spektrum mengindikasikan bahwa senyawa tersebut kitosan. Dan diperkuat dengan kadar deasetilasi dari kitosan komersil adalah 96,27%.

**Tabel 2.** Interpretasi gugus fungsi spektra inframerah Kitin dan Kitosan

No	Kitin	Kitosan 3 kali deasetilasi	Kitosan komersil	Interpretasi Gugus Fungsional
1	-	-	3836.68	
2	3782.69	-	3738.33	
3	3441.35	3450.03	3446.17	- OH
4	<b>2926.45</b>	2884.02	<b>2922.59</b>	Vibrasi rentangan - CH (metilen)
5	-	1658.48	1646.91	- NH amida
6	<b>1571.7</b>	<b>1563.02</b>	-	Vibrasi tekuk - NH - amida
7	-	<b>1423.21</b>	-	Vibrasi - NH amina
8	1376.93	1378.85	1384.64	Metal (- CH <sub>3</sub> )
9	1316.18	1317.14	-	Vibrasi tekuk - CH <sub>2</sub>
10	1257.36	1258.32	-	Vibrasi metal - CH <sub>3</sub>
11	1156.12	1156.12	-	Vibrasi rentangan - CO -
12	1024.12	1025.94	1036.55	Vibrasi -CN - amina

Tabel 2 memperlihatkan interpretasi gugus fungsi kitin dan kitosan. Pada serapan sekitar  $1658\text{ cm}^{-1}$  merupakan keberadaan -NH amida yang mengindikasikan bahwa kitosan 3x deasetilasi dan komersil mengandung unsur -NH yang tidak dimiliki oleh kitin. Hal ini membuktikan bahwa terjadinya proses deasetilasi.

Derajat deasetilasi sangat penting untuk menentukan karakteristik dari kitosan yang akan mempengaruhi untuk aplikasi produk. Waktu dan suhu selama proses deasetilasi juga berpengaruh terhadap hasil akhir. Maka pada penelitian ini dipilih suhu kalsinasi yaitu suhu  $250^{\circ}\text{C}$  dan  $350^{\circ}\text{C}$  dengan lama waktu 2, 3, 4, dan 5 jam. Suhu kalsinasi ini dipilih karena bertitik tolak pada penelitian sebelumnya



dimana pada suhu  $\geq 400^{\circ}\text{C}$  komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan kurang stabil, tetapi dari hasil analisa struktur kitosan tidak terdoping secara utuh tetapi berupa fragmen-fragmen kitosan yang terdoping ke dalam molekul  $\text{TiO}_2$ .

Selain itu pengujian terhadap kitosan juga bisa dilakukan dengan menggunakan pereaksi. Pendeteksian kitosan dilakukan dengan reaksi warna Van Wesslink, dimana direaksikan dengan larutan  $\text{I}_2$ -KI akan memberikan warna coklat (Marganov,2003). Untuk kitosan 1x deasetilasi, kitosan 3x deasetilasi yang diisolasi sendiri dan kitosan komersil dimana direaksikan dengan larutan  $\text{I}_2$ -KI memberikan warna coklat berarti dapat disimpulkan kitosan yang diisolasi sendiri dan kitosan komersil positif kitosan.

#### 4.3 Analisa FTIR $\text{TiO}_2$ / Kitosan

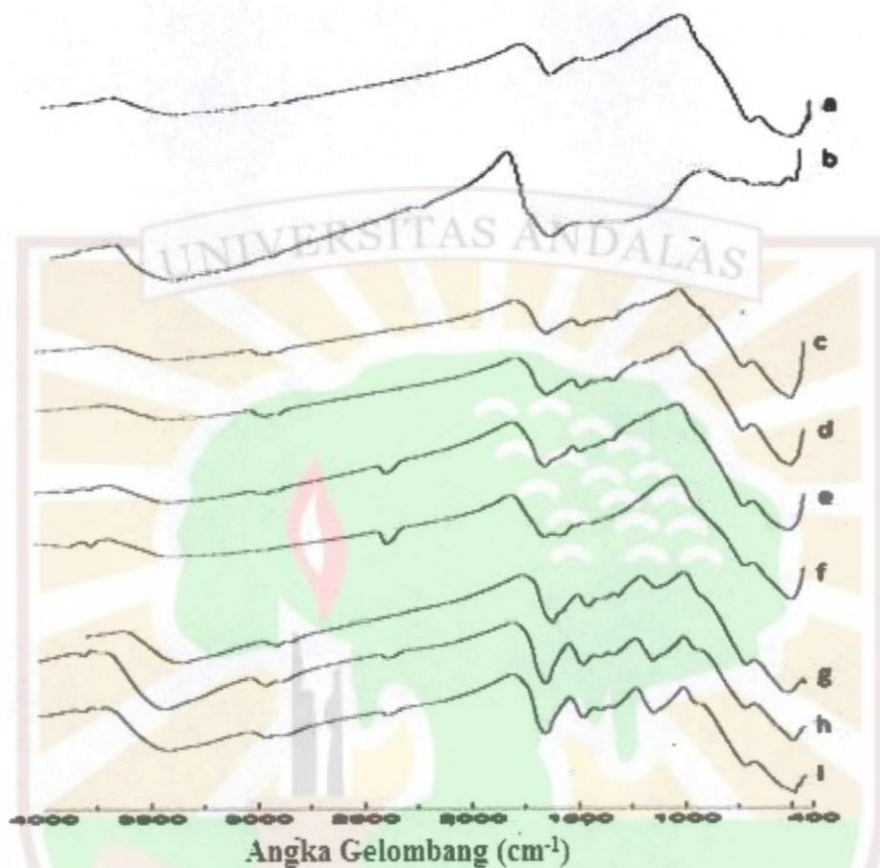
Setelah dilakukan proses doping kitosan pada  $\text{TiO}_2$  kemudian dilakukan juga analisa dengan FTIR. Gambar 8 merupakan FTIR dari senyawa  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan perbedaan suhu kalsinasi  $250^{\circ}\text{C}$  dan  $300^{\circ}\text{C}$  dan variasi waktu kalsinasi yaitu 2,3,4 dan 5 jam. Dari data FTIR yang ditampilkan dapat memberikan informasi perbedaan spektra masing-masing sampel pada suhu kalsinasi dan lama waktu proses kalsinasi.

Dari gugus-gugus fungsional yang ditunjukkan pada gambar 8 dijelaskan bahwa kitosan tersubstitusi pada  $\text{TiO}_2$ . Hal ini dapat dilihat dari spektrum  $\text{TiO}_2$ /Kitosan yaitu adanya gugus  $\text{C}=\text{O}$  pada bilangan gelombang sekitar  $1658\text{ cm}^{-1}$  sampai  $1630\text{ cm}^{-1}$  untuk kitosan dan terdapat gugus  $\text{O}-\text{Ti}-\text{O}$  pada bilangan gelombang sekitar  $682,677\text{ cm}^{-1}$  sampai  $674,963\text{ cm}^{-1}$  untuk titania. Gugus  $\text{O}-\text{H}$ ,  $\text{C}-\text{H}$ ,  $\text{N}-\text{H}$  amida dan  $\text{N}-\text{H}$  amina dari kitosan (spektrum pada gambar 8) juga masih dapat ditemukan pada spektrum  $\text{TiO}_2$ /Kitosan untuk semua variasi suhu dan variasi waktu kalsinasi namun hanya mengalami pergeseran bilangan gelombang dan perubahan intensitas serapan akibat terjadinya interaksi antara kitosan dengan titania pada komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan.

Pada gambar 8 memperlihatkan adanya pengaruh suhu dan lama waktu kalsinasi pada bilangan gelombang sekitar  $3448,5\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi dari  $\text{OH}$ . Dapat dilihat bahwa dengan bertambahnya suhu dan lama waktu kalsinasi terlihat perubahan intensitas serapan yang semakin berkurang. Ini



mengindikasikan bahwa dengan bertambahnya suhu dan lama waktu kalsinasi pelarut mulai hilang pada komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan.



**Gambar 8.** (a)TiO<sub>2</sub> suhu 300°C, (b)Kitosan Komersil suhu 300°C, (c) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 2 jam, (d) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 3 jam, (e) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 4 jam, (f) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 5 jam (g) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 250°C selama 3 jam, (h) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 250°C selama 4 jam, (i) TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 250°C selama 5 jam.

Gambar 8 (a dan b) merupakan spektrum FTIR dari TiO<sub>2</sub> dan kitosan yang dikalsinasi pada suhu 300°C yang digunakan sebagai standar. Dari spektrum pada gambar 8(a) terlihat serapan gugus -OH pada bilangan 3371,92 cm<sup>-1</sup> dan terlihat juga serapan gugus O-Ti-O pada bilangan gelombang 680,749 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan pada gambar 8 (b) terlihat serapan gugus -OH pada bilangan gelombang 3404,71 cm<sup>-1</sup> dan munculnya gugus amida pada bilangan gelombang 1605,45 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan kitosan belum hilang pada suhu 300°C. Gambar 8 (g)

merupakan spektrum  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  20 % pada suhu  $250^\circ\text{C}$  dan lamanya waktu kalsinasi 3 jam. Dari spektrum terlihat serapan gugus  $-\text{OH}$  pada bilangan gelombang  $3397,96\text{ cm}^{-1}$  yang juga terdapat pada  $\text{TiO}_2$  dan kitosan,  $-\text{CH}_2$ -stretching pada  $2926,45\text{ cm}^{-1}$ , gugus amida pada  $1614,13\text{ cm}^{-1}$ ,  $-\text{C-O-C}$  stretching pada  $1116,58\text{ cm}^{-1}$  dan munculnya puncak serapan  $\text{O-Ti-O}$  pada  $682,677\text{ cm}^{-1}$ . Spektrum pada gambar 8 (g) ini berbeda dengan spektrum yang ditunjukkan untuk  $\text{TiO}_2$  dan Kitosan Komersil (Gambar 8 a dan b). Munculnya serapan  $-\text{CH}_2$ -stretching,  $-\text{C-O-C}$  stretching dan terdeteksi puncak  $\text{O-Ti-O}$  menandakan terjadinya proses pertumbuhan kristal  $\text{TiO}_2$ .

Gambar 8 (h) dan (i) menunjukkan spektrum FTIR  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  dengan suhu  $250^\circ\text{C}$  dan variasi waktu kalsinasi 4 dan 5 jam. Terlihat serapan gugus  $-\text{OH}$  pada bilangan  $3300\text{ cm}^{-1}$  dan sekitarnya dengan intensitas yang rendah serta bentuk puncak yang semakin lebar. Ini diasumsikan terjadinya penguapan pelarut. Hal yang sama terlihat serapan gugus amida pada daerah bilangan gelombang sekitar  $1620\text{ cm}^{-1}$  yang semakin melebar, dan terdeteksi juga puncak  $\text{O-Ti-O}$  pada daerah bilangan gelombang  $680\text{ cm}^{-1}$ .

Gambar 8 (c) sampai (f) menunjukkan spektrum FTIR  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  dengan suhu  $300^\circ\text{C}$  dan variasi waktu kalsinasi 2, 3, 4 dan 5 jam. Terlihat serapan  $\text{N-H}$  stretching pada gambar 8 (c) dan gambar 8 (d) pada daerah bilangan gelombang sekitar  $3700\text{ cm}^{-1}$ , serapan gugus  $-\text{OH}$  pada gambar 8 (c) sampai (f) pada daerah bilangan gelombang sekitar  $3300\text{ cm}^{-1}$  yang makin melebar yang mengindikasikan gugus  $\text{OH}$  mulai hilang dengan bertambahnya waktu kalsinasi. Terlihat juga serapan amida pada daerah bilangan gelombang sekitar  $1650\text{ cm}^{-1}$  yang melebar dengan bertambahnya waktu kalsinasi. Namun terlihat pada serapan gugus  $\text{O-Ti-O}$  pada bilangan gelombang sekitar  $680\text{ cm}^{-1}$  dimana serapan yang makin tajam dengan bertambahnya waktu kalsinasi. Identifikasi gugus fungsi dari masing-masing sampel khususnya senyawa organik dengan perbedaan suhu kalsinasi dan variasi lama waktu kalsinasi memperlihatkan intensitas yang rendah serta bentuk puncak yang semakin melebar.



**Tabel 3.** Serapan gelombang gugus O-Ti-O dengan variasi suhu dan lama waktu kalsinasi.

Variasi suhu kalsinasi dan lama waktu TiO <sub>2</sub> /Kitosan	Angka Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) O-Ti-O
TiO <sub>2</sub>	680,749
250°C selama 3 jam	682,677
250°C selama 4 jam	680,749
250°C selama 5 jam	681,713
300°C selama 2 jam	683,642
300°C selama 3 jam	681,713
300°C selama 4 jam	679,785
300°C selama 5 jam	674,963

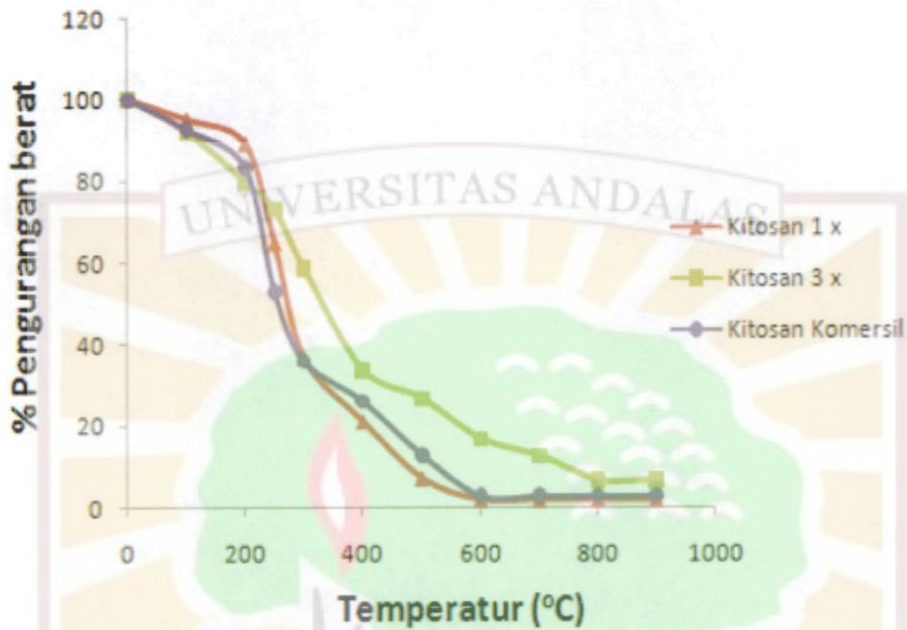
Pada spektrum gambar 8 memperlihatkan serapan gelombang O-Ti-O muncul pada kisaran 650 cm<sup>-1</sup> – 680 cm<sup>-1</sup> untuk masing-masing sampel. Dimana memperlihatkan pengaruh suhu dan lama waktu kalsinasi mempengaruhi intensitas dari O-Ti-O. Dengan bertambah suhu dan lama waktu kalsinasi maka intensitas dari komposit semakin meningkat. Untuk data FT-IR yang disajikan pada gambar 8 ini selanjutnya akan dikorelasikan dengan data XRD.

#### 4.4 Analisa *Thermo- Gravimetric Analysis* (TGA) TiO<sub>2</sub>/Kitosan

Pada penelitian ini sampel TiO<sub>2</sub>/Kitosan juga dianalisa menggunakan TGA yang bertujuan untuk mengukur perubahan berat dari suatu sampel sebagai fungsi dari suhu ataupun waktu, selain itu juga bertujuan untuk mengetahui titik dekomposisinya. Alat yang digunakan pada karakterisasi TGA ini adalah Leco TGA 701.

Telah dilakukan analisis termal terhadap sampel kitosan dengan 1x deasetilsai, 3x deasetilasi dan kitosan komersil. Kurva termogram dari masing-masing sampel tersebut dapat dilihat pada Gambar 8. Analisis TGA tersebut mempunyai manfaat yaitu untuk mengetahui kestabilan termal masing-masing sampel. Dan merupakan langkah awal atau tolak ukur untuk dilakukannya kondisi proses kalsinasi TiO<sub>2</sub>/kitosan. Pada penelitian terdahulu sintesis komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan dilakukan pada suhu kalsinasi 300°C – 700°C (Putri 2011). Pada

suhu kurang dari 400°C kitosan masih stabil dan tersubstitusi pada TiO<sub>2</sub>. Sedangkan pada suhu besar dari 400°C terjadi ketidakstabilan komposit sehingga produk yang terbentuk tidak merupakan komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan yang utuh.

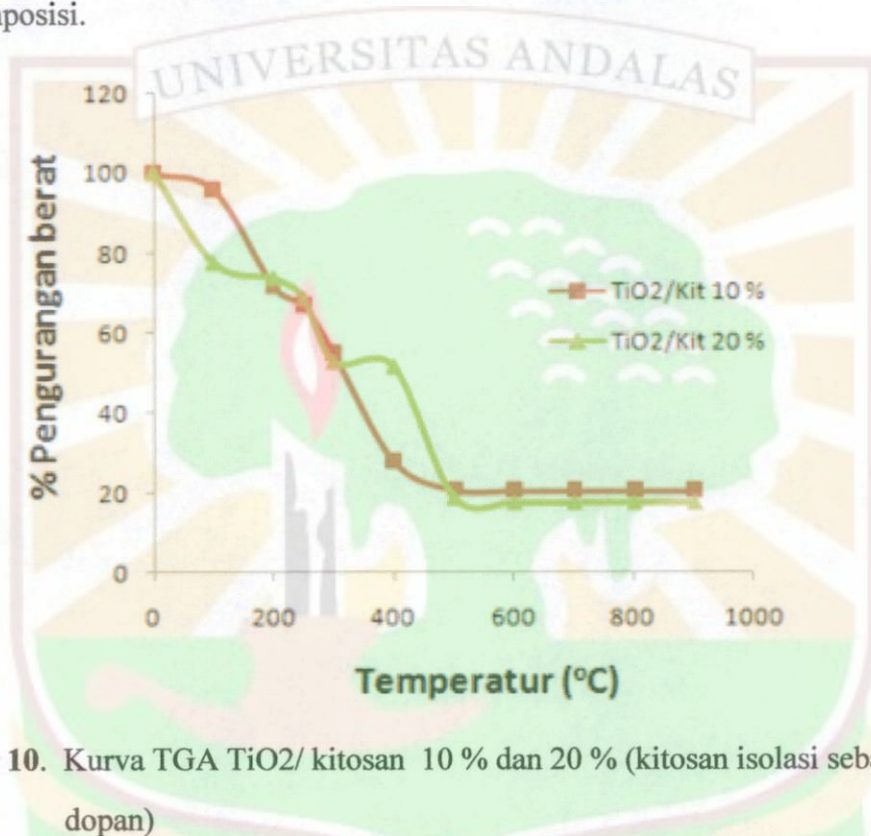


Gambar 9. Kurva TGA sampel Kitosan

Pada Kurva TGA (*Thermogravimetry Analysis*) pada gambar 10 menunjukkan adanya perbedaan kestabilan termal dari ketiga kitosan. Pada sampel kitosan dengan 1x deasetilasi persen kehilangan berat pada suhu 200°C sebesar 10,95 %; suhu 250°C sebesar 35,24 %; dan 300°C sebesar 63,32 %. Pada sampel kitosan 3x deasetilasi persen kehilangan berat pada suhu 200°C sebesar 20,30 %; suhu 250°C sebesar 26,99 % dan suhu 300°C sebesar 41,40. Sedangkan kitosan Komersil persen kehilangan beratnya pada suhu 200°C sebesar 16,87 %; suhu 250°C sebesar 47,08 % dan suhu 300°C sebesar 64,12 %. Pada suhu 300°C terjadi pengurangan berat yang signifikan, ini diindikasikan sebagai tahapan dekomposisi awal dari senyawa organik. Dan pada suhu 600°C terlihat bahwa grafik dari kitosan 1x deasetilasi dan kitosan komersil sudah mulai datar berarti telah terjadi kehilangan massa total dari ketiga sampel. Sedangkan pada kitosan 3x deasetilasi pada suhu 600°C masih stabil dan kehilangan massa total terjadi pada suhu 780°C. Ini mengindikasikan kitosan dengan 3x deasetilasi memiliki kestabilan yang lebih baik dibandingkan kitosan komersil. Namun kelemahan



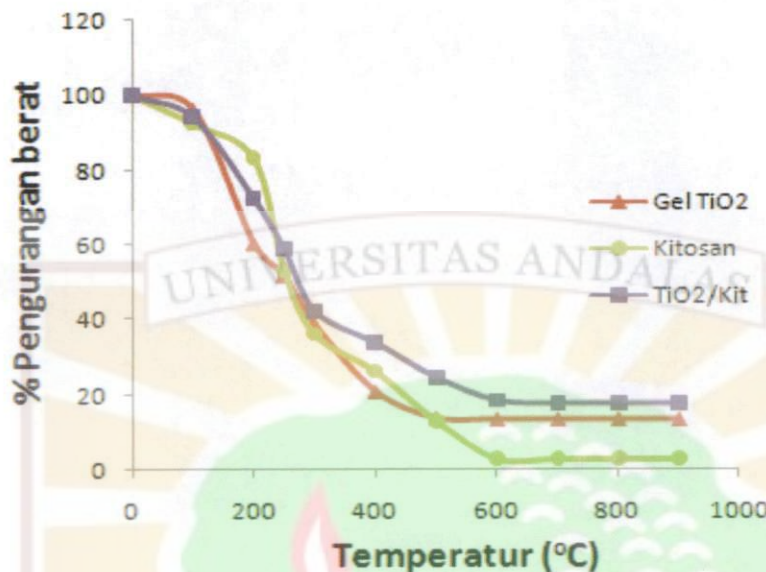
dari kitosan 3x deasetilasi ini memiliki DD yang rendah yaitu 68,33% dan kelarutannya dalam asam asetat tidak baik dibandingkan kitosan komersil. Kemungkinan kestabilan sol yang terbentuk juga tidak stabil dibandingkan dengan kitosan komersil. Maka dari itu pendopingan digunakan kitosan komersil yang memiliki DD yang tinggi mencapai lebih dari 90%. Ketiga sampel di atas merupakan senyawa organik dimana pada suhu tinggi akan mudah terdekomposisi.



**Gambar 10.** Kurva TGA TiO<sub>2</sub>/ kitosan 10 % dan 20 % (kitosan isolasi sebagai dopan)

Gambar 10 merupakan termogram TGA pada sampel TiO<sub>2</sub>/Kitosan 10 % dan TiO<sub>2</sub>/kitosan 20%. TiO<sub>2</sub>/Kitosan 10 % pada suhu 250°C dan 300°C terjadi kehilangan massa 42,91 % dan 52,00 % dimana penurunan yang bertahap. Pada sampel TiO<sub>2</sub>/kitosan 20%, pada suhu 100°C sampai 400°C terjadi penurunan kehilangan massa yang bertahap yaitu sebesar 22,5 %, 26,25 %, 47,08 % dan 48,33 %. Ini mengindikasikan bahwa dengan penambahan kitosan maka kestabilan termal dari komposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan meningkat dari suhu 420°C menjadi 500°C. Pada suhu besar dari 400°C yang diperlihatkan pada gambar 10 ternyata terjadi kehilangan berat total ditandai dengan grafik yang mulai datar. Maka dari itu bertitik tolak pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Putri 2011, suhu

kalsinasi pada penelitian ini yang dipilih yaitu 250°C dan 300°C dengan variasi lama waktu kalsinasi 2,3,4 dan 5 jam.



Gambar 11. Kurva TGA Gel TiO<sub>2</sub>, Kitosan Komersil dan TiO<sub>2</sub>/Kitosan

Gambar 11 menjelaskan bahwa pada sampel Gel TiO<sub>2</sub> persen pada suhu 250°C dan 300°C kehilangan berat berkisar antara 48,38% dan 61,50 %. Sedangkan pada kitosan Komersil yang bertindak sebagai dopan terjadi kehilangan berat sebesar 47,08 % dan 64,12 % pada suhu 250°C dan 300°C. Sedangkan pada TiO<sub>2</sub>/kitosan berkisar antara 41,22 % dan 54,81 %. Perubahan kehilangan massa setelah di doping berkurang namun perubahan yang terjadi tidak signifikan. Penambahan kitosan dapat meningkatkan kestabilan dari TiO<sub>2</sub> terhadap panas yaitu dari suhu 400°C menjadi 600°C. Hal ini disebabkan kitosan komersil yang bertindak sebagai dopan lebih stabil dalam pembentukan sol karena kitosan komersil memiliki DD yang tinggi dan kelarutannya dalam asam asetat lebih baik. Dibandingkan dengan gambar 10 dimana yang bertindak sebagai dopan yaitu kitosan isolasi kestabilan dari TiO<sub>2</sub>/Kitosan ini kurang stabil, dimana kehilangan massa total pada gambar 10 terjadi pada suhu 500°C dan pada TiO<sub>2</sub>/Kitosan yang ditunjukkan pada gambar 9 ini terjadi pada suhu 600°C. Hal ini disebabkan karena kitosan yang digunakan sebagai dopan memiliki derajat deasetilasi yang tinggi, selain itu kelarutan kitosan komersil dalam asam asetat lebih baik sehingga sol yang terbentuk lebih stabil.



Dari ketiga sampel dapat dilihat penurunan signifikan terjadi pada suhu sekitar 600°C dengan grafik yang mulai landai. Berpijak pada penelitian terdahulu suhu kalsinasi 300°C – 700°C dimana yang bertindak sebagai matriks TiO<sub>2</sub> dan dopan adalah kitosan yang merupakan senyawa organik maka pada suhu diatas 400°C kitosan mulai terurai dan terjadi ketidakstabilan dimana dapat lihat pada data TGA diatas. Maka pada penelitian ini suhu kalsinasi diturunkan menjadi 250°C dan 300°C dengan variasi lama waktu kalsinasi 2,3,4 dan 5 jam.

Pada penelitian ini pengamatan visual dari gel TiO<sub>2</sub>/Kitosan sebelum kalsinasi dan sesudah kalsinasi memperlihatkan perbedaan bentuk dan warna. Dimana sebelum dilakukan proses kalsinasi gel TiO<sub>2</sub>/Kitosan berwarna kuning pucat dan bentuk yang retak. Setelah dilakukannya proses kalsinasi pada suhu 250°C dan 300°C dengan lama waktu kalsinasi masing-masingnya 2, 3, 4, dan 5 jam warna dari powder yang dihasilkan untuk masing-masing variasi tidak jauh berbeda yaitu berwarna hitam kecoklatan. Mengindikasikan persentase kandungan C lebih besar pada kalsinasi 250°C dan 300°C . Namun peningkatan suhu ini bertujuan untuk mempertahankan keutuhan struktur kitosan.

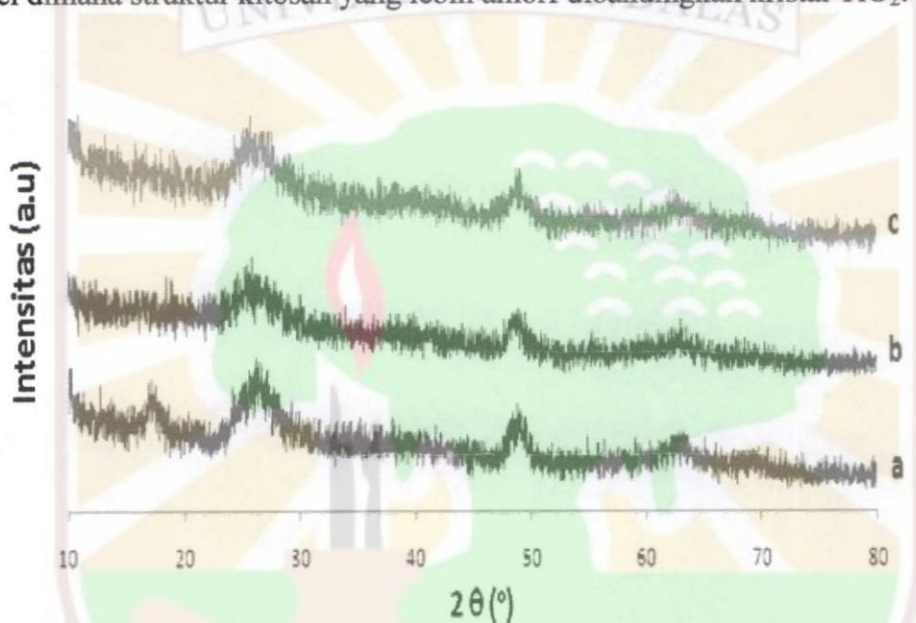
#### 4.5 Analisis XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi sifat kristal atau amorf dilakukan dengan XRD (*X-ray Diffraction*). Hasil XRD dapat menunjukkan perbedaan intensitas kristalinitas pada sampel, apakah bersifat kristal atau amorf [8]. Alat yang digunakan pada karakterisasi XRD ini adalah Shimidzu XRD 7000 dengan sumber target CuK  $\alpha$ . Sampel yang dikarakterisasi berupa serbuk yang diletakkan pada *holder* pada difraktometer. Gambar 13 menunjukkan pola difraksi sinar X dari TiO<sub>2</sub>/Kitosan dengan variasi suhu dan lama waktu kalsinasi. Data XRD pada gambar 12 mewakili data dengan waktu kalsinasi yang sama yaitu 3 jam dengan variasi suhu 250°C dan 300°C.

Intensitas difraksi pada sudut 2 $\theta$  yang diamati pada gambar 12 menunjukkan dominasi profil difraktogram TiO<sub>2</sub>/Kitosan dengan variasi suhu kalsinasi 250°C dan 300°C dengan waktu kalsinasi 3 jam, gambar 12(a) merupakan difraktogram dari TiO<sub>2</sub> dengan 2 $\theta$  = 25,7° yang digunakan sebagai standar. Dari hasil karakteristik XRD pada gambar 12 didapatkan puncak tertinggi dengan struktur amorf pada sudut 2 $\theta$  = 25,62° untuk TiO<sub>2</sub>/Kitosan 300°C



selama 3 jam dan pada sudut  $2\theta = 25,42^\circ$  untuk  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $250^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Pola XRD sampel komposit  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  memperlihatkan adanya puncak milik  $\text{TiO}_2$  yang dibandingkan dengan data JCPDS (Join Commite on Powder Diffraction Standar). Untuk  $\text{TiO}_2$  anatase didapat dengan merujuk pada data JCPDS No. 21-1276 dan JCPDS No. 39-1894 untuk kitosan (Lampiran 10). Munculnya puncak komposit dengan struktur amorf karena pada suhu rendah pertumbuhan kristal belum sempurna selain itu kitosan telah menyebar dalam sampel dimana struktur kitosan yang lebih amorf dibandingkan kristal  $\text{TiO}_2$ .

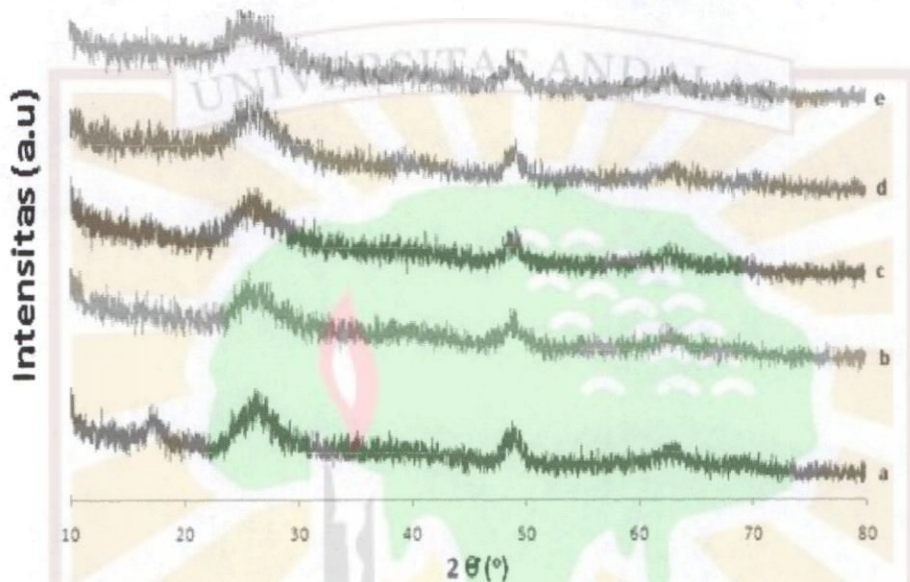


**Gambar 12** . Pola XRD  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  dengan waktu kalsinasi 3 jam, (a)  $\text{TiO}_2$  suhu  $300^\circ\text{C}$ , (b)  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  suhu  $250^\circ\text{C}$ , (d)  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$  suhu  $300^\circ\text{C}$ .

Dari variasi suhu kalsinasi  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$  dan dengan lama waktu kalsinasi 3 jam doping kitosan pada  $\text{TiO}_2$  tidak memberikan perbedaan struktur namun terlihat jelas pengaruh terhadap intensitas puncak  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $250^\circ\text{C}$  selama 3 jam dan  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $300^\circ\text{C}$  selama 3 jam dimana terlihat intensitas yang semakin tinggi dan bentuk puncak yang semakin sempit seiring kenaikan suhu kalsinasi. Untuk  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $250^\circ\text{C}$  selama 3 jam intensitas puncaknya sebesar 81 a.u dan dengan dinaikkan suhu menjadi  $300^\circ\text{C}$  maka intensitas manjadi naik sebesar 88 a.u. Hal tersebut menunjukkan bahwa teknik kalsinasi yang digunakan cukup baik untuk mendoping  $\text{TiO}_2$  dengan Kitosan.



Gambar 13 menunjukkan pola difraksi sinar X dari TiO<sub>2</sub>/Kitosan yang dikalsinasi pada suhu 300°C, gambar 14(a) merupakan TiO<sub>2</sub> suhu 300°C yang dikalsinasi selama 3 jam yang digunakan sebagai standar dengan  $2\theta = 25,72^\circ$ . Gambar 13 (b-e) merupakan TiO<sub>2</sub>/Kitosan dengan suhu kalsinasi 300°C dengan variasi waktu 3,5,7 dan 10 jam.



Gambar 13. Pola XRD TiO<sub>2</sub>/Kitosan dengan variasi waktu kalsinasi pada suhu kalsinasi 300°C, (a)TiO<sub>2</sub> selama 3 jam, (b)TiO<sub>2</sub>/Kitosan selama 3 jam, (c)TiO<sub>2</sub>/Kitosan selama 5 jam, (d)TiO<sub>2</sub>/Kitosan selama 7 jam, (e)TiO<sub>2</sub>/Kitosan selama 10 jam.

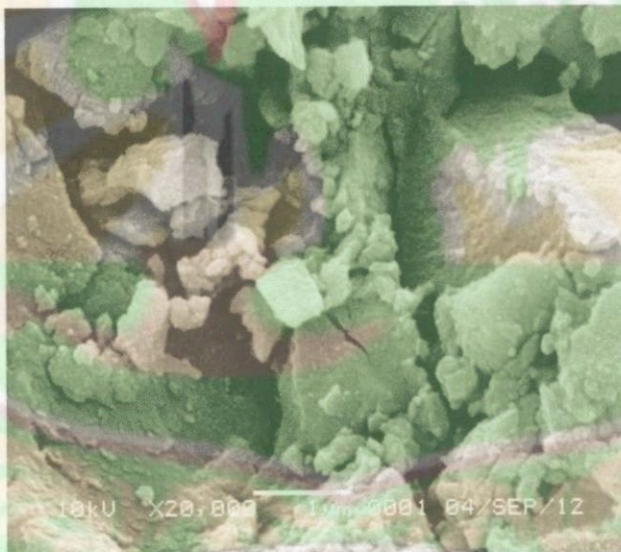
Dari analisis didapatkan puncak tertinggi untuk TiO<sub>2</sub>/Kitosan pada  $2\theta = 25,62^\circ$  (TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 10 jam);  $25,65^\circ$  (TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 7 jam);  $25,55^\circ$  (TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 5 jam) dan  $25,42^\circ$  (TiO<sub>2</sub>/Kitosan suhu 300°C selama 3 jam). Pola XRD sampel nanokomposit TiO<sub>2</sub>/Kitosan memperlihatkan adanya puncak milik TiO<sub>2</sub> yang dibandingkan dengan data JCPDS. Untuk TiO<sub>2</sub> anatase didapat dengan merujuk pada data JCPDS No. 21-1276 dan JCPDS No. 39-1894 untuk kitosan (Lampiran 10).

Dari variasi waktu kalsinasi dengan suhu 300°C doping kitosan pada TiO<sub>2</sub> terlihat jelas pengaruh terhadap intensitas puncak. Untuk TiO<sub>2</sub>/Kitosan 300°C selama 3 jam intensitas puncaknya sebesar 88 a.u; untuk TiO<sub>2</sub>/Kitosan 300°C

selama 5 jam intensitasnya sebesar 93 a.u; untuk  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $300^\circ\text{C}$  selama 7 jam intensitasnya sebesar 119 a.u dan untuk  $\text{TiO}_2/\text{Kitosan}$   $300^\circ\text{C}$  selama 10 jam intensitasnya sebesar 129 a.u. Dapat disimpulkan bahwa semakin bertambah waktu kalsinasi maka semakin tinggi intensitas puncak dari data XRD. Hal tersebut menunjukkan bahwa lama waktu kalsinasi yang digunakan cukup baik untuk mendoping  $\text{TiO}_2$  dengan Kitosan.

#### 4.6 Analisis SEM-EDX (*Scanning Microscopy – Energy Dispersive X-ray*)

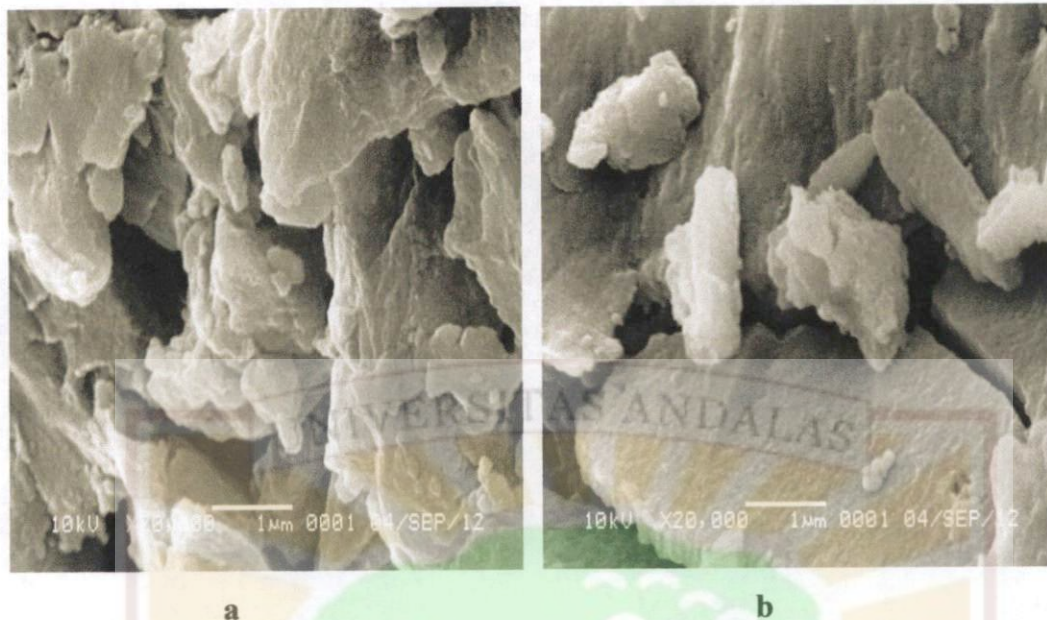
SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. Sumber elektron difokuskan pada suatu noda kecil dengan diameter  $50\text{-}100^\circ \text{A}$  pada permukaan sampel<sup>[30]</sup>.



**Gambar 14.** Analisis SEM  $\text{TiO}_2$  suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 3 jam dengan pembesaran 20.000 kali.

Gambar 14 yang merupakan morfologi dari  $\text{TiO}_2$  dapat dilihat bahwa partikel-partikel yang terbentuk ternyata cukup besar dengan distribusi partikel yang tidak merata. Selain itu morfologi dari  $\text{TiO}_2$  juga memperlihatkan permukaan yang kasar yang tidak homogen. Hal ini disebabkan pada suhu rendah pertumbuhan kristal yang terbentuk belum sempurna.

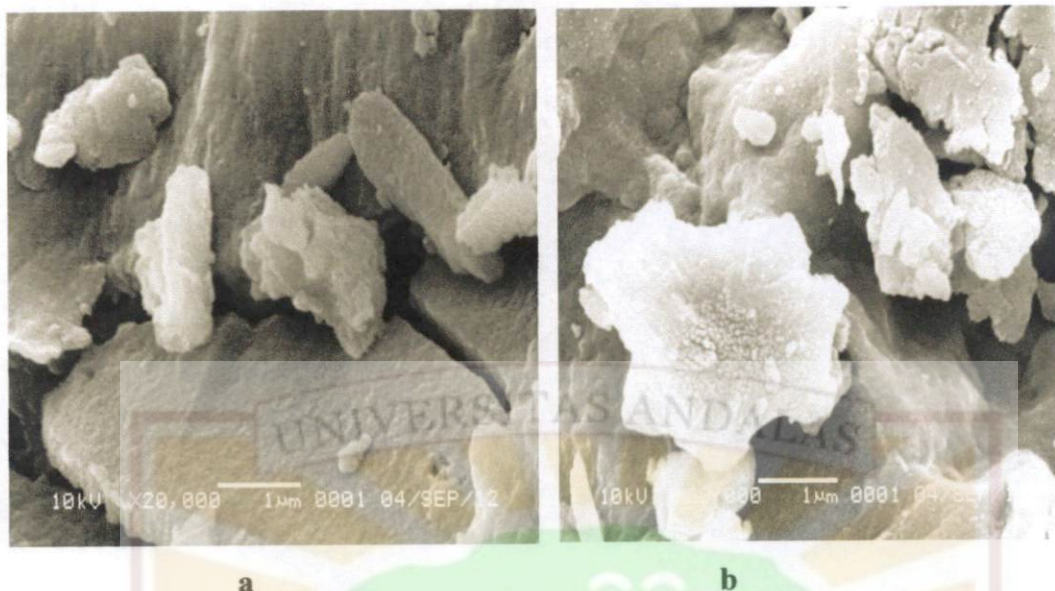




**Gambar 15.** Analisis SEM  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi suhu dan waktu kalsinasi 5 jam dengan pembesaran 20.000 kali, (a)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $250^\circ\text{C}$ , (b)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $300^\circ\text{C}$ .

Gambar 15 menunjukkan analisis SEM  $\text{TiO}_2$  yang telah didoping dengan kitosan dengan variasi suhu kalsinasi dan waktu kalsinasi yang sama. Gambar (a) merupakan  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan suhu kalsinasi  $250^\circ\text{C}$  selama 5 jam. Terlihat morfologi permukaan yang kasar yang berbentuk batuan dengan ukuran partikel yang tidak merata. Hal berbeda terlihat pada variasi suhu yang dinaikkan pada suhu  $300^\circ\text{C}$  memperlihatkan bahwa kitosan terdoping pada permukaan  $\text{TiO}_2$  yang membentuk bongkahan seperti batang dengan ukuran partikel yang semakin kecil dibandingkan dengan komposit pada suhu  $250^\circ\text{C}$ . Ini membuktikan variasi suhu mempengaruhi morfologi  $\text{TiO}_2$ /Kitosan yang terbentuk selain itu pada suhu rendah pertumbuhan kristal yang terbentuk belum sempurna sehingga hasil yang didapat berupa amorf. Hal ini merujuk berdasarkan data XRD pada suhu  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$  adalah amorf.



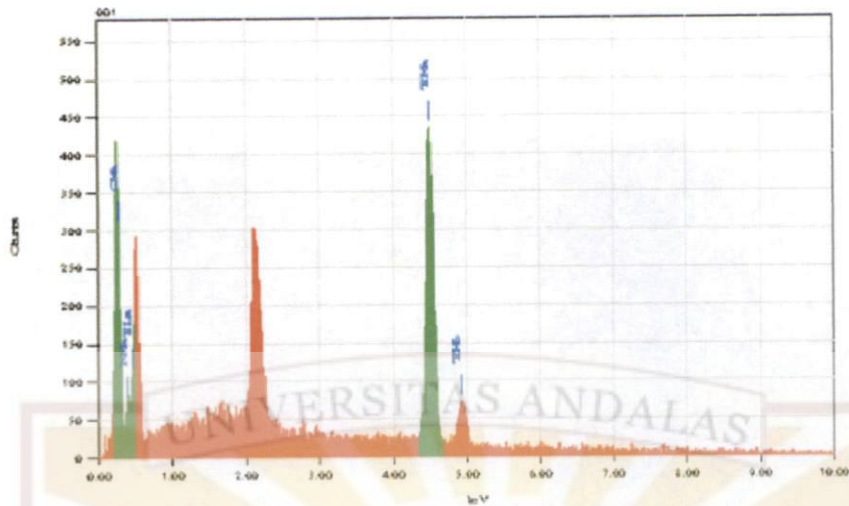


**Gambar 16.** Analisis SEM  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi waktu kalsinasi pada suhu  $300^\circ\text{C}$  dengan pembesaran 20.000 kali, (a)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan selama 5 jam, (b)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan selama 10 jam.

Kenaikan waktu kalsinasi juga mempengaruhi morfologi permukaan  $\text{TiO}_2$ /Kitosan yang terbentuk. Pada waktu kalsinasi 5 jam pada suhu  $300^\circ\text{C}$  (gambar 16 (a), terlihat bahwa kitosan terdoping pada permukaan  $\text{TiO}_2$  yang berbentuk bongkahan seperti batang dan membuktikan terjadinya interaksi antar muka antara kitosan dengan  $\text{TiO}_2$ . Jika dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan waktu kalsinasi yang dinaikkan menjadi 10 jam pada suhu  $300^\circ\text{C}$  (gambar 16(b) memperlihatkan morfologi permukaan yang kasar dan bongkahan yang terbentuk lebih besar dibandingkan dengan waktu 5 jam pada permukaan  $\text{TiO}_2$ .

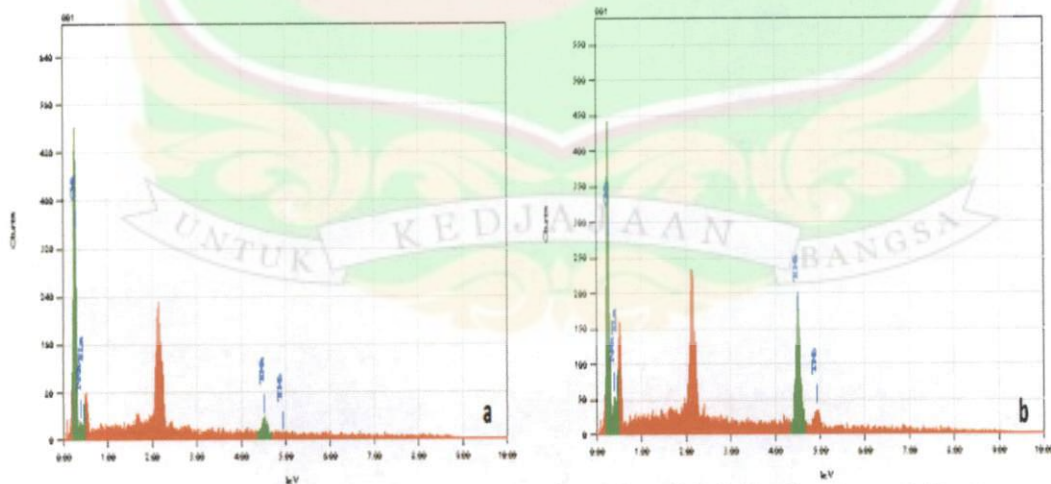
Sementara itu, untuk mengetahui komposisi dan distribusi dari unsur-unsur yang ada di dalam material  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dapat digunakan EDX. EDX merupakan analisa untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada sampel. Prinsip kerja analisa EDX ini hampir sama dengan XRF yaitu dengan menembakkan sinar X di suatu titik pada sampel. Akibat dari penembakan itu maka terjadi pemancaran berkas sinar X<sup>[31]</sup>.





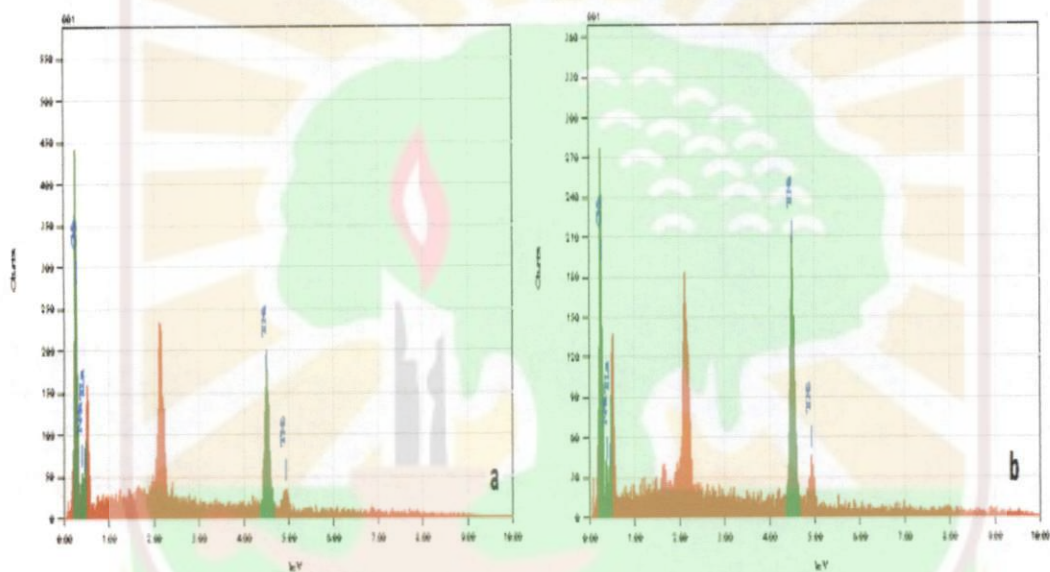
**Gambar 17.** Analisis EDX untuk  $\text{TiO}_2$  pada suhu  $300^\circ\text{C}$ .

Gambar 17 menunjukkan hasil EDX dari  $\text{TiO}_2$ . Dari plot yang ditunjukkan dapat diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  memiliki persentase komposisi unsur-unsur diantaranya C= 15,45 %; N= 6,29 %; dan Ti= 70,28 %. Dari persentase komposisi tersebut dapat memberikan informasi bahwa sintesis  $\text{TiO}_2$  memiliki persen Ti > 70 %, sedangkan persentase dari kandungan C masih cukup tinggi . Data ini bisa dikorelasikan dengan data FT-IR dimana senyawa organik memiliki spektrum yang melebar yang menandakan senyawa organik belum terurai sempurna pada suhu kalsinasi  $250^\circ\text{C}$  dan  $300^\circ\text{C}$ .



**Gambar 18.** Analisis EDX  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi suhu selama 5 jam (a)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi suhu pada  $250^\circ\text{C}$ , (b)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $300^\circ\text{C}$ .

Gambar 18 memperlihatkan komposisi penyusun  $\text{TiO}_2$  yang ditambah kitosan berdasarkan variasi suhu. Dari pola EDX menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$ /Kitosan pada suhu  $250^\circ\text{C}$  selama 5 jam (gambar 19(a) memiliki persentase komposisi unsur-unsur berupa C= 46,24 %; N= 38,87 dan Ti= 14,00 %. Sedangkan  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $300^\circ\text{C}$  (gambar 19(b) memiliki persentase unsur-unsur C= 26,69 %; N= 16,10 %; dan Ti= 57,12 %. Terlihat bahwa semakin bertambah suhu maka unsur C dan N semakin berkurang sedangkan komposisi unsur Ti semakin bertambah. Data EDX ini memperkuat data hasil FT-IR sebelumnya dimana hasil FT-IR juga menunjukkan hal yang serupa.



**Gambar 19.** Analisis EDX  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi waktu pada suhu  $300^\circ\text{C}$ , (a)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan selama 5 jam, (b)  $\text{TiO}_2$ /Kitosan selama 10 jam.

Gambar 19 memperlihatkan komposisi penyusun  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan variasi waktu kalsinasi. Dari plot yang ditunjukkan diatas diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 5 jam (gambar 20(a) memiliki persentase unsur-unsur C= 26,69 %; N= 16,10 %; dan Ti= 57,12 %. Sedangkan pada  $\text{TiO}_2$ /Kitosan suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 10 jam (gambar 20(b) memiliki persentase unsur-unsur C= 20,16%; N= 9,92 %; dan Ti= 69,92 %. Terlihat bahwa semakin bertambah waktu kalsinasi maka unsur C dan N semakin berkurang sedangkan komposisi unsur Ti semakin bertambah. Data EDX ini juga memperkuat data hasil FT-IR sebelumnya dimana hasil FT-IR juga menunjukkan hal yang serupa.



Dari keseluruhan pola EDX  $\text{TiO}_2$ /Kitosan terlihat bahwa semakin bertambah suhu kalsinasi dan semakin bertambah waktu kalsinasi maka komposisi penyusun senyawa organik semakin berkurang sedangkan unsur Ti semakin bertambah. Berarti dapat disimpulkan komposisi penyusun komposit dipengaruhi oleh suhu kalsinasi dan lama waktu kalsinasi.



## BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 KESIMPULAN

Dari hasil penelitian sintesis  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dapat diambil beberapa kesimpulan :

1. Kestabilan permukaan komposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan pada data SEM dapat dipertahankan pada suhu kalsinasi  $300^\circ\text{C}$  dengan lama waktu kalsinasi 5 jam.
2. Hasil karakterisasi nanokomposit  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dengan XRD pada umumnya berupa amorf, sedangkan pada analisis EDX kestabilan komposit dipengaruhi oleh suhu dan waktu.

### 5.2 SARAN

Berdasarkan hasil penelitian ini maka diharapkan untuk penelitian selanjutnya :

1. Melakukan aplikasi  $\text{TiO}_2$ /Kitosan sebagai penghilang zat warna
2. Kemudian sintesis  $\text{TiO}_2$ /Kitosan dilakukan dengan metoda lain seperti *solid state*.





## DAFTAR PUSTAKA

1. Ginting Hendra S. 2006. "*Pengendalian Bahan Komposit*". Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Sumatra Utara. Hal 1-5.
2. Tjahjanto, Rachmat Triandi dan Gunlazuardi Jarnuzi. 2001. "*Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis Keterkaitan Antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*". Jurusan Kimia Universitas Indonesia. Hal 81-91.
3. Rilda Yetria, Dharma A, Arief S, Alif A, dan Shaleh B. 2010. "*Efek Doping Ni (II) Pada Aktifitas Fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik*". Jurnal Makara Sains Vol. 14: 7-14.
4. Srinivasan, Sesha S., W. Jeremy, and Elias K.stefanakon. 2006. "*Synthesis and Characterization of Photocatalytic TiO<sub>2</sub>-ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles. Journal of Nanomaterial*". Volume 2006: 1-4
5. Anwei Chen, Guangming Zeng, Guiqiu Chen, dkk. 2012. "*Novel Thiourea-Modified Magnetic Ion-Imprinted Chitosan/TiO<sub>2</sub> Composite for Simultaneous Removal of Cadmium and 2,4-Dichlorophenol*". Chemical Engineering Journal. 1-10.
6. Dunlop, P.S.M., J.A Byrne., N. Manga., B.R Eggins. 2002. "*The Photocatalytic Removal of Bacterial Pollutants From Drinking Water. Journal of Photochemistry and Photobiology A : Chemistry*. 148 : 355 – 363
7. Firdaus, Feris. 2008. "*Karakteristik Spektra Infrared (IR) Kulit Udang, Khitin, dan Khitosan yang Dipengaruhi oleh Proses Demineralisasi, Deproteinasi, Deasetilasi I, dan Deasetilasi II*". Program Pasca Sarjana. UII Yogyakarta
8. Palupi Endang. 2006. "*Degradasi Methylene Blue dengan Metoda Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>*" Fakultas Ilmu Pengetahuan Alam dan Matematika. IPB Bogor. Hal 1-32.
9. Arik buket, Necdet Seventekin. 2011. "*Evaluation of Antibacterial and Structural Properties of Cotton Fabric Coated by Chitosan/Titania and Chitosan/Silica Hybrid Sol-Gel Coatings*" Hal 1-9.
10. Sheau-Ming Chen, Ming-Shien Yen, and Yun-Hwei Shen. 2010. "*Effect of Chitosan Biopolymer and UV/TiO<sub>2</sub> method for the de-Coloration of Acid Blue 40 simulated textile wastewater*" African Journal. Vol 9(34). 5575-5580.



11. Ferna'ndez-Garci'a, Marcos, Carolina Belver, Jonathan C. Hanson Xianqin Wang, and Jose' A. Rodriguez. June 5, 2007. "*Anatase-TiO<sub>2</sub> Nanomaterials: Analysis of Key Parameters Controlling Crystallization*". VOL. 129, NO. 44.
12. Andayani, Winarti dan Agustin Sumartono. 2006. "*Karakterisasi Katalis TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>/ Karbon Aktif yang Diimobilisasi pada Pelat Titanium dan Uji Aktifitasnya sebagai Fotokatalisis*". Jurnal Kimia Indonesia. Vol. 1 (2) : 54-58.
13. Rilda, Yetria, dkk. 2010 (c). *Modifikasi dan Karakterisasi Titania (M- TiO<sub>2</sub>) dengan Doping Ion Logam Transisi FeNi dan CuNi. Jurnal Natur Indonesia* 12(2) : 178-185.
14. Pabon, E, Retuert, H, and Bottcher, H. 2004. "*TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Mixed Oxide Prepared by a Combined Sol-Gel and Polymer Inclusion Method. Microporous and Mesoporous Materials*". 67. 195-203.
15. Rilda, Yetria. 2010 (a). *Sintesis Fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan Peningkatan Performanya dengan Metoda Sol-Gel. Universitas Andalas. Jurnal Riset Kimia* hal 189-195
16. Arief, Valencia Sergio, dkk. 2010. "*Study of the Bandgap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticules Using the Sol-Gel Method and a Hydrothermal Treatment*". The Open Materials Science Journal.
17. Arik, Buket. 2011. "*Evaluation of Antibacterial and Structural Properties of Cotton Fabric Coated by Chitosan/Titania and Chitosan/Silica Hybrid Sol-Gel Coatings*". Ege University. Hal : 1-9.
18. Al – Sagher, F. Muslim, S. 2009. *Thermal and Mechanical Propertis of Chitosan/SiO<sub>2</sub> Hybrid Composite. Journal Of Nanomaterial. Vol 2010*
19. Rilda, Yetria. 1995. "*Karakteristik Khitin dan Khitosan Dari Limbah Udang*". Universitas Riau. Jurnal Riset Kimia hal 50-51.
20. Noviary, H. 2011. "*Pembentukan Kitin dan Kitosan*". Universitas Sumatera Utara. Medan. Hal 1-12.
21. G.Yiand dan M. Sayer. 1991. "*Sol-Gel Processing of Kompleks Oxide Film*". *Ceramic Bulletin*, Vol 70 No.7. P 117-128.



22. Yugui Tao, Jun Pan, Shilei Yan, Bin Tang, Longbao Zhu. 2007. "Tensile Strength Optimization and Characterization of Chitosan/TiO<sub>2</sub> hybrid film" *Material Science and Engineering B*. Vol 138. 84-89.
23. M. T. Weller. 1994. "Inorganic Materials Chemistry". *Oxford University Press, Tokyo*, pp. 15-25.
24. P.P. Ahonen, E. I. Kauppinen, J. L. Deschanvres, dan J. C. Joubert. 1998. "Preparation of Nanocrystalline Titania Powder by Aerosol Pyrolysis of Titanium Akkoxide". *Mater. Res. Soc.* Vol 520.
25. Kartika Maharani, Dina dkk. 2011. "Efektivitas Nano Komposit Kitosan-Epoksi Silika Sebagai Bahan Antibakteri Ramah Lingkungan Pada tekstil". UGM. Yogyakarta. Vol 6C. 15-18.
26. L. Amelao, D. Barreca, dan G. Bottaro. 2005. *Chem Matter*. Vol 17, 1450-1456.
27. Clark J. 2000. *Interprating an infra-red spectrum*.//[www.chemguide.co.uk.html](http://www.chemguide.co.uk/html) [26 Maret 2006].
28. Khopkar, S. M. 2003, "Konsep Dasar Kimia Analitik" Terjemahan A. Saptorahardjo, Edisi pertama, UI Press, Jakarta.
29. P. Sibilia, *A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis I*, 2nd ed, Wiley-VCH, USA, 1996, pp.143-174.
30. J.S Miller dan M. drillon. 2002. "Magnetism: Molecules to Material IIP". WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim (Federal Republic of Germany). Vol II.
31. J. L. Labar. 2006 "Phase Identification by Combining Local Composition from EDX with information from Diffraction Database". Institute for Technical Physics and Material Science, Eotvos University. Budapest. Volume 211, Hal 2, 207-218.
32. C.-P. Sherman Hsu, Ph.D. "Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry. Infrared Spectroscopy". Chapter 15

### Lampiran 1. Perhitungan jumlah penambahan Raw Material

Pada penelitian ini komposisi nanokomposit dengan penambahan kitosan 20 % terhadap  $TiO_2$  untuk volume total campuran 50 ml. Dengan menggunakan konsep stoikiometri, didapatkan perhitungan sebagai berikut :

- a. TIP 0,5 M : DEA 1 M  
1 : 2

☆ Volume TIP 0,5 M

$$\frac{0,5 \text{ mol}}{L} \times \frac{284,26 \text{ gr}}{\text{mol}} \times 0,05 L = \frac{0,971 \text{ gr}}{\text{mL}} = 7,32 \text{ mL}$$

☆ Volume DEA 1 M

$$\frac{1 \text{ mol}}{L} \times \frac{105,10 \text{ gr}}{\text{mol}} \times 0,05 L = \frac{1,09 \text{ gr}}{\text{mL}} = 4,82 \text{ mL}$$

- b. Kitosan dibuat dengan melarutkan 5 gram kitosan dalam 100 mL asam asetat 2 %.
- c. Perbandingan molar Ti dan kitosan yang digunakan.

✚ Mol Ti

$$\text{Massa Ti} = \frac{48 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}}{284,26 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}} \times 0,971 \frac{\text{gr}}{\text{mL}} \times 97\% \times 7,32 \text{ mL} = 1,16 \text{ gr Ti}$$

$$\text{mol Ti} = \frac{1,16 \text{ gr Ti}}{48 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \text{ Ti}} = 0,024 \text{ mol}$$

✚ Mol Kitosan

$$\text{mol Kitosan} = \frac{15 \text{ gr}}{120.000 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}} = 1,25 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

mol Kitosan : Mol Ti

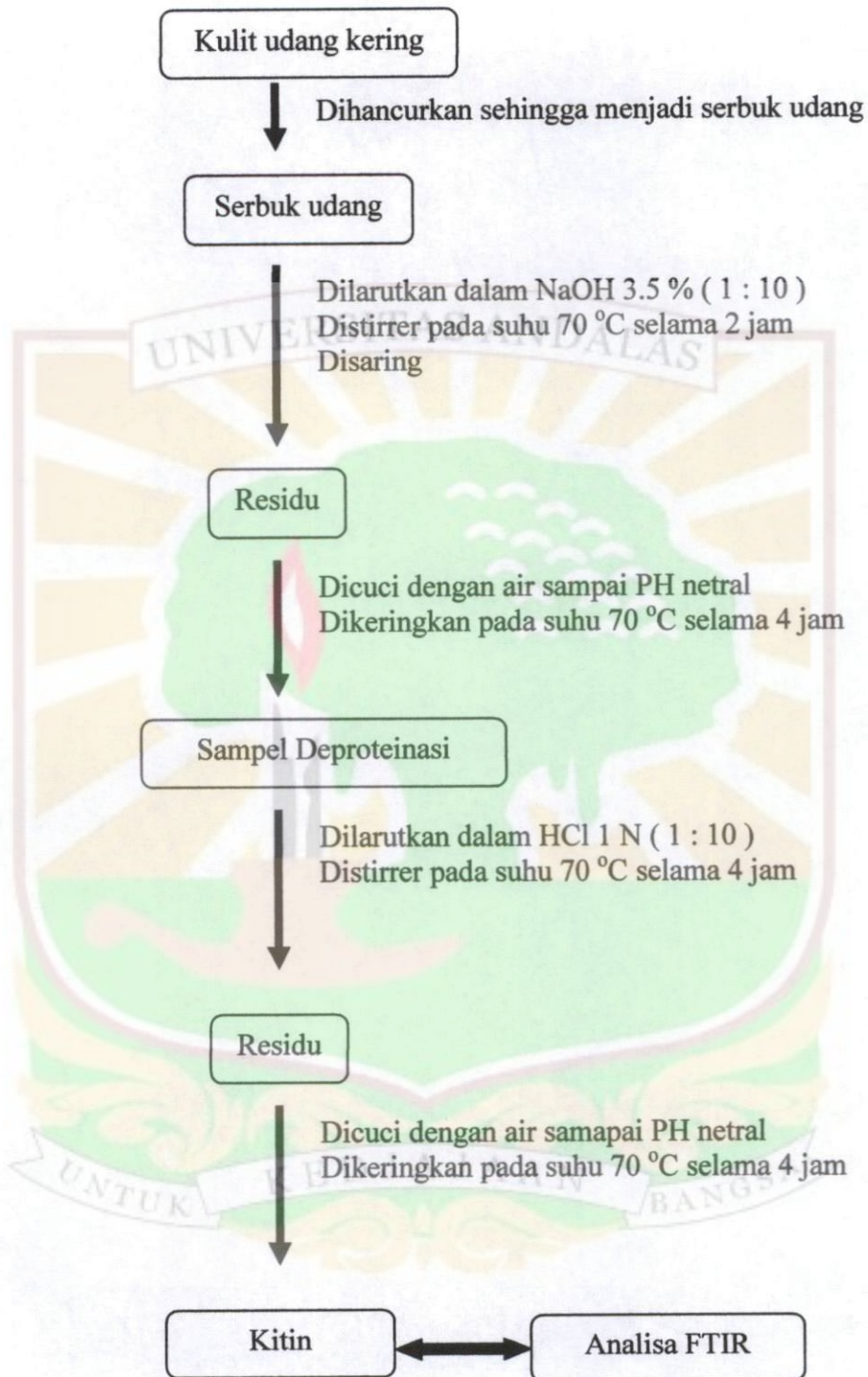
$$1,25 \cdot 10^{-4} : 2,4 \cdot 10^{-2}$$

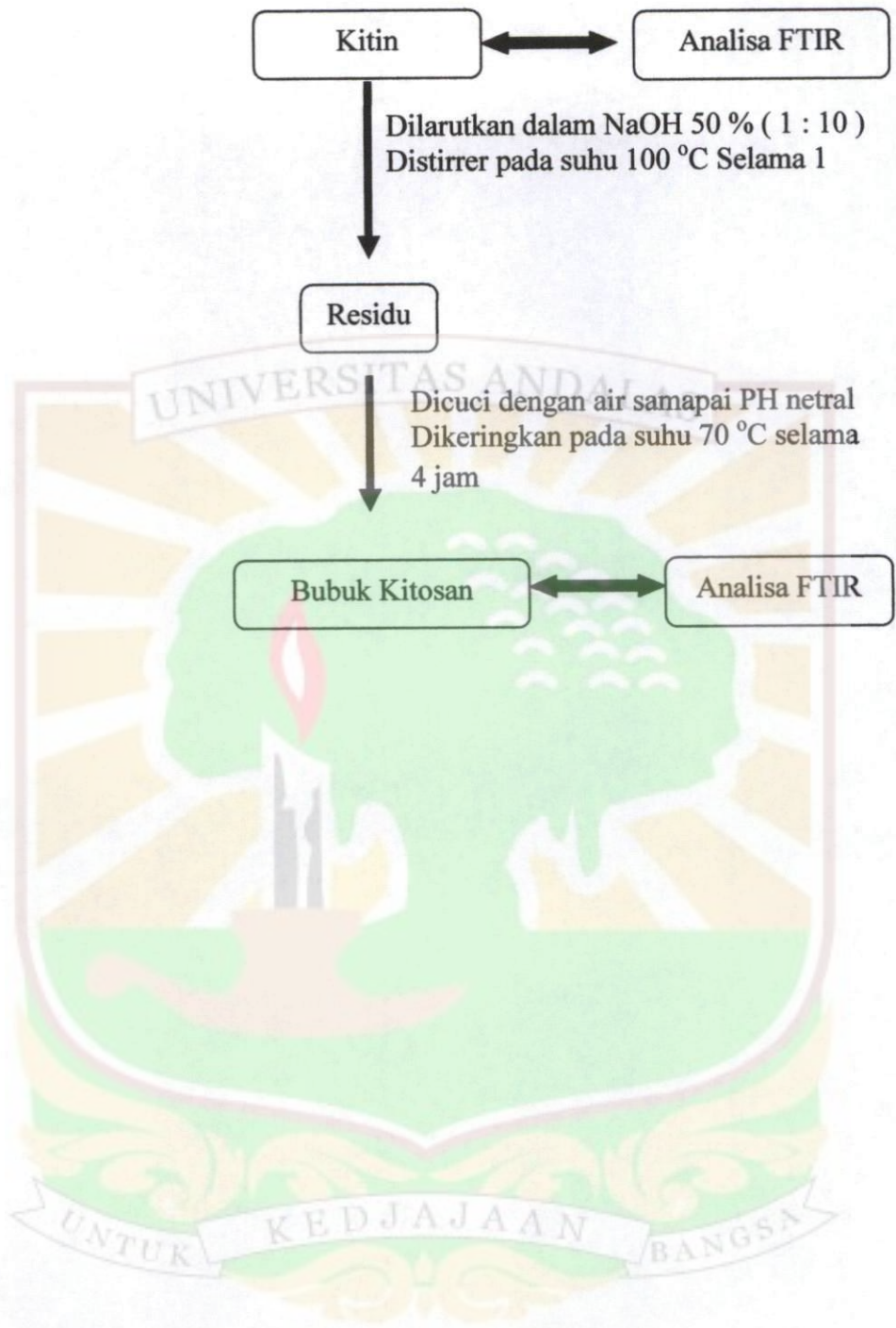
$$1 : 192$$

- d. Isopropanol = 50 mL - (7,32 + 4,82 + 4,88) mL = 32,98 mL



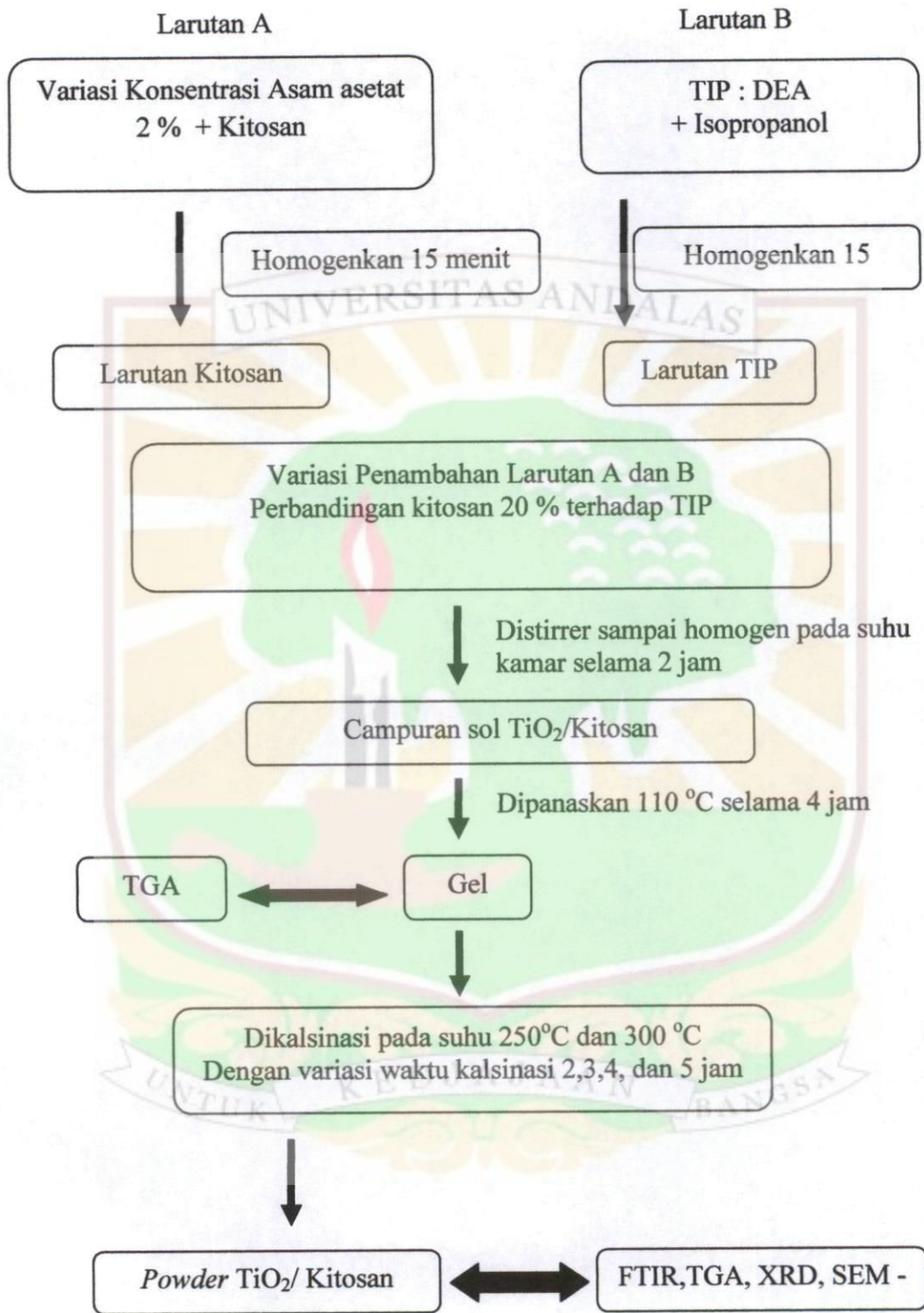
**Lampiran 2 : Skema Isolasi Kitosan dari Limbah Kulit Udang**







Lampiran 3 : Skema Alir Sintesis TiO<sub>2</sub>/Kitosan



#### Lampiran 4 : Perhitungan Derajat Deasetilasi berdasarkan Metoda Base Line

##### 1. Kitosan 1 kali deasetilasi

$$A_{1655} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{7,1}{2,3} = 0,489$$

$$A_{3450} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{7,4}{0,7} = 1,024$$

$$\text{Derajat Deasetilasi} = 100 - \left[ \frac{0,489}{1,024} \times \frac{1,33}{100} \right] \% = 64,09 \%$$

##### 2. Kitosan 3 kali deasetilasi

$$A_{1655} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{6,3}{2,2} = 0,547$$

$$A_{3450} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{7,3}{0,6} = 1,085$$

$$\text{Derajat Deasetilasi} = 100 - \left[ \frac{1,085}{1,457} \times \frac{1,33}{100} \right] \% = 68,33 \%$$

##### 3. Kitosan Komersil

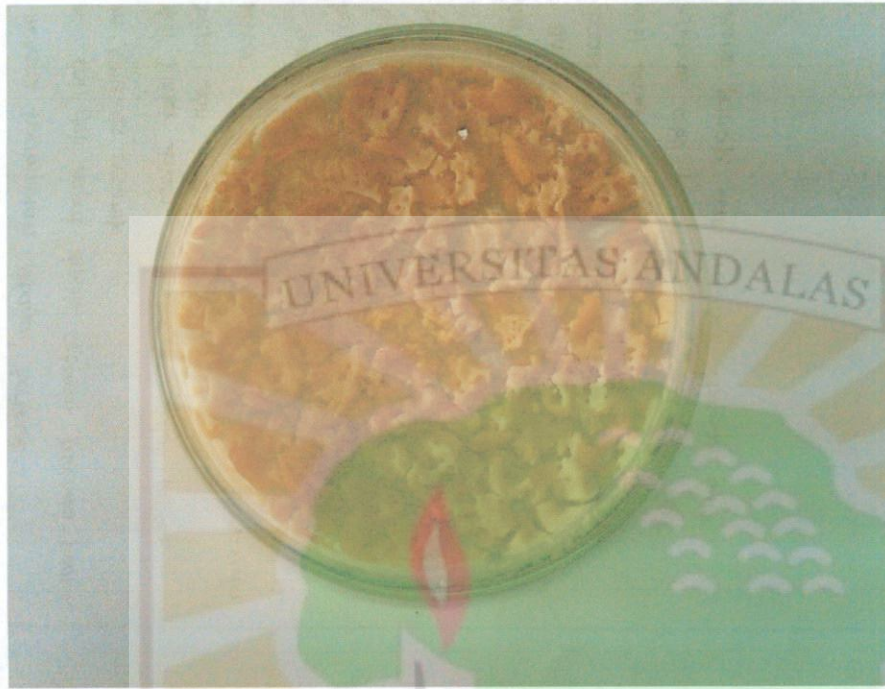
$$A_{1655} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{4,1}{3,6} = 0,056$$

$$A_{3450} = \log \frac{P_0}{P} = \log \frac{5,5}{0,4} = 1,138$$

$$\text{Derajat Deasetilasi} = 100 - \left[ \frac{0,0564}{1,1383} \times \frac{1,33}{100} \right] \% = 96,27 \%$$



**Lampiran 5 : Gambar Gel Kering**



**Gambar 20.** Gel  $\text{TiO}_2$ /Kitosan pada suhu  $110^\circ\text{C}$

**Lampiran 6 : Tabel Pengurangan Berat Berdasarkan Temperatur**

Jenis	100 °C	200 °C	250 °C	300 °C	400 °C	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C
Gel TiO <sub>2</sub>	3.86	39.95	48.38	61.5	79.31	86.34	86.67	86.67	86.67
Kitosan IPB	7.53	16.87	47.08	64.12	74.01	87.19	97.31	97.31	97.31
Kitosan 1 x	5.01	10.95	35.24	63.32	78.98	92.98	98.31	98.31	98.31
Kitosan 3 x	7.95	20.3	26.99	41.4	66.22	73.31	83.25	87.5	93.25
TiO <sub>2</sub> /Kitosan 20%	5.71	27.63	41.22	57.81	66,21	75.42	81.50	82.31	85.67





**Lampiran 7** Pengamatan sifat fisik sol gel TiO<sub>2</sub>/Kitosan

Komposisi	Sifat fisik	Sifat fisik
Asam asetat 2%	Cairan	Bening
Asam asetat + kitosan	gel	kuning mengkilat
Isopropanol + DEA + TIP	cairan	bening
Campuran kitosan + TIP	sol	putih susu
Gel TiO <sub>2</sub> /Kitosan	gel retak	kuning pucat

Hasil pengamatan secara visual sifat fisik gel dan powder TiO<sub>2</sub>/kitosan

Gel TiO <sub>2</sub> /Kitosan sebelum kalsinasi	Waktu kalsinasi (jam)	Suhu 250°C	Suhu 300°C
Kuning	2	Hitam	Hitam
Kuning	3	Hitam	Hitam
Kuning	4	Hitam	Hitam
Kuning	5	Hitam	Hitam

**Lampiran 8.** Gambar bentuk fisik kitin, kitosan dan kelarutan kitosan komersil dalam asam asetat 2%.

a.



b.



**Gambar 21.** Bentuk fisik kitin, kitosan dan kelarutan kitosan komersil dalam asam asetat 2%



## Lampiran 9

Kitosan isolasi sendiri dan komersil direaksikan dengan pereaksi van wesslink dengan penambahan larutan  $I_2$ -KI.

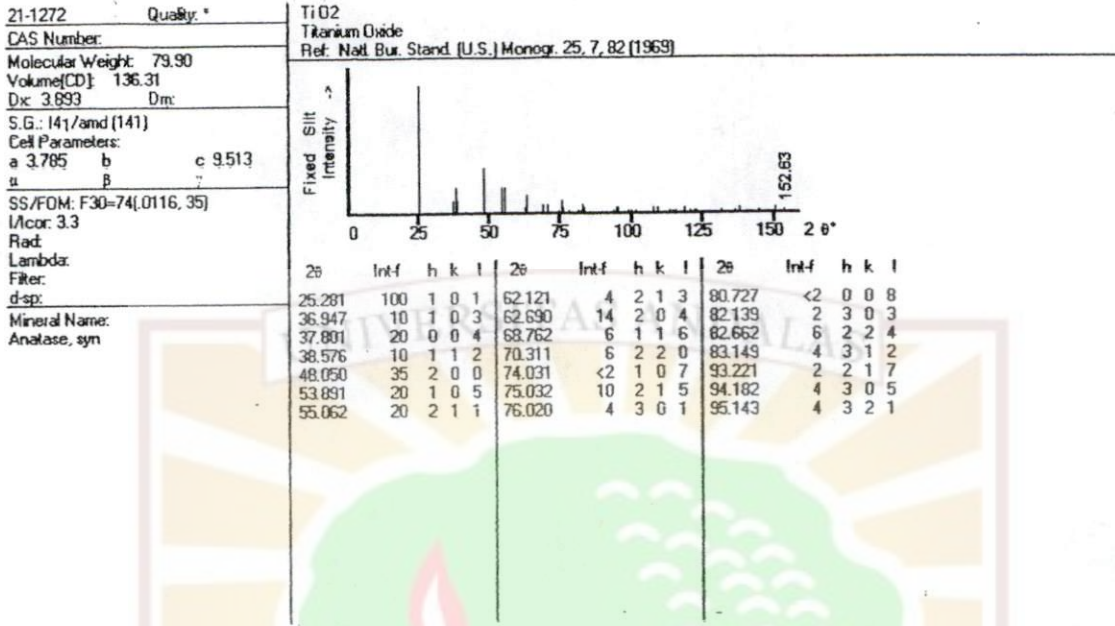
a. Kitosan isolasi +  $I_2$ -KI.



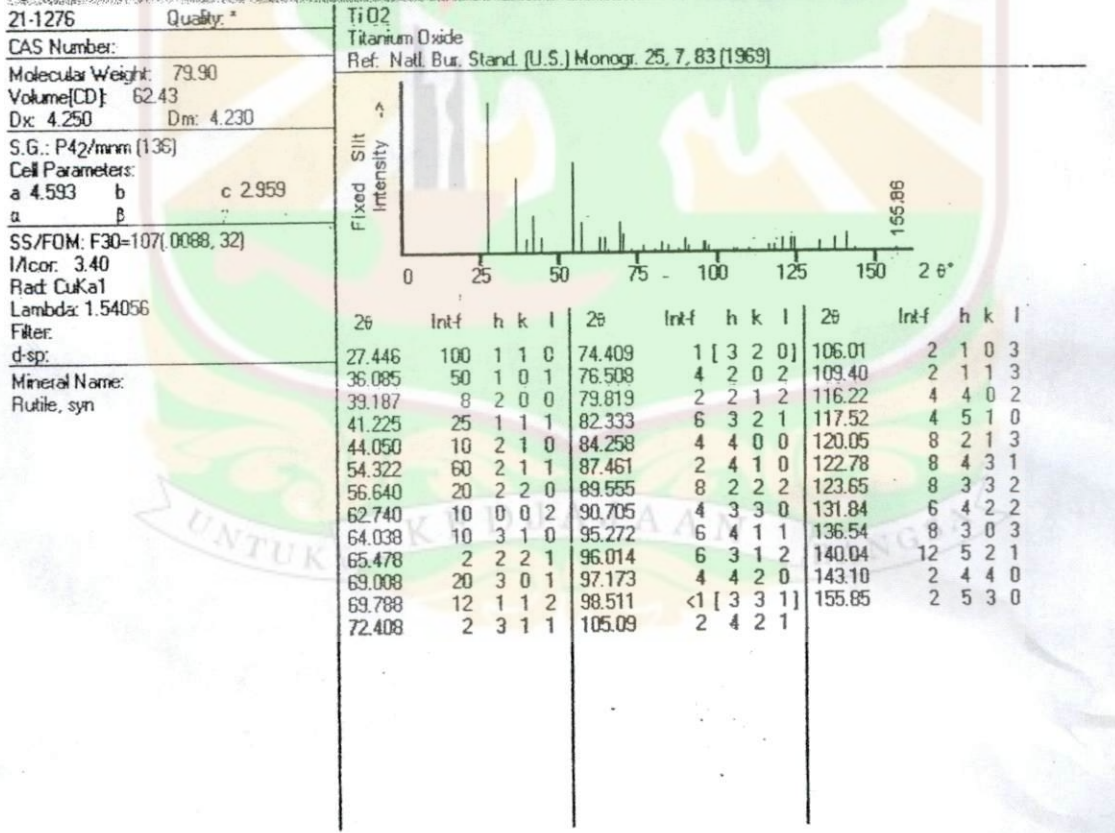
b. Kitosan komersil +  $I_2$ -KI.



Lampiran 10. Data JCPDS TiO<sub>2</sub> dan KITOSAN



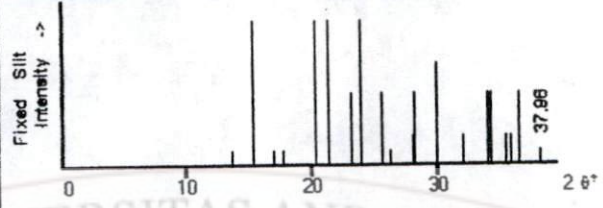
PDF # 211276, Wavelength = 1.54056 (Å)





39-1894 Quality: (C6H11N O4)x  
 CAS Number: Chitosan  
 Molecular Weight: 0.00  
 Volume(CD): 1410.91  
 Dx: 1.520 Dm: 1.440  
 S.G.:  
 Cell Parameters:  
 a 8.24 b 16.48 c 10.39  
 α β γ  
 SS/FOM: F20=2(0.178, 66)  
 I/cor:  
 Rad: CuKα  
 Lambda: 1.5418  
 Filter: Ni  
 d-sp: diffractometer

(C6H11N O4)x  
 Chitosan  
 Ref: Ogawa, K et al., Macromolecules, 17, 973 (1984)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
13.623	10	1	0	1	23.920	100	1	4	0	33.956	50	3	2	0
13.623	10	0	2	1	25.597	50	2	2	1	34.224	50	3	0	1
15.197	100	1	2	0	25.597	50	1	4	1	34.224	50	0	6	1
16.985	10b	0	0	2	26.210	10b	0	1	3	35.336	20	2	4	2
17.703	10	1	2	1	27.969	20	2	0	2	35.773	20	2	2	3
20.321	100	1	0	2	27.969	20	0	4	2	35.773	20	1	4	3
20.321	100	0	2	2	28.149	50	1	0	3	36.372	50	1	0	4
21.307	100	2	0	0	28.149	50	0	2	3	36.372	50	0	2	4
21.307	100	0	4	0	29.985	70	1	2	3	37.964	10	1	2	4
23.041	50	1	2	2	31.962	20	2	4	1	37.964	10	0	3	4
23.920	100	2	2	0	33.956	50	1	5	2					

