



**SINTESIS Ni-TiO<sub>2</sub> DENGAN METODE SOL-GEL DAN UJI  
AKTIVITASNYA UNTUK DEKOMPOSISI AIR**

**SKRIPSI**

disajikan sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana  
Program Studi Kimia

oleh  
Angga Purnama  
4350408036

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG  
2013**

## PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi yang berjudul

”Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> Dengan Metode Sol-gel Dan Uji Aktivitasnya Untuk Dekomposisi Air”

disusun oleh

Nama : Angga Purnama

NIM : 4350408036

telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang pada hari Senin, 14 Februari 2013.

Semarang, 14 Februari 2013

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si

Ir. Sri Wahyuni, M.Si

NIP. 196504291991031001

NIP. 196512281991022001

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> Dengan Metode Sol-gel Dan Uji Aktivitasnya Untuk  
Dekomposisi Air

disusun oleh

Nama : Angga Purnama

NIM : 4350408036

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Matematika  
dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang pada tanggal 22  
Februari 2013.

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Prof. Dr. Wiyanto, M. Si  
NIP 196310121988031001

Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP 196507231993032001

Ketua Penguji

Harjito, S.Pd, M.Sc  
NIP 197206232005011001

Anggota Penguji/  
Pembimbing Utama

Anggota Penguji/  
Pembimbing Pendamping

Drs. . Sigit Priatmoko, M.Si  
NIP. 196504291991031001

Ir. Sri Wahyuni, M.Si  
NIP. 196512281991022001

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan lain yang terdapat dalam skripsi ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 14 Februari 2013

Yang menyatakan

Angga Purnama

NIM. 43050408036

## MOTTO

- Kegagalan hanya terjadi bila kita menyerah
- Allah akan mengangkat derajat orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang berilmu beberapa derajat (QS.Al Mujadilah:11).

Skripsi ini untuk:

- Keluarga tercinta: Papa, Mama dan adikku Pingky.
- Teman-teman kimia angkatan 2008
- My best friends in REM FM. I am sure we'll be a extraordinary! Viva Academica !

## **PRAKATA**

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan nikmat-Nya yang senantiasa tercurah sehingga peneliti dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> Dengan Metode Sol-gel Dan Uji Aktivitasnya Untuk Dekomposisi Air”.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada berbagai pihak yang telah memberikan bantuan moril dan materiil dalam penyelesaian skripsi ini kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan ijin dan kemudahan dalam melakukan penelitian,
2. Ketua Jurusan Kimia Universitas Negeri Semarang yang memberikan bantuan administrasi teknis dan nonteknis dalam penelitian dan pelaporan hasil penelitian,
3. Bapak Drs. Sigit Priatmoko, M.Si. selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan saran selama penyusunan skripsi,
4. Ibu Ir. Sri Wahyuni, M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan saran selama penyusunan skripsi,
5. Bapak Harjito, Spd, M.Sc selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan dan saran,
6. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis berharap skripsi ini bermanfaat bagi pembaca dan kemajuan ilmu kimia di Indonesia.

Semarang, 14 Februari 2013

Peneliti

## ABSTRAK

Purnama, Angga. 2013. Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> Dengan Metode Sol-Gel Dan Uji Aktivitasnya Pada Dekomposisi Air. Skripsi. Jurusan Kimia, Program Studi Kimia, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang. Pembimbing : I. Drs. Sigit Priatmoko, M.Si, Pembimbing II : Ir.Sri Wahyuni, M.Si.

Kata kunci : Hidrogen, Gliserol, Ni-TiO<sub>2</sub>, Sol-gel, Dekomposisi air

Telah dilakukan sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel dan uji aktivitasnya pada dekomposisi air. Tujuan dalam penelitian adalah mensintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dan mengetahui kinerja Ni-TiO<sub>2</sub> dalam mendekomposisi air dengan gliserol. Ni-TiO<sub>2</sub> disintesis menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TIP sebagai media pendistribusian ion dopan. Karakterisasi terhadap material hasil sintesis meliputi: band gap, struktur dan ukuran kristal, porositas dan jumlah Ni yang terdopan berturut-turut menggunakan DR-UV, XRD, BET dan AAS. Ni-TiO<sub>2</sub> diuji aktivitasnya menggunakan lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm. Penambahan Ni masing-masing 1, 3, 5 10 terhadap massa TiO<sub>2</sub> berturut-turut sebesar 3,33 eV, 2,71 eV, 2,60 eV, 2,54 eV dan 1,85 eV. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa Ni-TiO<sub>2</sub> mengalami perubahan dan intensitas struktur *anatase* pada sintesis Ni-TiO<sub>2</sub>, serta mengakibatkan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub> menjadi semakin kecil seiring dengan banyaknya dopan Ni.

## ABSTRACT

Purnama, Angga. 2013. Synthesis of Ni-TiO<sub>2</sub> with Sol-Gel Method and tested the activity on the decomposition of water. Final Project. Chemistry Department, Chemistry Study Program, Faculty of Mathematics and Natural Sciences. Semarang State University. The First Advisor is Drs. Sigit Priatmoko, M.Si, and The Second Advisor is Ir.Sri Wahyuni, M.Si

Keywords : Hydrogen, Glycerol, Ni-TiO<sub>2</sub>, Sol-gel, Decomposition of Water

Synthesis of Ni-TiO<sub>2</sub> sol-gel method and test its activity on the decomposition of water has been done. The purpose of this research is to synthesize Ni-TiO<sub>2</sub> and determine the performance of Ni-TiO<sub>2</sub> in decomposing water with glycerol. Ni-TiO<sub>2</sub> synthesized using sol-gel method used TIP precursor for medium of ion dopant distribution. Characterization of the synthesized materials include: band gap, structure and crystal size, porosity and the amount of Ni using DR-UV, XRD, BET and AAS. Ni-TiO<sub>2</sub> tested its activity using UV lamp with 254 nm. The addition of Ni respectively 1, 3, 5 10 the mass of TiO<sub>2</sub>, respectively for 3.33 eV, 2.71 eV, 2.60 eV, 2.54 eV and 1.85 eV. XRD characterization results indicate that the Ni-TiO<sub>2</sub> having anatase structure and intensity changes in the synthesis of Ni-TiO<sub>2</sub> and the resulting Ni-TiO<sub>2</sub> crystal size becomes smaller as the number of doped Ni.



# DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO .....	v
PRAKATA.....	vi
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB 1. PENDAHULUAN .....	1
1.1. Latar Belakang Masalah.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	5
1.3. Tujuan .....	5
1.4. Manfaat .....	6
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA .....	7
2.1 Hidrogen (H <sub>2</sub> ).....	7
2.2 Gliserol .....	8
2.3 Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	9
2.4 Mekanisme Kerja Fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	12
2.5 Nikel (Ni) .....	14
2.6 Sintesis Ni-TiO <sub>2</sub> dengan Metode Sol-gel .....	15
2.7 Proses Dekomposisi Air .....	17
2.8 Kerangka Berfikir .....	19

BAB 3. METODE PENELITIAN .....	22
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian .....	22
3.2 Populasi dan Sampel .....	22
3.3 Variabel Penelitian .....	22
3.4 Prosedur Penelitian .....	23
3.5 Metode Analisis Data .....	31
BAB 4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN .....	32
4.1 Hasil Penelitian .....	32
4.2 Pembahasan .....	40
BAB 5. SIMPULAN DAN SARAN .....	55
5.1 Simpulan .....	55
5.2 Saran .....	56
DAFTAR PUSTAKA .....	57
LAMPIRAN .....	61

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 Perubahan Fisik Proses Pembentukan Bubuk Ni-TiO <sub>2</sub> Akibat Rasio Massa Logam Nikel.....	32
4.2 Data Hasil Karakterisasi Kristal Ni-TiO <sub>2</sub> Menggunakan XRD .....	34
4.3 Distribusi Logam Ni dalam TiO <sub>2</sub> .....	36
4.4 Hasil Penentuan Luas Permukaan, Rerata Jejari Pori dan Volume Total Pori Menggunakan BET .....	36
4.5 Pengaruh Variasi Logam Ni dalam Mendekomposisi Air dengan Gliserol Menggunakan Sinar UV 254 nm .....	37
4.6 Pengaruh Keberadaan Gliserol dan Sinar UV 254 nm dalam Mendekomposisi Air .....	38
4.7 Hasil Penentuan Kadar Gliserol Sebelum dan Sesudah Dekomposisi Air .....	39
4.8 Energi Gap Semikonduktor Ni-TiO <sub>2</sub> .....	44
4.9 Data Nilai Panjang Gelombang Berdasarkan <i>Band Gap</i> .....	49

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Gliserol.....	8
2.2 Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> .....	10
2.3 Prinsip Water Splitting Menggunakan Fotokatalis Semikonduktor .....	13
2.4 Mekanisme Reaksi Sol-gel.....	17
2.5 Spektrum Sinar.....	18
3.1 Rancangan Alat Dekomposisi Air.....	29
4.1 Perbandingan Difraktogram Bubuk TiO <sub>2</sub> dengan Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100 dan Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100.....	33
4.2 Kurva <i>Band-Gap</i> Hasil Karakterisasi DR-UV .....	35
4.3 Uji nyala api .....	39
4.4 Foto Optik Perbesaran 1000x dari TiO <sub>2</sub> .....	41
4.5 Grafik Kenaikan Luas Permukaan (m <sup>2</sup> /g), Ukuran Pori (Å) dan Volume total Pori (cc/g).....	46
4.6 Grafik Hubungan Antara Volume Gas dengan Waktu pada Variasi Rasio Logam Ni dalam Mendekomposisi Air dengan Gliserol 20% .....	47
4.7 Grafik Laju Rata-rata Volume Gas yang Dihasilkan pada Rasio Logam Ni dalam Mendekomposisi Air dengan Gliserol 20% .....	48
4.8 Grafik Hubungan Antara Volume Gas dengan Waktu pada Pengaruh Keberadaan Gliserol dan Sinar UV 254 nm dalam Mendekomposisi Air .....	50
4.9 Grafik Keadaan Awal Konsentrasi Gliserol Sebelum Proses Dekomposisi Air dan Keadaan Akhir Setelah Proses Dekomposisi Air .....	53

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema Kerja .....	61
2. Perhitungan .....	64
3. Hasil Karakterisasi XRD .....	66
4. Hasil Karakterisasi DR-UV .....	79
5. Hasil Karkterisasi AAS .....	93
6. Hasil Karakterisasi BET .....	97
7. Hasil Uji Dekomposisi Air .....	99
8. Hasil Penentuan Massa Jenis Gliserol .....	101
9. Dokumentasi .....	103

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang Masalah

Kebutuhan sumber energi fosil semakin lama semakin meningkat seiring dengan bertambahnya tingkat mobilitas masyarakat dunia dan tingginya penggunaan bahan bakar di industri. Sumber energi alternatif baru pengganti minyak bumi semakin intensif dilakukan karena minyak bumi dapat menimbulkan pencemaran lingkungan dan harga minyak bumi yang semakin meningkat. Oleh karena itu diperlukan upaya-upaya untuk mencari pengganti minyak bumi sebagai bahan bakar yang ramah lingkungan. Salah satu sumber energi pengganti minyak bumi masa depan yang sangat potensial adalah hidrogen. Hidrogen merupakan salah satu pilihan energi alternatif karena mudah dikonversi dan tidak merusak lingkungan. Selain itu, hidrogen merupakan bahan bakar yang bersih dan ramah lingkungan karena pembentukannya berasal dari air dan tidak menghasilkan polutan atau gas rumah kaca (Dimitris *et al.*, 2008).

Di alam hidrogen tidak tersedia dalam bentuk bebas atau dapat diperoleh layaknya sumber energi fosil tetapi hidrogen harus diproduksi. Banyak upaya yang telah dilakukan untuk memproduksi hidrogen, diantaranya adalah proses *steam reforming* (Pompeo *et al.*, 2011) dan produksi melalui sumber terbarukan, salah satunya yaitu melalui proses elektrolisis air (Park *et*

*al.*, 2008). Dalam proses produksi hidrogen dengan *steam reforming* ini membutuhkan biaya yang mahal dan memerlukan suhu tinggi tekanan atmosferik (Qadaryah *et al.*, 2009). Elektrolisis air juga merupakan teknologi produksi hidrogen yang memerlukan jumlah listrik sangat banyak sehingga energi yang dikonsumsi dalam proses elektrolisis dengan energi kimia yang dihasilkan masih belum seimbang secara ekonomis. Oleh karena itu diperlukan proses alternatif yang efisien dan murah serta ramah terhadap lingkungan. Proses fotokatalisis merupakan salah satu proses yang dapat digunakan untuk produksi hidrogen dari air (Abe, 2010).

Metode fotokatalisis ini bekerja menggunakan radiasi sinar untuk mendekomposisi air dengan memanfaatkan bahan-bahan yang bersifat semikonduktor sebagai fotokatalis dan penambahan *sacrificial agent*. Berbagai jenis *sacrificial agent* untuk mencegah terbentuknya oksigen telah digunakan seperti etanol (Mulia, 2009), ion iodida (Prima, 2009) dan sukrosa (Hellian, 2010). Penggunaan *sacrificial agent* menjadikan tingkat keefektifitasan yang tinggi dalam mencegah pembentukan O<sub>2</sub> sehingga H<sub>2</sub> yang terbentuk tidak bereaksi kembali dengan O<sub>2</sub> membentuk molekul air (Mulia, 2009). Dalam penelitian yang telah dilakukan Hellian (2010) didapatkan volume gas maksimum dihasilkan pada konsentrasi 0,006 g/L larutan TiO<sub>2</sub> dan 0,10 g/L sukrosa yaitu sebanyak 2,9 mL. Namun pada produksi hidrogen dari gliserol (Luo, 2009) dilaporkan dapat menghasilkan lebih banyak hidrogen jika dibandingkan dengan derivat biomassa lain seperti glukosa dan sukrosa. Produksi hidrogen dari gliserol dilaporkan memiliki

fungsi ganda dalam proses fotokatalitik yaitu sebagai sumber hidrogen dan juga sebagai donor elektron.

Saat ini fotokatalisis berbahan semikonduktor untuk produksi hidrogen dari air yang banyak dikembangkan adalah  $\text{TiO}_2$ . Semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dikenal memiliki berbagai keunggulan penting, terutama untuk aplikasi produksi hidrogen dari air (*water splitting*) antara lain memiliki ketahanan terhadap korosi, kestabilan yang tinggi, ketersediaan yang melimpah di alam dan harga yang relatif rendah (Radecka *et al.*, 2008). Selain ramah lingkungan, reformasi fotokatalisis tersebut merupakan proses yang hemat energi karena energi foton dapat diperoleh dari sinar matahari pada kondisi ambien (Afrozi, 2010).

Upaya untuk merekayasa  $\text{TiO}_2$  menjadi lebih baik adalah dengan menambahkan dopan logam pada katalis  $\text{TiO}_2$ . Fungsi dopan sebagai *electron trapping* yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Afrozi, 2010). Logam-logam seperti platina, nikel, molibdenum dan paladium merupakan jenis katalis yang sering digunakan untuk reaksi katalitik. Namun karena harga platina, molibdenum dan paladium yang mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Mulyaningsih, 2012). Pada penelitian Takashi *et al* (2003), logam nikel telah diuji sebagai dopan untuk menaikkan efisiensi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  pada daerah sinar tampak serta mengurangi *band gap* pada  $\text{TiO}_2$ . Pada penelitian yang telah dilakukan Afrozi (2010) dengan variasi rasio Ni terhadap  $\text{TiO}_2$  0%, 1%, 3%, 5%, 10% menunjukkan pada loading Ni 5% belum terlihat keberadaan kristal dari NiO, namun terlihat puncak kecil di 20



= 44° pada loading Ni 10%. Hal ini diduga karena kecilnya konsentrasi loading Ni pada TiO<sub>2</sub>.

Untuk memasukkan logam Ni ke dalam TiO<sub>2</sub> banyak cara yang dapat dilakukan antara lain metode kopresipitasi, metode hidrotermal dan metode sol-gel. Metode sol-gel dapat diaplikasikan untuk preparasi nanopartikel karena dapat mengontrol ukuran partikel dan homogenitasnya (Liqun *et al.*, 2005). Dibandingkan metode sol-gel, metode kopresipitasi dinilai memiliki kelemahan yaitu penyebaran logam yang tidak merata (Kusuma *et al.*, 2011). Oleh sebab itu menggunakan metode sol-gel akan lebih menguntungkan. Metode sol-gel meliputi proses hidrolisis, kondensasi, gelasi, *aging*, dan pengeringan (Brinker dan Scherer, 1990). Menurut Purwanto (2008) dalam studi metode sintesis materi berukuran nano, metode sol-gel merupakan salah satu metode yang cukup sederhana dan mudah dalam penerapannya. Pada metode sol-gel, larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar dari pada sol).

Temperatur kalsinasi dapat meningkatkan aktivitas pada fotokatalis TiO<sub>2</sub>. Menurut Sikong (2008), TiO<sub>2</sub> kristalin dapat dibentuk pada suhu diatas 300°C dan didominasi oleh struktur *anatase*. Penelitian yang dilakukan oleh Rilda *et al* (2010) menunjukkan bahwa pada suhu 500°C intensitas *anatase* lebih tinggi dibandingkan suhu 400°C. Sedangkan jika suhu kalsinasi ditingkatkan pada suhu 600°C kristal *rutile* mulai terbentuk (Huang *et al.*,

2007). Sehingga, temperatur kalsinasi menjadi faktor penting dalam pembentukan kristal dengan karakteristik yang tepat.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, permasalahan yang timbul dalam penelitian ini antara lain :

- a. Bagaimanakah pengaruh dopan Ni terhadap *energy gap*, kristalinitas dan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub>?
- b. Bagaimanakah pengaruh dopan Ni terhadap luas permukaan Ni-TiO<sub>2</sub>?
- c. Berapakah banyaknya logam Ni yang berhasil terdopan pada TiO<sub>2</sub>?
- d. Bagaimanakah kinerja Ni-TiO<sub>2</sub> dalam mendekomposisi air dengan gliserol?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Sesuai dengan rumusan permasalahan yang diajukan maka tujuan yang ingin diperoleh adalah:

- a. Mengetahui pengaruh dopan Ni terhadap *energy gap*, kristalinitas dan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub>.
- b. Mengetahui pengaruh dopan Ni terhadap luas permukaan Ni-TiO<sub>2</sub>.
- c. Mengetahui banyaknya logam Ni yang didopan pada TiO<sub>2</sub>.
- d. Mengetahui kinerja Ni-TiO<sub>2</sub> dalam mendekomposisi air dengan gliserol.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang dapat diperoleh dari penelitian ini adalah didapatkannya fotokatalis semikonduktor Ni-TiO<sub>2</sub> yang disintesis dari titanium isopropoksida sebagai bahan prekursor pembuatan TiO<sub>2</sub> yang didopan dengan logam nikel untuk uji aktivitasnya pada dekomposisi air untuk produksi hidrogen. Pemanfaatan nanopartikel TiO<sub>2</sub> sebagai semikonduktor yang digunakan pada dekomposisi air adalah sebagai upaya untuk menggantikan sumber energi fosil yang dapat menimbulkan pencemaran lingkungan dan efek rumah kaca.

Manfaat lain yang diperoleh bagi peneliti adalah mengetahui adanya teknik sintesis material nanopartikel yang tepat dan memperoleh referensi baru bahwa dekomposisi air dan gliserol untuk produksi hidrogen dapat ditimbulkan dan dikatalisis oleh semikonduktor seperti TiO<sub>2</sub> yang didopan dengan Ni.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Hidrogen (H<sub>2</sub>)

Hidrogen merupakan suatu unsur yang memiliki sifat utama yaitu sangat mudah terbakar. Pembakaran hidrogen menghasilkan energi sebesar 286 kJ/mol. Jika dibandingkan dengan reaksi pembakaran metana, energi yang dihasilkan oleh reaksi pembakaran hidrogen masih lebih kecil. Namun, pembakaran menggunakan hidrogen memiliki kelebihan yang tidak dimiliki oleh pembakaran metana atau hidrokarbon antara lain: tidak menimbulkan polutan CO<sub>x</sub> sebagai produk pembakaran. Selain itu, proses konversi hidrogen menjadi energi dalam aplikasi terhadap mesin ataupun *fuel cell* jauh lebih efisien dibandingkan dengan menggunakan bensin (Afrozi, 2010).

Hidrogen merupakan gas tidak berwarna, tidak berbau dan tidak larut dalam air. Hidrogen terbakar di udara membentuk air, serta akan bereaksi dengan oksigen dan halogen dengan disertai ledakan pada kondisi tertentu. Pada suhu tinggi gas tersebut akan mereduksi banyak oksida, baik menjadi oksida yang lebih rendah ataupun menjadi logamnya (Cotton, F. A, dan Wilkinson, G. 1989).

Gas hidrogen akan terbakar pada konsentrasi serendah 4% H<sub>2</sub> di udara bebas. Ketika dicampur dengan oksigen dalam berbagai perbandingan, hidrogen akan meledak seketika apabila disulut dengan api dan akan meledak sendiri pada temperatur 560 °C. Hidrogen terbakar menurut persamaan kimia:

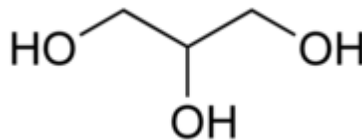
-

Δ

Hidrogen merupakan unsur paling melimpah dengan persentase kira-kira 75% dari total massa unsur alam semesta. Akan tetapi dalam bentuk senyawa, hidrogen relatif jarang dijumpai secara alami di bumi. Hidrogen biasanya diproduksi secara industri dari berbagai senyawa hidrokarbon seperti metana contohnya pada proses *steam reforming of methane* (SRM). Proses ini dapat menghasilkan hidrogen dalam jumlah yang jauh lebih banyak dibandingkan dengan proses fotokatalitik heterogen. Namun, proses tersebut dinilai menghasilkan senyawa CO melebihi ambang batas yang diperkenankan untuk aplikasi contohnya seperti *fuel cell* (Afrozi, 2010).

## 2.2 Gliserol

Gliserol atau 1,2,3-propanatriol merupakan senyawa yang mempunyai kekentalan yang tinggi, tidak berbau, tidak berwarna, dan berasa manis (0,6 kali sukrosa). Gliserol bersifat higroskopis sehingga membuat gliserol dapat menyerap air di udara. Titik lelehnya 18,17°C dan mempunyai titik didih 290°C disertai dekomposisi (O'Neil *et al.* 2006).



Gambar 2.1. Struktur gliserol

Gliserol merupakan produk samping dari produksi biodiesel. Dalam setiap produksi biodiesel, dihasilkan gliserol sebesar 10% berat. Seiring dengan

perkembangan industri biodiesel, maka jumlah gliserol yang terproduksi juga semakin meningkat, sehingga pasokan gliserol juga akan berlimpah membanjiri pasar dunia (Afrozi, 2010). Di sisi lain, kelimpahan gliserol akibat peningkatan produksi biodiesel menyebabkan harga gliserol di dunia menjadi turun drastis, bahkan mencapai tingkat harga terendah sebesar 0,05 USD per lb (Dasari, 2006). Salah satu pilihan yang dapat dilakukan ialah memanfaatkan gliserol menjadi produk yang mempunyai nilai tambah.

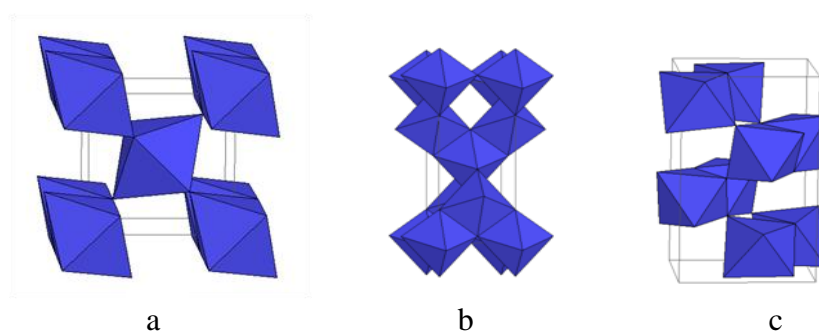
Dewasa ini pemanfaatan gliserol dalam proses fotokatalitik air sebagai sumber terbarukan cukup menjadi sorotan. Gliserol dalam proses fotokatalitik air dengan menggunakan semikonduktor mempunyai peranan sebagai *sacrificial agent*. Keberadaan gliserol pada proses fotokatalitik reaksi dekomposisi air menggunakan semikonduktor dapat menambah jumlah produksi gas hidrogen dibandingkan dengan tanpa gliserol (Slamet *et al.*, 2011).

### **2.3 Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)**

TiO<sub>2</sub> merupakan padatan berwarna putih, mempunyai berat molekul 79,90, densitas 4,26 gcm<sup>-3</sup>, tidak larut dalam HCl, HNO<sub>3</sub> dan aquaregia, tetapi larut dalam HF dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Cotton dan Wilkinson, 1988).

TiO<sub>2</sub> merupakan semikonduktor yang memiliki fotoaktivitas dan stabilitas kimia tinggi serta tahan terhadap fotokorosi dalam semua kondisi larutan kecuali pada larutan yang sangat asam atau mengandung fluoride. Selain murah, TiO<sub>2</sub> tersedia secara komersial dan preparasinya mudah dilakukan di laboratorium (Brown *et al.*, 1992).

Katalis  $\text{TiO}_2$  memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite*. Struktur *Rutile* dan *anatase* cukup stabil keberadaannya dibandingkan dengan struktur *brookite* dan biasa digunakan sebagai fotokatalis (Gates, 1991). Perbedaan kedua struktur ini menyebabkan perbedaan massa jenis (3,9 g/mL untuk *anatase* dan 4,2 g/mL untuk *rutile*), *energy gap*, serta kemampuan penyerapan sinar.



Gambar 2.2. Struktur Kristal  $\text{TiO}_2$  a) *Rutile*; b) *Anatase*; c) *Brookite* (Gates, 1991)

Perbedaan bentuk kristal akan mempengaruhi aktivitas fotokatalis  $\text{TiO}_2$ . Bentuk kristal *anatase* memiliki aktivitas fotokatalis terbaik dibandingkan dengan bentuk *rutile* maupun *brookite*.  $\text{TiO}_2$  *anatase* ini memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan permukaan yang lebih luas sehingga sifat katalitiknya lebih baik (Syukri, 2003). Bentuk kristal *anatase* diamati terjadi pada pemanasan  $\text{TiO}_2$  bubuk mulai dari suhu  $120^\circ\text{C}$  dan mencapai sempurna pada suhu  $500^\circ\text{C}$ . Kristal *rutile* mulai terbentuk pada suhu  $700^\circ\text{C}$  (Gunlazuardi dan Tjahjanto, 2001) dan terjadi penurunan luas permukaan serta pelemahan aktivitas fotokatalis.

Struktur kristal *brookite* sulit untuk dipreparasi sehingga biasanya hanya struktur kristal *rutile* dan *anatase* yang umum digunakan pada reaksi fotokatalitik. Secara fotokatalitik, struktur *anatase* menunjukkan aktivitas yang

lebih baik dari segi kereaktifan dibandingkan dengan struktur *rutile* (Wu, 2004). Struktur *anatase* merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan struktur *rutile* dan struktur ini muncul pada rentang suhu pemanasan dekomposisi senyawa titanium ( $400\text{-}6500^\circ\text{C}$ ). Selain itu *band gap* energi *anatase* lebih besar daripada *rutile* sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Licciuli, 2002).

Perbedaan struktur kristal juga mengakibatkan perbedaan energi struktur pita elektroniknya. Tingkat energi hasil hibridisasi yang berasal dari kulit 3d titanium bertindak sebagai pita konduksi sedangkan tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p oksigen bertindak sebagai pita valensi. Konsekuensinya posisi tingkat energi pita valensi, pita konduksi dan besarnya energi *gap* di antara keduanya akan berbeda bila lingkungan atau penyusunan atom Ti dan O di dalam kristal  $\text{TiO}_2$  berbeda, seperti pada struktur *anatase* ( $E_g = 3,2 \text{ eV}$ ) dan *rutile* ( $E_g = 3,0 \text{ eV}$ ) (Gunlazuardi dan Tjahjanto, 2001).

Semakin kecil *band gap*, semakin mudah pula fotokatalis menyerap foton dengan tingkat energi lebih kecil namun semakin besar pula kemungkinan *hole* dan elektron untuk berekombinasi. Oleh karena itu, kedua aspek tersebut perlu dipertimbangkan dalam pemilihan fasa semikonduktor  $\text{TiO}_2$ . Akan tetapi energi *gap* yang terlalu kecil juga akan berpengaruh pada kinerja fotokatalis. Energi *gap* yang terlalu kecil akan menyebabkan loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi sehingga elektron kurang bebas (Lestari *et al*, 2012).



*Anatase* bersifat metastabil dan cenderung bertransformasi menjadi *rutile* pada suhu tinggi (sekitar 915 °C). Banyak faktor yang mempengaruhi transformasi *anatase-rutile* diantaranya dimensi rata-rata partikel dan Kristal, adanya *impurities* pada bagian dalam dan permukaan TiO<sub>2</sub> dan komposisi gas di sekitar katalis selama reaksi katalitik (Cristallo *et al.*, 2001).

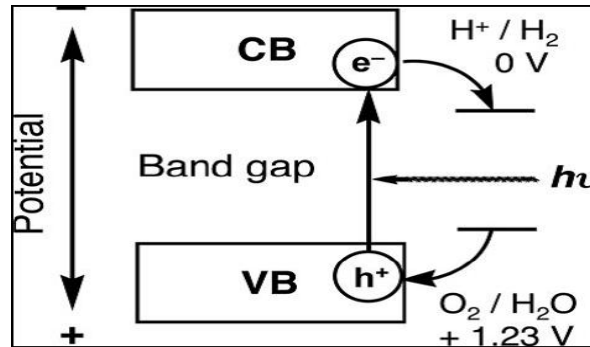
Fasa *rutile* TiO<sub>2</sub> menunjukkan fotoaktivitas yang lebih rendah dari fasa *anatase*. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, *rutile* dipreparasi dengan kalsinasi *anatase* pada suhu tinggi. Namun beberapa sumber melaporkan bahwa preparasi *rutile* pada suhu rendah telah berkembang dan menghasilkan fotoaktivitas yang cukup tinggi (Afrozi, 2010).

## 2.4 Mekanisme Kerja Fotokatalis TiO<sub>2</sub>

Titanium dioksida mempunyai pita valensi (VB) yang terisi penuh dan pita konduksi (CB) yang kosong. Apabila temperatur naik atau dengan adanya eksitasi optik (cahaya) dengan energi yang melebihi energi dari E<sub>g</sub>, elektron akan naik ke CB meninggalkan VB, maka terjadilah *hole* atau muatan positif pada VB. Pada TiO<sub>2</sub> luangan *band*-nya sebanding dengan radiasi cahaya 388 nm (3,23 eV) pada daerah dekat UV (Noqueira *et al.*, 1993).

Semikonduktor TiO<sub>2</sub> memiliki struktur pita di mana pita konduksi dipisahkan dari pita valensi oleh celah pita dengan lebar yang sesuai. Ketika energi cahaya lebih besar dari *band gap*, elektron dan *hole* akan dihasilkan dalam pita konduksi dan pita valensi. Elektron dan *hole* menyebabkan reaksi redoks mirip dengan elektrolisis. Molekul air direduksi oleh elektron untuk membentuk H<sub>2</sub> dan teroksidasi oleh *hole* untuk membentuk O<sub>2</sub> untuk

pemisahan air secara keseluruhan. Reaksi fotokatalitik pada bahan semikonduktor ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Kudo, 2007).



Gambar 2.3. Prinsip *Water Splitting* menggunakan fotokatalis semikonduktor (Kudo, 2007)

Penyerapan foton dengan energi lebih tinggi dari celah pita semikonduktor, yang mengarah ke generasi pasangan elektron-*hole* dalam partikel semikonduktor. Poin penting dalam bahan fotokatalis semikonduktor adalah lebar celah pita dan tingkat pita konduksi dan pita valensi. Tingkat bawah pita konduksi harus lebih negatif daripada potensial redoks  $\text{H}^+ / \text{H}_2$  (0 V vs NHE), sedangkan tingkat atas pita valensi menjadi lebih positif daripada potensial redoks  $\text{O}_2 / \text{H}_2\text{O}$  (1,23 V vs NHE).

Struktur kristal, kristalinitas dan ukuran partikel sangat mempengaruhi kinerja pada proses fotokatalitik. Apabila kualitas kristal semakin tinggi maka semakin kecil jumlah kerusakan yang terjadi. Kerusakan yang beroperasi sebagai *trapping* dan pusat rekombinasi antara elektron dan *hole* mengakibatkan penurunan aktivitas fotokatalitik.

Hal-hal penting untuk reaksi kimia pada permukaan adalah karakter permukaan (situs aktif) dan kuantitas (luas permukaan). Jika elektron dan *hole* memiliki potensi termodinamika yang cukup untuk pemisahan air, mereka

harus bergabung kembali dengan yang lain jika situs aktif untuk reaksi redoks tidak ada di permukaan. Co-katalis seperti Pt, NiO dan RuO<sub>2</sub> biasanya dimuat untuk memperkenalkan situs aktif untuk H<sub>2</sub> karena tingkat pita konduksi fotokatalis oksida banyak yang tidak cukup tinggi untuk menjadikan air sebagai penghasil H<sub>2</sub> tanpa bantuan katalitik (Abe, 2010).

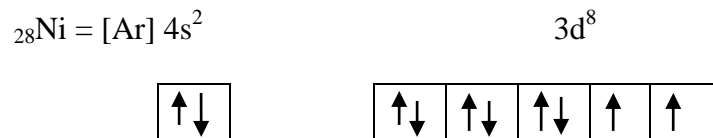
## 2.5 Nikel (Ni)

Logam Ni dengan nomor atom 28 memiliki konfigurasi elektron [18Ar] 3d<sup>8</sup> 4s<sup>2</sup>. Nikel mempunyai sifat tahan karat. Dalam keadaan murni, nikel bersifat lembek, tetapi jika dipadukan dengan besi, krom, dan logam lainnya, dapat membentuk baja tahan karat yang keras, mudah ditempa

Dalam proses penyediaan sumber energi, baik berupa bahan bakar fosil maupun dari yang terbarukan biasanya memerlukan beberapa tahapan proses agar bahan bakar yang diperoleh memiliki karakteristik tertentu yang memenuhi syarat yang digunakan. Logam-logam seperti platina, nikel, molibdenum, dan paladium merupakan jenis katalis yang sering digunakan untuk reaksi katalitik. Namun karena harga platina dan paladium yang sangat mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Mulyaningsih, 2012).

Nikel mempunyai orbital 3d yang belum penuh. Sesuai dengan aturan hund, pada orbital 3d ini terdapat dua elektron tak berpasangan. Keadaan inilah yang menentukan sifat-sifat nikel. Oleh karena itu, logam nikel mudah membentuk ikatan kovalen koordinat sehingga pembentukan zat antara pada permukaan katalis menjadi lebih mudah. Dalam mekanisme reaksi yang

menggunakan katalis padatan terjadi peristiwa absorpsi molekul-molekul reaktan pada permukaan padatan logam yang memiliki elektron tak berpasangan dalam orbital d. Konfigurasi elektron atom nikel adalah sebagai berikut :



Nikel menyerap sejumlah hidrogen bila dipisahkan secara halus dan digunakan untuk reduksi katalitik (Cotton dan Wilkinson, 1989). Logam nikel ini telah diuji sebagai dopan untuk menaikkan efisiensi fotokatalis  $\text{TiO}_2$  pada daerah sinar tampak. Penambahan logam ini berperan dalam mengurangi *band gap* dari  $\text{TiO}_2$  yang akan digunakan pada saat fotoeksitasi. Selain itu, penambahan logam tersebut dapat menaikkan efisiensi pada fotoreduksi dari air menjadi hidrogen (Takashi et al., 2003).

## 2.6 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-gel

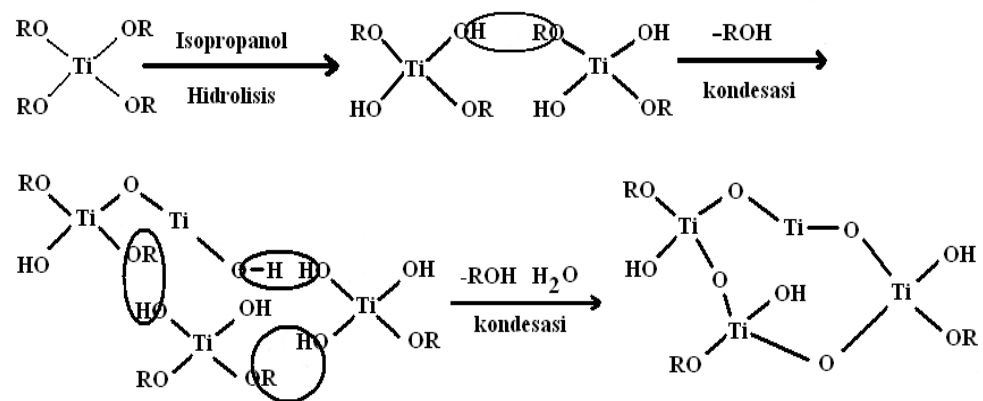
Metode sol-gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini banyak digunakan karena proses reaksinya menggunakan suhu rendah dan baik dalam tingkat homogenitasnya. (Ibrahim dan Sreekantan, 2010). Pada proses ini, larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Smart dan Moore, 1995).

Sol merupakan sistem koloid yang padatannya tersuspensi dalam

cairan, bentuknya cair tetapi berwarna keruh karena banyaknya padatan. Partikel yang diperoleh berdiameter berkisar antara 1-100 nm. Gel merupakan sistem koloid yang cairannya sudah bercampur dengan padatan, bentuknya padat tapi mengandung air. (Smart dan Moore, 1995).

Proses sol-gel dikendalikan oleh reaksi hidrolisis, kondensasi, aging dan pengeringan. Proses ini didefinisikan sebagai sineresis dan disebabkan oleh menguapnya pelarut secara spontan dari pori (Brinker dan Scherer, 1990). Struktur mikro ukurannya tergantung pada rumusan komposisi kimia dan prosedur preparasi pembuatan sol hingga titik gel serta jalannya proses *aging*, pengeringan, dan pemanasan gel. Proses *aging* dilakukan dengan cara mendiamkan gel untuk mengubah sifatnya agar lebih kaku, kuat dan menyusut.

TiO<sub>2</sub> struktur *anatase* memiliki *band gap* dengan lebar 3,2 eV yang menyebabkan TiO<sub>2</sub> murni hanya melakukan respon terhadap sinar UV. Agar semikonduktor dapat merespon sinar tampak maka *band gap* perlu diperkecil, salah satu cara ialah dengan mendopan ion logam. Penambahan ion dopan akan mempengaruhi karakter dari TiO<sub>2</sub>, dimana akan mempengaruhi efektifitas sistem fotokatalisnya. Peranan doping ion dopan Ni<sup>+2</sup> pada permukaan TiO<sub>2</sub> sangat dipengaruhi oleh perbandingan konsentrasi ion dopan terhadap matrik titanium isopropoksida dan pengaturan terhadap suhu kalsinasi (Rilda, *et al.*, 2010).

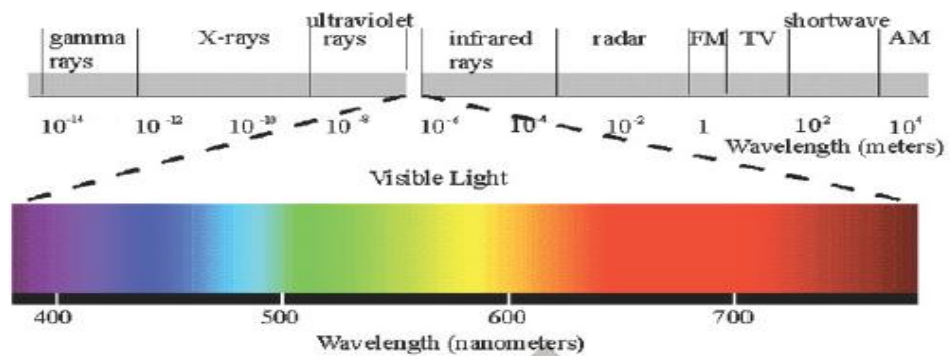


Gambar 2.4. Mekanisme reaksi sol-gel (Rilda *et al.*, 2010)

## 2.7 Proses Dekomposisi Air

Reaksi diawali dengan eksitasi TiO<sub>2</sub> dengan energi foton sehingga terbentuk elektron dan *hole*. *Hole* yang terbentuk akan bereaksi dengan air membentuk radikal hidroksil, yang merupakan oksidator yang sangat kuat, serta ion hidrogen. Ion hidrogen tersebut akan direduksi oleh elektron menjadi gas hidrogen.

Proses fotokatalisis untuk aplikasi *water-splitting* dapat digolongkan berdasarkan sumber energi cahaya yang diterimanya, yaitu sinar ultra-violet (UV) dan sinar tampak. Sinar tampak merupakan sinar yang paling banyak terdapat dalam sinar matahari (50%), sedangkan sinar UV hanya terdapat sekitar 5% dalam sinar matahari. Sinar tampak memiliki panjang gelombang berkisar antara 400 – 800 nm, sedangkan sinar UV memiliki panjang gelombang < 300 nm, seperti pada Gambar 2.5 berikut ini (Afrozi, 2010).



Gambar 2.5. Spektrum Sinar (Afrozi, 2010)

Menurut Afrozi (2010) semikonduktor dengan *band gap* yang besar ( $\sim 3$  eV) kurang respon terhadap sinar tampak/ matahari oleh karena mereka hanya peka terhadap UV yang memiliki panjang gelombang lebih kecil daripada sinar tampak ( $< 400$  nm).

Dewasa ini, efisiensi konversi energi dari sinar matahari menjadi hidrogen masih rendah dengan penggunaan  $\text{TiO}_2$  sebagai fotokatalis dalam reaksi *water-splitting* karena ketidakmampuan untuk menggunakan sinar tampak. *Band gap* dari  $\text{TiO}_2$  anatase ialah sebesar 3,2 eV dan hanya sinar UV yang dapat digunakan untuk produksi hidrogen. Dengan UV yang hanya terdapat sekitar 5% dari energi radiasi matahari sementara sinar tampak terdapat sekitar 50%, maka ketidakmampuan untuk menggunakan sinar tampak membatasi efisiensi dari produksi hidrogen pada reaksi fotokatalitik dengan energi matahari. Oleh karena itu cara yang dapat dilakukan untuk mengatasi hambatan tersebut adalah menggunakan teknik proses modifikasi fotokatalis dan usaha untuk memperoleh luas permukaan aktif yang besar (Ni *et al*, 2007).

Paten yang terkait dengan produksi hidrogen secara fotokatalitik masih terbatas pada pemanfaatan air dan upaya untuk meningkatkan efisiensi

prosesnya seperti yang telah ditemukan oleh Smith (2007). Untuk meningkatkan produksi hidrogen, dilakukan aktivasi termal terhadap proses fotokatalitik. Metode yang dinyatakan dalam paten tersebut meliputi: pencampuran air dengan nanopartikel fotokatalis dimana molekul air akan teradsorpsi pada permukaan fotokatalis dan membentuk kompleks OH, menyinari larutan dengan sinar matahari, menaikkan temperatur larutan menjadi 110-140°F, membentuk pasangan elektron-*hole* yang dapat melemahkan ikatan kompleks OH di permukaan fotokatalis dan akhirnya dengan mudah terdesorpsi yang akan kemudian menghasilkan gas hidrogen (Afrozi, 2010).

## **2.8 Kerangka Berfikir**

Kebutuhan sumber energi fosil semakin lama semakin meningkat seiring dengan bertambahnya tingkat mobilitas masyarakat dunia dan tingginya penggunaan bahan bakar di industri. Oleh karena itu diperlukan upaya-upaya untuk mencari pengganti minyak bumi sebagai bahan bakar yang ramah lingkungan. Salah satu sumber energi pengganti minyak bumi masa depan yang sangat potensial adalah hidrogen.

Proses fotokatalisis merupakan salah satu proses yang dapat digunakan untuk produksi hidrogen dari air. Pada metode fotokatalisis ini bekerja menggunakan radiasi sinar untuk mendekomposisi air dengan memanfaatkan bahan-bahan yang bersifat semikonduktor sebagai fotokatalis dan penambahan *sacrificial agent*. Penggunaan *sacrificial agent* ini menjadikan tingkat keefektifitasan tinggi dalam mencegah pembentukan O<sub>2</sub> sehingga H<sub>2</sub> yang



terbentuk tidak bereaksi kembali dengan  $O_2$  membentuk molekul air. Produksi hidrogen dari gliserol (Luo, 2009) dilaporkan dapat menghasilkan lebih banyak hidrogen jika dibandingkan derivat biomassa seperti glukosa dan sukrosa.

$TiO_2$  merupakan semikonduktor yang memiliki fotoaktivitas dan stabilitas yang tinggi yang dimanfaatkan sebagai fotokatalis. Pemanfaatan  $TiO_2$  sebagai fotokatalis dapat diterapkan pada proses dekomposisi air. Dekomposisi air ini akan diawali dengan eksitasi  $TiO_2$  dengan energi foton dan akan terbentuk suatu elektron dan *hole*. *Hole* yang terbentuk akan bereaksi dengan air sehingga membentuk radikal hidroksil dan ion hidrogen, Ion hidrogen ini akan direduksi oleh elektron sehingga membentuk gas hidrogen.

$TiO_2$  mempunyai *band gap* yang lebar sebesar 3,2 eV. Oleh karena itu, diperlukan penambahan logam dopan untuk memperkecil *band gap* pada  $TiO_2$ . Salah satu logam yang dapat dijadikan dopan pada  $TiO_2$  adalah logam nikel. Dilihat dari segi ekonomi, nikel lebih efisien dan menguntungkan dibandingkan platina, molibdenum dan paladium yang dinilai lebih mahal. Selain itu, logam nikel dapat menaikkan efisiensi fotokatalis  $TiO_2$  pada daerah sinar tampak dan mengurangi *band gap* pada  $TiO_2$ . Sehingga, aktivitas fotokatalitik  $TiO_2$  lebih meningkat dan mendapatkan hasil yang optimum pada aktivitas fotokatalis.

Metode sol-gel merupakan salah satu cara yang dapat dilakukan untuk mensintesis  $TiO_2$  dengan dopan nikel menjadi Ni- $TiO_2$ . Kelebihan yang tidak dimiliki oleh metode sintesis lain seperti metode kopresipitasi dan metode hidrotermal adalah tingkat homogenitasnya. Metode sol-gel juga dinilai dapat

mengontrol ukuran partikel sehingga menjadi berukuran nano (Liquin *et al.*, 2005).

Berdasarkan teori dan permasalahan tersebut, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel. Fotokatalis Ni-TiO<sub>2</sub> akan diuji aktivitasnya pada dekomposisi air dengan gliserol untuk produksi hidrogen. Produksi hidrogen hasil dekomposisi ini diharapkan dapat menjadi gambaran awal untuk mengatasi permasalahan dari pemakaian bahan bakar fosil dengan mengganti dengan gas hidrogen sebagai bahan bakar alternatif yang lebih efisien dan ramah lingkungan.

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Laboratorium Kimia Instrumen Universitas Negeri Semarang untuk preparasi, uji karakteristik menggunakan BET dan uji aktivitas fotokatalis. Foto optik menggunakan Digital CCD Microscope dilakukan di Laboratorium Jurusan Fisika FMIPA Universitas Negeri Semarang. Uji karakteristik fotokatalis menggunakan XRD dan DR-UV dilakukan di Universitas Gadjah Mada Laboratorium Kimia Analitik dan Fisik FMIPA Universitas Gajah Mada. Penelitian dilaksanakan pada bulan Juni 2012 sampai Januari 2013.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

Populasi dalam penelitian ini adalah serbuk Ni-TiO<sub>2</sub>. Sampel adalah sebagian yang diambil dari populasi, sehingga sampel dalam penelitian ini adalah cuplikan serbuk pada populasi tersebut.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

##### **3.3.1 Variabel bebas**

Sesuai dengan tujuan penelitian yang ingin dicapai, maka variabel yang akan dipelajari dalam penelitian ini adalah variasi rasio massa 1:100, 3:100, 5:100 dan 10:100 terhadap titanium dioksida.

### 3.3.2 Variabel terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah :

- 1) Struktur dan ukuran kristal
- 2) Energi *gap*
- 3) Persentase logam Ni yang terdopan
- 4) Luas permukaan, rerata jejari pori, volume total pori
- 5) Volume gas yang dihasilkan dalam uji aktivitas fotokatalis pada dekomposisi air dengan gliserol

### 3.3.3 Variabel terkendali

Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah konsentrasi awal prekursor, kecepatan pengadukan, waktu dan suhu kalsinasi, waktu uji dekomposisi air, konsentrasi gliserol dan intensitas sinar UV.

## 3.4 Prosedur Penelitian

### 3.4.1 Alat dan Bahan

**Alat:** Alat-alat gelas, piknometer, neraca analitik Metter Toledo, oven GCA Corp, reaktor dekomposisi, *furnace*, XRD (Shimadzu *X-ray Diffraktrometer* Philips 6000, DR-UV (UV 1700 *pharmaspec*), *Gas Sorption Analyzer* NOVA 1200e, *Digital CCD microscope* MS-804, *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS), *magnetic stirrer*, reaktor UV (*Spectroline model* CM-10)

**Bahan:** Titanium isopropoksida ( $\text{Ti}(\text{OC}_3\text{H}_7)_4$ ) 98% (Aldrich), nikel nitrat heksahidrat ( $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (E.Merck), dietanolamin (DEA) (teknis), isopropanol (E.Merck), air demin, gliserol 99,5% (PT Sumi Asih Gliserina), Asam Fluorida 50% (teknis), gas nitrogen (PT. Samator Gas).

### 3.4.2 Cara Kerja

#### 3.4.2.1 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-Gel

Sebanyak 6 mL Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> dicampurkan kedalam 30 mL isopropanol dengan adanya aliran gas nitrogen dan ditambahkan 4 ml dietanolamin (DEA). Campuran sol dihomogenkan selama ± 15 menit dan dilanjutkan dengan penambahan (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) dengan rasio Ni terhadap TiO<sub>2</sub> 1:100, 3:100, 5:100, 10:100 dan dihomogenkan dengan proses pengadukan selama 5 jam pada suhu kamar. Gel yang terbentuk kemudian dilakukan proses aging ± 18 jam dan selanjutnya dioven pada suhu (100-110)°C selama ± 2 jam untuk pembentukan gel kering. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi pada suhu 500°C didalam *furnace* selama 2 jam.

#### 3.4.2.2 Karakterisasi Fotokatalis

Nanopartikel TiO<sub>2</sub> yang telah dimodifikasi dengan nikel, kemudian dikarakterisasi untuk menentukan struktur dan ukuran kristal, energi *gap*, persentase logam Ni yang terdopan dan luas permukaan, rerata jejari pori, volume total pori. Uji yang dilakukan untuk mengkarakterisasi fotokatalis Ni-TiO<sub>2</sub> adalah *X-Ray Diffraction* (XRD), DR-UV (*Diffuse Reflectance-UV*), *Gas Sorption Analyzer* NOVA 1200e dan AAS.

##### 3.4.2.2.1 Penentuan Struktur dan Ukuran Kristal dengan Difraksi Sinar

Difraksi Sinar-X merupakan teknik yang digunakan dalam karakterisasi material untuk mendapatkan informasi tentang struktur dan ukuran partikel dari material kristal maupun nonkristal. Dalam penelitian ini, sampel dianalisis untuk

mengetahui struktur kristal yang diketahui dari peak-peak yang terbentuk pada difraktogram.

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui ukuran kristalin yang ditentukan metode Debye Scherrer, yaitu dengan menggunakan Persamaan (3.1) berikut.

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta} \quad 3.1)$$

dengan D merupakan ukuran kristal yang juga dapat dianggap sebagai ukuran partikel (nm), K merupakan konstanta material yang nilainya 0,9,  $\lambda$  merupakan panjang gelombang sinar-X yang digunakan pada waktu pengukuran (nm), B merupakan FWHM puncak yang dipilih (3 puncak utama) dan  $\theta$  yang merupakan sudut difraksi berasal dari data grafik  $2\theta$  pada difraktogram.

Difraktogram yang dihasilkan dari hasil karakterisasi menggunakan XRD kemudian dianalisis lebih lanjut dengan cara membandingkan pola difraksinya dengan pola difraksi standar yang terdapat pada data *Powder Diffraction File (PDF)* (Maryanti, 2008).

#### 3.4.2.2.2 Penentuan Band-gap dengan Diffuse Reflectance UV (DR-UV)

Ni-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis dapat diketahui besarnya *energy gap* yang dihasilkan dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis Diffuse Reflektansi. Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Reflektansi yang terukur merupakan reflektansi an dinyatakan dalam Persamaan (3.2) dibawah ini :

$$R'_{\infty} = \frac{R_{\infty}(\text{sampel})}{R_{\infty}(\text{standar})} \quad \dots\dots\dots(3.2)$$

Nilai ini akan digunakan untuk mengetahui persamaan Kubelka-Munk (Persamaan 3.3):

$$F(R'\infty) = \frac{(1 - R'\infty)^2}{2R'\infty} \quad \dots\dots\dots(3.3)$$

Persamaan ini memiliki hubungan dengan parameter k (koefisien absorptansi) dan s (koefisien hamburan reflektansi difusi),  $F(R'\infty) = k/s$ , sehingga Persamaan (3.4) dapat ditulis:

$$\frac{k}{s} = \frac{(1 - R'\infty)^2}{2R'\infty} \quad \dots\dots\dots(3.4)$$

Spektrum UV-Vis Difusi Reflektansi berupa kurva hubungan antara k/s melawan panjang gelombang ( $\lambda$ ) atau absorptansi (A) melawan panjang gelombang ( $\lambda$ ) (Morales *et al*, 2007). Hubungan absorptansi (A) dengan reflektansi dinyatakan dalam Persamaan (3.5) dibawah ini:

$$\log \frac{1}{R'\infty} = A \quad \dots\dots\dots(3.5)$$

Perhitungan dilakukan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kubelka Munk dimana *energy gap* diperoleh dari grafik hubungan antara  $h\nu$  (eV) vs  $(F(R'\infty)h\nu)^{1/2}$ . Energi gap semikonduktor adalah besarnya  $h\nu$  pada saat  $(F(R'\infty)h\nu)^{1/2} = 0$ , yang diperoleh dari persamaan regresi linier kurva tersebut (Abdullah, 2010).

#### 3.4.2.2.3 Penentuan Jumlah Logam Ni dalam $TiO_2$

Penentuan kandungan logam Ni dapat ditentukan dengan menggunakan AAS. Analisis dilakukan secara berurutan terhadap larutan blanko, standar, cuplikan. Persiapan standar dilakukan dengan mengencerkan larutan standar Ni(II) 1000 ppm. Dari larutan tersebut dibuat larutan standar dengan konsentrasi

1, 2, 3, 4, 5 dan 6 ppm. Persiapan larutan cuplikan dilakukan dengan menimbang 0,25 gram sampel kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 27lastic yang sebelumnya sudah dibasahi dengan air demin. Kedalam labu ukur tersebut ditambahkan sedikit demi sedikit larutan HF 50% sampai dengan 7 mL, selanjutnya ditambahkan air demin hingga volume sampai tanda batas 50 mL, kemudian sampel ditentukan absorbansinya menggunakan AAS.

#### 3.4.2.2.4 *Penentuan Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jejari Pori dan Volume*

##### *Total Pori*

Luas permukaan, volume total pori, dan distribusi ukuran pori didasarkan pada fenomena adsorpsi molekul gas di permukaan zat padat yang berlangsung pada temperatur konstan. Alat yang digunakan adalah *Gas Sorption Analyzer* NOVA 1200e. Sampel ditimbang dan dimasukkan ke dalam wadah sampel. Sampel dipanaskan pada temperatur 200°C dengan dilakukan penghilangan gas-gas lain menggunakan gas nitrogen selama 45 menit. Sampel didinginkan menggunakan nitrogen cair sehingga temperatur sampel mencapai 77 K. Tekanan gas nitrogen diubah sehingga jumlah gas nitrogen yang terkondensasi dapat ditentukan. Dengan memperoleh data tersebut, maka volume total pori, luas permukaan sampel, dan rerata jari pori dapat ditentukan. Analisis luas permukaannya mengikuti persamaan Brunauer, Emmet, dan Teller (BET), yaitu :

$$\text{-----} \dots\dots\dots (3.6)$$

Keterangan:

$N_{av}$  = Bilangan avogadro ( $6,023 \times 10^{23}$  molekul/mol)

$A_p$  = Luas proyeksi  $N_2$  ( $16,2 \text{ \AA}^2$ )

$BM_{N_2}$  = Berat molekul  $N_2$



Analisis jejari pori katalis mengikuti persamaan Brunauer, Emmet, dan

Teller (BET), yaitu:

$$\text{---} \dots\dots\dots (3.7)$$

Keterangan:

- $rp$  = Jejari pori katalis
- $Vp$  = Volume pori
- $S$  = Luas permukaan

Analisis volume total pori mengikuti persamaan Brunauer, Emmet, dan

Teller (BET), yaitu:

$$\text{-----} \dots\dots\dots (3.8)$$

Keterangan:

- $Vm$  = Volume molar dari nitrogen cair (34,7 cm<sup>3</sup>/mol)
- $Vads$  = Volume nitrogen yang teradsorpsi
- $Pa$  = Tekanan pengukuran
- $T$  = Temperatur pengukuran

(Abdullah, 2010).

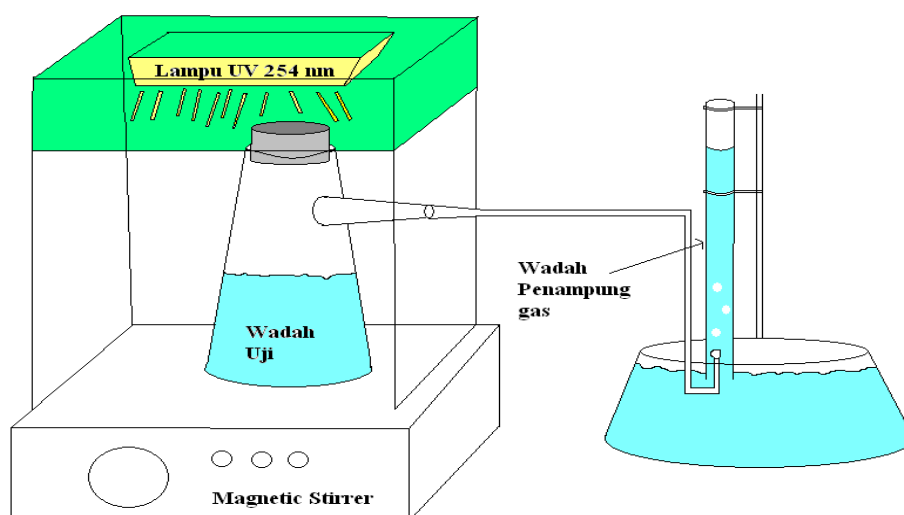
### 3.4.2.3 Uji Aktivitas Fotokatalis

Reaktor yang akan digunakan adalah reaktor dekomposisi yang dilengkapi oleh magnetic stirrer. Reaktor ini juga dilengkapi dengan reaktor UV (Spectroline model CM-10) yang merupakan sumber cahaya untuk reaksi fotokatalisis. Selain itu reaktor dekomposisi ini dilengkapi dengan wadah reaksi uji dekomposisi yang dihubungkan dengan wadah penampung gas berupa tabung ukur yang akan menampung gas dari reaksi dekomposisi air dan gliserol. Wadah tersebut akan dilakukan proses *purging* terlebih dahulu menggunakan gas N<sub>2</sub> pada udara selama 1 menit dalam reaktor dan wadah penampung gas agar oksigen yang terkandung

di dalam wadah hilang sehingga tidak terjadi reaksi balik menjadi  $\text{H}_2\text{O}$  antara  $\text{H}_2$  dan  $\text{O}_2$  yang terbentuk.

Pengujian kinerja fotokatalis dilakukan dengan mempersiapkan air demin dengan konsentrasi gliserol 20% sebanyak 250 mL kemudian dimasukkan 0,25 gram katalis yang telah dipreparasi dengan masing-masing variasi. Wadah tempat uji diletakkan di atas *magnetic stirrer* agar dapat diaduk untuk meningkatkan kinetika reaksi. Setelah itu, lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm dinyalakan dan memulai aktivitas fotokatalisis dengan lama waktu reaksi adalah 3 jam.

Gas yang dihasilkan kemudian diukur volumenya pada skala tabung ukur untuk mengetahui adanya gas yang terbentuk. Skema rancangan alat dekomposisi air dapat dilihat pada Gambar 3.1 sebagai berikut.



Gambar 3.1. Rancangan alat dekomposisi air

#### ***3.4.2.4 Penentuan Massa Jenis Gliserol Sebelum dan Setelah Dekomposisi Air***

Penentuan massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air dapat ditentukan dengan menggunakan piknometer. Langkah awal yang dilakukan adalah menimbang piknometer dalam keadaan kosong, membuat larutan standar dan cuplikan sampel. Persiapan standar dilakukan dengan mengencerkan konsentrasi gliserol 99,5% menjadi 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30%. Kemudian masing-masing larutan tersebut dimasukkan kedalam piknometer hingga terisi penuh. Kemudian diukur menggunakan neraca analitik untuk mengetahui massanya. Selanjutnya sampel sebelum dan sesudah uji dekomposisi air ditentukan massa jenisnya menggunakan piknometer tersebut. Blanko yang digunakan dalam penentuan massa jenis gliserol ini adalah air demin sebagai konsentrasi 0%. Penentuan massa jenis selanjutnya dihitung dengan Persamaan (3.9) berikut ini :

—

#### ***3.4.2.5 Uji Pembentukan Gas Hidrogen***

Uji pembentukan gas hidrogen dilakukan dengan menggunakan buret sebagai wadah penampung gas. Penampungan gas dilakukan seperti proses dekomposisi yaitu selama 3 jam dengan menggunakan UV 254 nm. Selanjutnya pada ujung buret akan disulut menggunakan api bersamaan dengan membuka lubang ujung buret. Perubahan nyala api dan gas yang terbakar diamati pada ujung buret dan dibandingkan dengan nyala api sebelum dibuka ujung buretnya.

### 3.5 Metode Analisis Data

Analisis data dilakukan dengan metode optimasi variasi konsentrasi logam Ni untuk mendapatkan Ni-TiO<sub>2</sub> optimum. Optimasi awal dilakukan pada uji karakteristik menggunakan DR-UV untuk memperoleh *band gap* optimum. Setelah mendapatkan *band gap* optimum, dilakukan karakterisasi XRD dan BET terhadap sampel. Karakterisasi XRD dan BET dilakukan terhadap sampel Ni-TiO<sub>2</sub> yang memiliki *band gap* terendah dan tertinggi serta pada karakterisasi XRD diuji sampel TiO<sub>2</sub> sebagai acuan dalam variabel tersebut.

## BAB 4

### HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Hasil Penelitian

##### 4.1.1 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-gel

Pada penelitian ini disintesis nanopartikel TiO<sub>2</sub> yang didopan dengan logam nikel. Sintesis dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio massa logam nikel terhadap TiO<sub>2</sub>. Pada Tabel 4.1 ditunjukkan hasil pengamatan perubahan fisik terhadap pembentukan bubuk Ni-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis dengan metode sol-gel.

Tabel 4.1. Perubahan Fisik Proses Pembentukan Bubuk Ni-TiO<sub>2</sub> Akibat Rasio Massa Logam Nikel

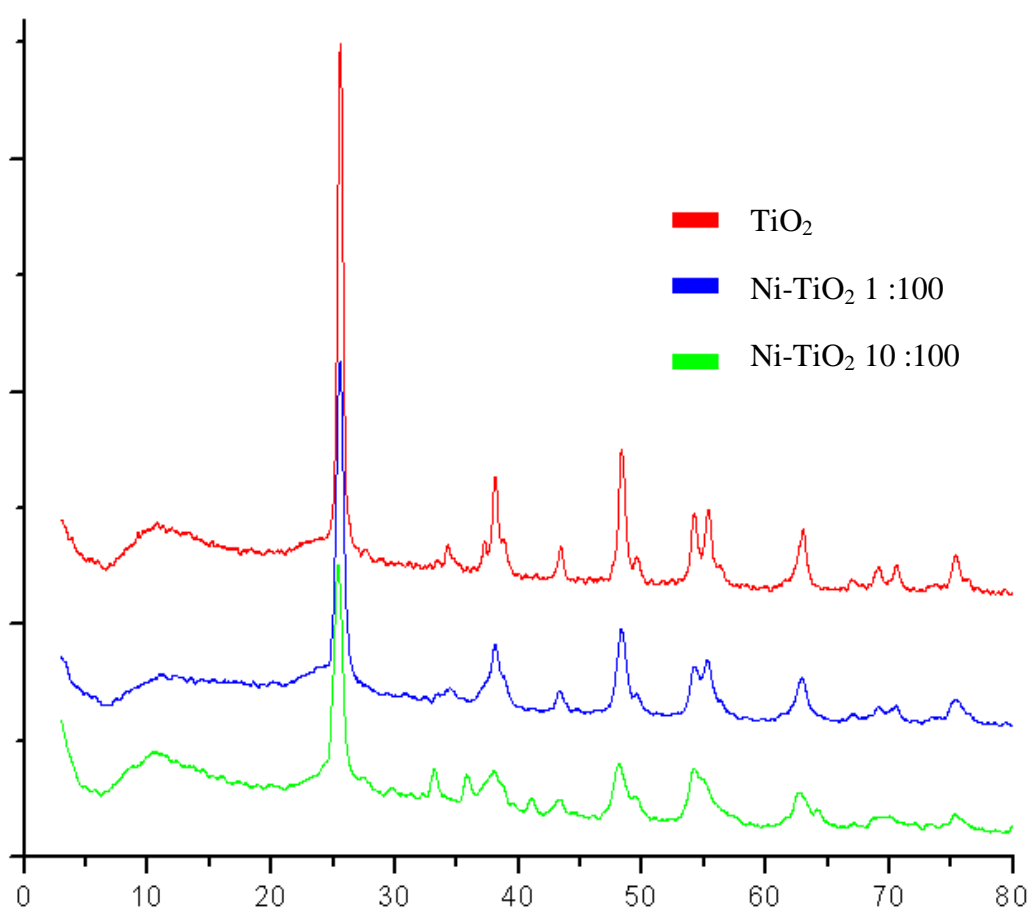
Komposisi		Pengamatan			
		Setelah Pemanasan		Setelah Pembakaran 500°C	
		Bentuk	Warna	Bentuk	Warna
TiO <sub>2</sub>	0:100	Gel	Putih	Bubuk	Putih
	1:100	Gel	Hijau muda	Bubuk	Coklat
Ni-TiO <sub>2</sub>	3:100	Gel	Hijau	Bubuk	Coklat
	5:100	Gel	Hijau tua	Bubuk	Coklat
	10:100	Gel	Hijau tua	Bubuk	Coklat

##### 4.1.2 Karakterisasi

###### 4.1.2.1 Penentuan Struktur Kristal dan Ukuran Partikel dengan XRD

Kinerja fotokatalis sangat dipengaruhi oleh kristalinitas dan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis. Apabila struktur dari fasa kristal TiO<sub>2</sub> merupakan jenis *anatase*, maka reaksi fotokatalitik *water-splitting* akan menunjukkan

aktivitas yang lebih baik dibandingkan dengan fasa *rutile*. Hal ini dikarenakan struktur *anatase* memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil. Untuk mengidentifikasi kristalinitas dan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub> dilakukan karakterisasi menggunakan XRD pada *X-ray tube*: Cu (1.54060 Å), *voltage*: 40.0 kV, *current*: 30.0 mA. Hasil analisis padatan menggunakan XRD disajikan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Perbandingan difraktogram bubuk TiO<sub>2</sub> dengan Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 dan Ni-TiO<sub>2</sub> 100:100

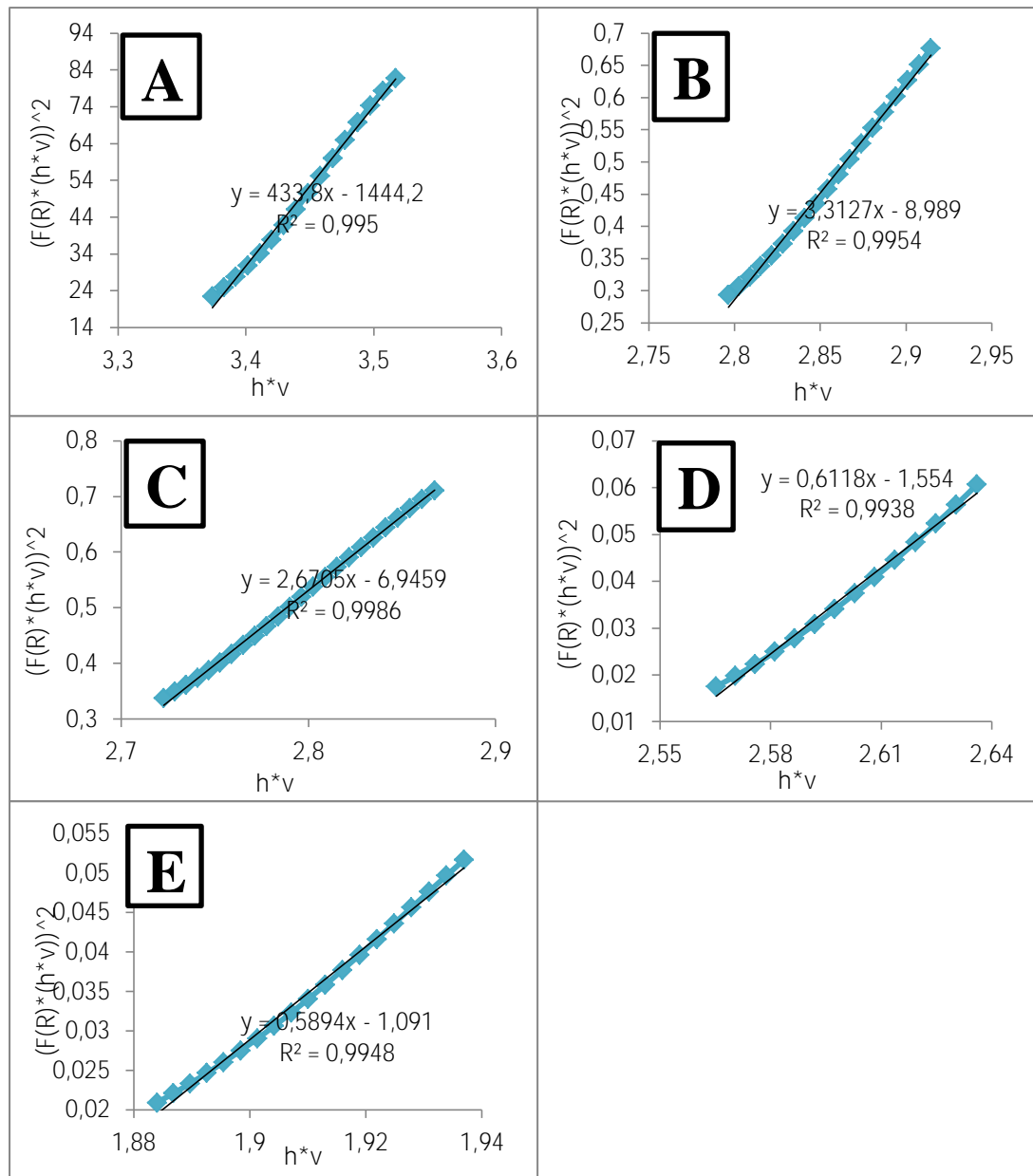
Berdasarkan hasil analisis XRD dapat diketahui bahwa puncak-puncak yang menunjukkan adanya TiO<sub>2</sub> memiliki sudut 2 $\theta$  dengan intensitas tertinggi terletak pada sudut sekitar 25°. Masing-masing sampel memiliki intensitas yang berbeda sesuai dengan rasio logam Ni yang ditambahkan. Selain berdasarkan difraktogram tersebut, kristalinitas dan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub> juga dapat diamati melalui tiga puncak tertinggi yang disajikan pada Tabel 4.2 berikut ini.

Tabel 4.2. Data Hasil Karakterisasi Kristal Ni-TiO<sub>2</sub> Menggunakan XRD

Sampel	B (FWHM)	2 $\theta$	Cos $\theta$	d(A°)	Intensitas	$\lambda$ (nm)	D (nm)	Rata-rata Ukuran kristal (nm)
TiO <sub>2</sub>	0,50150	25,5451	0,9752	3,48424	730	15,418	28,373	27,48
	0,59130	48,3076	0,9124	1,88251	192	15,418	25,720	
	0,51790	38,0839	0,9453	2,36100	138	15,418	28,344	
Ni- TiO <sub>2</sub> , 1:100	0,69970	25,5048	0,9753	3,48965	470	15,418	20,334	18,75
	0,83100	48,3005	0,9125	1,88277	123	15,418	18,229	
	0,83000	38,0850	0,9453	2,36093	90	15,418	17,686	
Ni- TiO <sub>2</sub> , 10:100	0,82800	25,3640	0,9756	3,50870	318	15,418	17,178	16,33
	1,11000	48,1350	0,9131	1,88886	77	15,418	13,691	
	0,86000	54,1200	0,8905	1,69325	77	15,418	18,119	

#### 4.1.2.2 Penentuan Band Gap dengan Diffuse Reflectance UV (DR-UV)

Karakterisasi dengan UV-Vis Difusi Reflektansi dilakukan untuk penentuan besarnya energi *gap* (E<sub>g</sub>) Ni-TiO<sub>2</sub>. Hasil karakterisasi penentuan *band gap* selengkapnya disajikan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Kurva *Band-Gap* hasil karakterisasi DR-UV (A) TiO<sub>2</sub> (B) Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 (C) Ni-TiO<sub>2</sub> 3:100 (D) Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100 (E) Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100

#### 4.1.2.3 Penentuan jumlah logam Ni dalam TiO<sub>2</sub>

TiO<sub>2</sub> struktur *anatase* memiliki *band gap* sebesar 3.2 eV yang menyebabkan TiO<sub>2</sub> murni hanya merespon terhadap sinar UV sehingga diperlukan penurunan level energi *gap*. Penurunan dilakukan dengan usaha mendoping logam



Ni dalam TiO<sub>2</sub>. Jumlah Ni yang berhasil terdopan akan mempengaruhi nilai energi *gap* yang dihasilkan. Oleh karena itu, besarnya jumlah logam Ni yang terdopan dalam TiO<sub>2</sub> menjadi sangat penting. Persentase jumlah logam Ni dalam TiO<sub>2</sub> selengkapnya disajikan pada Tabel 4.3 berikut ini.

Tabel 4.3. Distribusi Logam Ni dalam TiO<sub>2</sub>

Sampel	Absorbansi	Hasil Pengukuran (ppm)	Logam Ni yang didopan (gram)	Logam Ni yang terdopan (gram)	% Logam Ni yang terdopan
Ni- TiO <sub>2</sub> , 1:100	0,216	39,464285	0,0159	0,01436682	90,36
Ni- TiO <sub>2</sub> , 3:100	0,123	91,428568	0,0477	0,0387127	81,16
Ni- TiO <sub>2</sub> , 5:100	0,210	153,571428	0,0795	0,073677	92,68
Ni- TiO <sub>2</sub> , 10:100	0,288	261,60714	0,159	0,1258592	79,16

#### 4.1.2.4 Penentuan Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jejari Pori dan Volume

##### *Total Pori*

Dalam proses reaksi *water splitting* luas permukaan dapat meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis. Apabila luas permukaannya besar, maka semakin banyak partikel yang berinteraksi dan semakin tinggi pula kinerja dari fotokatalis. Hasil karakterisasi terhadap luas permukaan, rerata jejari pori dan volume total pori selengkapnya disajikan pada Tabel 4.4 berikut ini.

Tabel 4.4. Hasil penentuan luas permukaan, rerata jejari pori dan volume total pori menggunakan BET

Sampel	Luas permukaan (m <sup>2</sup> /g)	Rerata jejari pori (Å)	Volume total pori (cc/g)
TiO <sub>2</sub>	155,7	26,84	0,211
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	174,9	34,71	0,3035

### 4.1.3 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji aktivitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui keberhasilan Ni-TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio massa logam Ni. Pengujian pada dekomposisi air dengan gliserol ini dilakukan di dalam reaktor dekomposisi yang dilengkapi dengan reaktor UV (Spectroline model CM-10) dan *magnetic stirrer*. Volume gas yang dihasilkan dihitung berdasarkan banyaknya gelembung gas yang ditampung di dalam tabung ukur dan dicatat volumenya tiap 15 menit selama 3 jam. Data uji aktivitas dekomposisi air pada berbagai variasi rasio logam Ni serta pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm selengkapnya disajikan pada Tabel 4.5 dan Tabel 4.6 berikut ini.

Tabel 4.5. Pengaruh variasi rasio logam Ni dalam mendekomposisi air dengan gliserol 20% menggunakan sinar UV 254 nm

Waktu (menit)	Volume gas H <sub>2</sub> dan O <sub>2</sub> hasil dekomposisi air dan gliserol (mL)					
	TiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub> Degussa	Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100	Ni-TiO <sub>2</sub> 3:100	Ni-TiO <sub>2</sub> 5:100	Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100
0	0	0	0	0	0	0
15	0,4	0,5	0,4	3,5	5,2	14,5
30	0,8	0,9	0,9	5,8	11	30,5
45	1,2	1,3	1,3	7,1	16,4	44,7
60	1,6	1,8	1,8	8,5	22,1	59,6
75	2,1	2,3	2,2	9,6	27,6	73
90	2,5	2,8	2,6	10,2	32,8	84,8
105	2,9	3,2	3	10,8	38,2	97,3
120	3,3	3,6	3,3	11,3	42,6	109,6
135	3,6	3,9	3,6	11,8	49,4	123
150	3,9	4,1	4	12,2	57,2	135,7
165	4,2	4,3	4,3	12,6	63	148,3
180	4,5	4,5	4,7	13,1	68,8	160,1

Tabel 4.6 Pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm dalam mendekomposisi air

Waktu (menit)	Volume gas H <sub>2</sub> dan O <sub>2</sub> hasil dekomposisi air (mL)			
	TiO <sub>2</sub>	Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100		Tanpa Fotokatalis
	Tanpa gliserol dan Sinar UV 254 nm	Gliserol dan tanpa penyinaran	Tanpa gliserol dan Sinar UV 254 nm	Gliserol dan Sinar UV 254 nm
0	0	0	0	0
15	0,5	0	0,5	0,5
30	0,9	0	1,1	0,9
45	1,3	0	1,7	1,3
60	1,7	0	2,2	1,7
75	2,1	0	2,8	2,1
90	2,5	0	3,4	2,5
105	2,8	0	3,9	2,8
120	3,1	0	4,4	3,1
135	3,3	0	5	3,3
150	3,4	0	5,6	3,4
165	3,5	0	6,1	3,5
180	3,6	0	6,6	3,7

#### 4.1.4 Penentuan Massa Jenis Gliserol Sebelum dan Setelah Dekomposisi Air

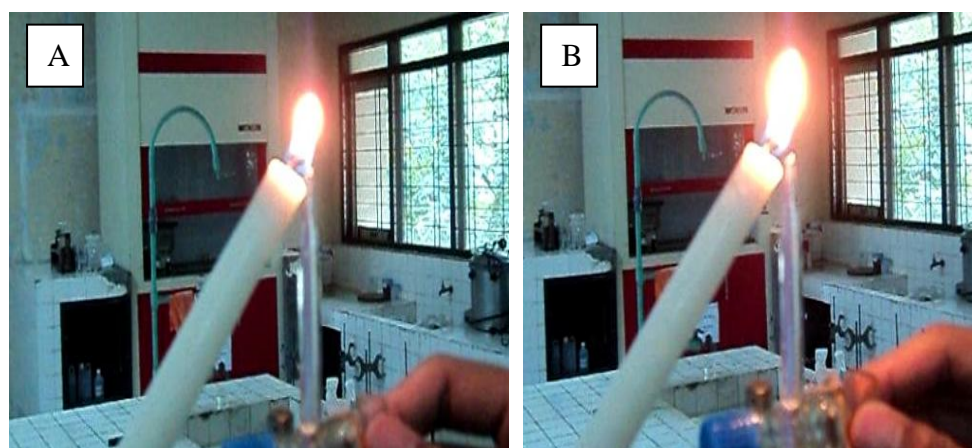
Penentuan massa jenis gliserol dilakukan untuk mengetahui keberadaan gliserol yang bertindak sebagai *sacrificial agent* dalam proses dekomposisi air. Produksi hidrogen yang terjadi mempengaruhi konsentrasi gliserol yang telah difotolisis. Massa jenis sebelum dan sesudah dekomposisi air selengkapnya disajikan pada Tabel 4.7 berikut ini.

Tabel 4.7. Hasil Penentuan Massa Jenis Gliserol Sebelum dan Setelah Dekomposisi Air

Sampel	Keadaan	$m_1$ (gram)	$m_2$ (gram)	$m_{rata-rata}$ (gram)	$m$ (gram) ( $m_{rata-rata} - m_k$ )	Massa Jenis (g/ml)
TiO <sub>2</sub>	Awal	42,5820	42,5830	42,5825	26,2485	1,0499
	Akhir	42,5762	42,5754	42,5758	26,2418	1,0497
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100	Awal	42,5869	42,5875	42,5872	26,2532	1,0501
	Akhir	42,5785	42,5787	42,5786	26,2446	1,0498
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	Awal	42,5868	42,5860	42,5864	26,2524	1,0501
	Akhir	42,4270	42,4262	42,4266	26,0926	1,0437
Piknometer + Air Demin		41,2590	41,2580	41,2585	24,9244	0,9969
Piknometer + Gliserol 99,5%		47,6077	47,6070	47,6074	31,2733	1,2509
Piknometer kosong ( $m_k$ )		16,3340	16,3342	16,3341	0	0

#### 4.1.5 Uji Pembentukan Gas Hidrogen

Gas yang terbentuk dilakukan uji nyala menggunakan buret sebagai wadah penampung gas. Perubahan nyala api dan gas yang terbakar diamati pada ujung buret dan dibandingkan dengan nyala api sebelum dibuka ujung buretnya. Hasil uji pembentukan gas disajikan pada Gambar 4.3 berikut ini.



Gambar 4.3 Uji nyala api (A) Sebelum dibuka (B) Setelah dibuka

## 4.2 Pembahasan

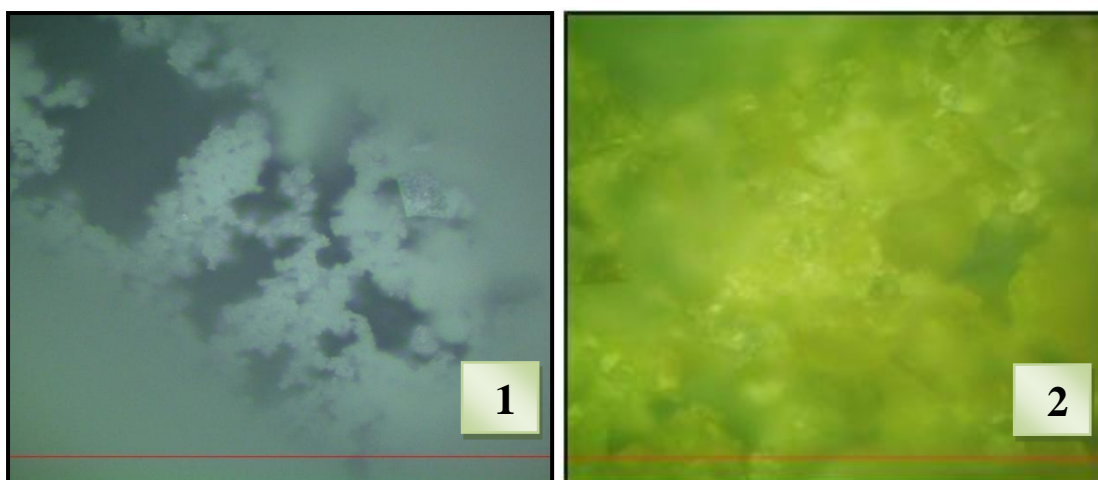
### 4.2.1 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan Metode Sol-gel

Nanopartikel TiO<sub>2</sub> yang didopan dengan Ni telah berhasil disintesis dengan metode sol-gel. Penambahan Ni sebagai dopan diharapkan mampu meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari Ni-TiO<sub>2</sub>. Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dilakukan menggunakan metode sol-gel, karena mempunyai kelebihan yaitu preparasinya mudah dan tingkat homogenitasnya yang tinggi. Dalam sintesis ini, alkoksida yang digunakan adalah Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> (TIP) karena dapat digunakan sebagai media pendistribusian ion dopan untuk membentuk Ni-TiO<sub>2</sub>. Penelitian ini juga menggunakan gas N<sub>2</sub>, isopropanol dan dietanolamin. Adapun fungsi dari bahan kimia tersebut adalah sebagai berikut:

1. N<sub>2</sub> berfungsi untuk menghindari kontak terhadap udara sehingga mencegah terbentuknya endapan pada larutan.
2. Isopropanol digunakan sebagai bahan pelarut dari TIP.
3. Dietanolamin digunakan sebagai penstabil dan menghambat terhidrolisisnya senyawa TIP sehingga dapat mempertahankan kereaktifan dari logam dalam pembentukan sol yang stabil.

Dopan Ni diharapkan mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO<sub>2</sub> dan juga dapat menurunkan energi *gap*, sehingga elektron mampu pindah ke pita konduksi dengan baik. Pada sintesis ini yang digunakan sebagai dopan Ni adalah prekursor Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O (nikel nitrat). Perbandingan konsentrasi nikel nitrat digunakan sebagai penentu seberapa banyak jumlah Ni yang akan terdopan ke dalam TiO<sub>2</sub>.

Telah ditunjukkan dalam Tabel 4.1 yang merupakan data perubahan fisik dari Ni-TiO<sub>2</sub> akibat perlakuan pemanasan dan penambahan logam Ni. Proses pemanasan pada suhu 100-110°C menghasilkan serbuk Ni-TiO<sub>2</sub> berwarna hijau. Hal ini menunjukkan bahwa TiO<sub>2</sub> terdopan dengan logam nikel dan tampak adanya pencampuran antara Ni dengan TiO<sub>2</sub>. Selanjutnya, proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam menghasilkan serbuk berwarna coklat kehijauan serta terbentuknya struktur yang halus. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.4 yang merupakan foto optis berupa gambaran kasar dari TiO<sub>2</sub> dan Ni-TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Gambar ini menjelaskan bahwa proses kalsinasi pada 500°C terbentuk struktur kristal yang halus dan homogen. Kristal yang sudah homogen dan strukturnya halus menunjukkan bahwa logam nikel sudah terdopan kedalam kisi kristal TiO<sub>2</sub>. Selain itu, gel yang kering memberikan warna yang spesifik dan bersifat liat. Warna dari masing-masing variasi rasio logam nikel berpengaruh pada kenampakan warnanya. Semakin banyak Ni yang didopan pada TiO<sub>2</sub>, maka kristal yang terbentuk warnanya semakin tua. Perubahan warna akibat logam nikel disajikan pada Gambar 4.4 berikut ini.



Gambar 4.4. Foto optik perbesaran 1000x dari TiO<sub>2</sub> (1) dan Ni-TiO<sub>2</sub> (2)

## 4.2.2 Karakterisasi

### 4.2.2.1 Penentuan Struktur Kristal dan Ukuran Partikel dengan XRD

Pada Gambar 4.1 menunjukkan hasil difraktogram dari  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ni-TiO}_2$  1:100 dan  $\text{Ni-TiO}_2$  10:100. Berdasarkan hasil gambar tersebut dapat diketahui puncak-puncak difraktogram dari  $\text{TiO}_2$ . Puncak dari  $\text{TiO}_2$  terletak pada  $2\theta = 25,5451^\circ$ ;  $48,3076^\circ$  dan  $38,0839^\circ$  untuk  $\text{TiO}_2$ , kemudian  $2\theta = 25,5048^\circ$ ;  $48,3005^\circ$  dan  $38,0850^\circ$  untuk  $\text{Ni-TiO}_2$  1:100, serta difraktogram dengan  $2\theta = 25,3640^\circ$ ;  $48,1350^\circ$  dan  $54,1200^\circ$  untuk  $\text{Ni-TiO}_2$  10:100. Ketiga puncak utama tersebut dari masing-masing sampel sesuai dengan struktur *anatase* JCPDS card no. 73-1764.

Pada Tabel 4.2 menunjukkan intensitas  $2\theta$  tertinggi pada masing-masing sampel terletak pada sudut  $2\theta$  sekitar  $25^\circ$  yang menandakan keberadaan struktur *anatase*  $\text{TiO}_2$ . Hal ini sesuai dengan yang diharapkan yaitu terbentuknya  $\text{TiO}_2$  *anatase*. Namun, pada  $\text{Ni-TiO}_2$  1:100 dan  $\text{Ni-TiO}_2$  10:100 intensitas sudut  $2\theta$  sekitar  $25^\circ$  mengalami penurunan dan muncul peak kecil pada  $2\theta = 27^\circ$  yang diindikasikan sebagai terjadinya pembentukan struktur *rutile*.

Perubahan struktur titania dari *anatase* ke *rutile* dapat disebabkan oleh ion dopan. Ion dopan akan tersubstitusi ke dalam kisi-kisi struktur kristal, sehingga terjadi proses penataan ulang yang menyebabkan perubahan jarak Ti-O-Ti dan O-Ti-O ke jarak yang lebih panjang dari struktur titania. *Rutile* mempunyai struktur Ti-O-Ti dengan jarak yang lebih panjang dibandingkan dengan *anatase*. Pengaruh parameter tersebut dapat memodifikasi struktur dan ukuran dari titania (Rilda *et al.*, 2010).

Hasil XRD pada sampel Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 dan Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 tidak memperlihatkan adanya Ni murni. Puncak Ni murni biasanya muncul pada  $2\theta = 44,8^\circ$  dan  $51,86^\circ$  (Syukri et al., 2003). Namun intensitas pada sudut sekitar  $2\theta = 43,3^\circ$  memperlihatkan perbedaan bentuk peak antara TiO<sub>2</sub> murni dengan Ni-TiO<sub>2</sub>. Terlihat pada penambahan dopan Ni ujung dari peak terlihat tumpul dan luas daerah peak semakin besar. Keadaan ini diindikasikan merupakan puncak NiO yang berhimpitan dengan TiO<sub>2</sub> anatase  $2\theta = 43,2^\circ$  dan  $2\theta = 62,9^\circ$ . Hal ini sesuai dengan penelitian dari Haerudin dan Waskitoaji (2003) yang menjelaskan bahwa identifikasi puncak NiO berada pada daerah yang berhimpitan dengan TiO<sub>2</sub> yaitu  $2\theta = 43,2^\circ$  dan  $2\theta = 62,9^\circ$ .

Efektifitas reaksi fotokatalis dipengaruhi oleh ukuran dan bentuk partikel yang digunakan. Hal ini terjadi apabila ukuran partikel berada pada ukuran nano yaitu 1 – 100 nm (Naimah dan Ermawati., 2011). Ukuran kristal fotokatalis TiO<sub>2</sub> dan Ni-TiO<sub>2</sub> hasil sintesis berada pada kisaran 13,691 – 28,373 nm yang menandakan bahwa kristal tersebut tergolong dalam nanomaterial. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Sikong (2008) bahwa pada fotokatalis TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan metode sol-gel pada suhu 500°C menghasilkan ukuran kristal sebesar 23,64 nm. Berdasarkan rata-rata ukuran kristal dari tiga puncak utama, terlihat Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 mempunyai ukuran kristal yang paling kecil yakni sebesar 16,33 nm. Adanya dopan Ni diduga dapat membantu menekan pertumbuhan kristal, sehingga kristal yang terbentuk ukurannya menjadi kecil.



#### 4.2.2.2 Penentuan Band Gap dengan DR-UV

Perhitungan *band gap* dilakukan dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk dimana  $E_g$  didapat dari grafik hubungan antara  $[\alpha h.c/\lambda]^2$  terhadap  $[h.c/\lambda]$  atau energi (eV). Energi *gap* diperoleh dari perpotongan garis lurus pada kurva yang memotong sumbu x. Energi *gap* Ni-TiO<sub>2</sub> hasil sintesis disajikan pada Tabel 4.8 berikut ini.

Tabel 4.8. Energi *gap* semikonduktor Ni-TiO<sub>2</sub>

Semikonduktor	<i>Band gap</i> (eV)
TiO <sub>2</sub>	3,33
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100	2,71
Ni-TiO <sub>2</sub> 3:100	2,60
Ni-TiO <sub>2</sub> 5:100	2,54
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	1,85

Pada Tabel 4.8 menunjukkan bahwa besarnya *band gap* TiO<sub>2</sub> adalah sebesar 33,3 eV. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Susanto (2010) yang memberikan nilai pada sintesis TiO<sub>2</sub> tanpa dopan sebesar 3,36 eV pada suhu kalsinasi 500°C. Selanjutnya pada masing-masing variabel rasio logam nikel memiliki nilai yang semakin kecil. Kemudian pada rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 menghasilkan energi *gap* sebesar 2,71 eV yang jauh lebih besar dari energi *gap* pada rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 sebesar 1,85 eV. Diduga hal tersebut disebabkan oleh kristal NiO yang terbentuk pada katalis Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100. Selain itu, konsentrasi dopan Ni yang diberikan pada rasio 1:100 sangat sedikit. Walaupun demikian, energi *gap* dari Ni-TiO<sub>2</sub> jauh mengalami penurunan dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> hasil sintesis tanpa doping logam Ni yang memiliki

energi *gap* sebesar 3,33 eV. Hal ini sesuai dengan yang diharapkan bahwa penambahan dopan nikel mampu menurunkan energi *gap* pada TiO<sub>2</sub>.

#### ***4.2.2.3 Penentuan jumlah logam Ni dalam TiO<sub>2</sub>***

Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui bahwa semakin banyak jumlah logam nikel yang berhasil didopan ke dalam TiO<sub>2</sub>, maka konsentrasi logam Ni yang terdopan pada TiO<sub>2</sub> juga akan meningkat. Hasil karakterisasi dengan AAS menunjukkan bahwa pada masing-masing rasio penambahan Ni terlihat perbedaan persentase logam yang berhasil terdopan ke dalam TiO<sub>2</sub>.

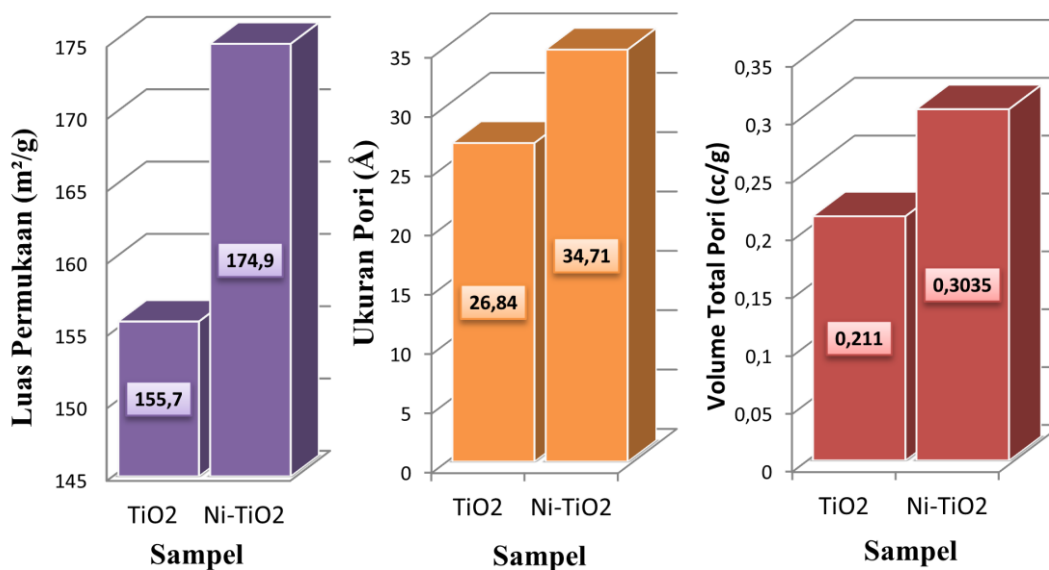
Efisiensi doping Ni pada sampel Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 yang berhasil terdopan adalah 90,36%, Ni-TiO<sub>2</sub> 3:100 sebesar 81,16%, Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100 sebesar 92,68% dan untuk Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 adalah sebesar 79,16%. Berdasarkan keempat sampel tersebut persentase Ni yang terdopan paling tinggi adalah Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100.

Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 memiliki persentase paling rendah dibandingkan dengan ketiga sampel yang lainnya. Hal ini dimungkinkan terjadi karena pada saat proses sintesis, pemanasan dan kalsinasi terdapat larutan yang masih tersisa dan menempel pada pinggiran gelas dan cawan yang digunakan, sehingga kemungkinan jumlah Ni pada TiO<sub>2</sub> menjadi berkurang.

#### ***4.2.2.4 Penentuan Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jejari Pori dan Volume Total Pori***

Tabel 4.4 menunjukkan bahwa luas permukaan, volume pori dan ukuran pori Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 lebih besar dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>. Hal ini menunjukkan secara fisik fotokatalis Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 lebih baik dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>.

Fotokatalis Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 mengalami kenaikan luas permukaan yaitu sebesar 174,9 m<sup>2</sup>/g dibandingkan TiO<sub>2</sub> sebesar 155,7 m<sup>2</sup>/g. Hal ini sesuai dengan luas permukaan yang diharapkan yaitu melebihi luas permukaan dari TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Semakin besar permukaan fotokatalis, semakin besar pula kontak yang terjadi antara permukaan fotokatalis dengan air pada proses dekomposisi, sehingga uji aktivitas dekomposisi air juga akan semakin baik. Volume pori pada katalis Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 juga meningkat dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>. Pada karakteristik ukuran pori terlihat pada Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 menghasilkan kenaikan sebesar 7,87 Å terhadap TiO<sub>2</sub>. Frekuensi kenaikan luas permukaan, volume pori dan ukuran pori selengkapnya akan disajikan pada Gambar 4.5 berikut ini



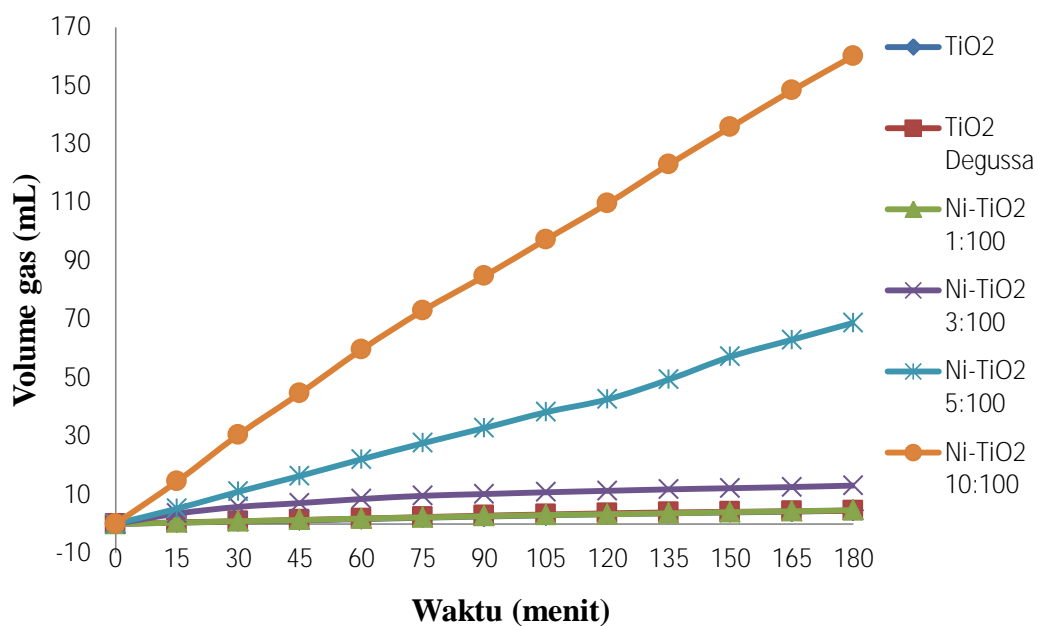
Gambar 4.5. Grafik Kenaikan Luas Permukaan (m<sup>2</sup>/g), Ukuran Pori (Å) dan Volume Total Pori (cc/g)

#### 4.2.3 Uji Aktivitas Fotokatalis

Uji aktivitas pada dekomposisi air dengan gliserol dilakukan untuk mengetahui keberhasilan Ni-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis dengan berbagai variasi

rasio massa Ni. Gliserol dalam proses dekomposisi ini mempunyai peranan sebagai *sacrificial agent*. Keberadaan gliserol pada proses fotokatalitik reaksi dekomposisi air menggunakan semikonduktor mampu menambah jumlah produksi gas hidrogen dibandingkan dengan tanpa gliserol (Slamet *et al.*, 2011).

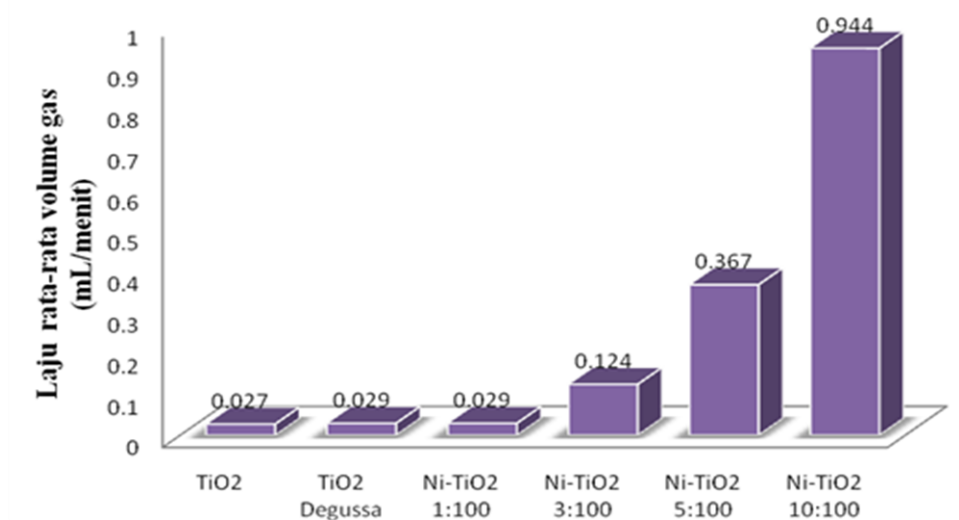
Berdasarkan Tabel 4.5 pengaruh variasi rasio logam Ni dalam mendekomposisi air dengan gliserol menggunakan sinar UV 254 nm menunjukkan hasil volume gas yang paling banyak adalah pada Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100. Pengaruh tersebut telah dibandingkan dengan hasil dekomposisi pada sampel TiO<sub>2</sub> tanpa doping logam dopan. Hasil pengukuran volume pada variasi rasio logam Ni selengkapnya disajikan pada Gambar 4.6 berikut ini.



Gambar 4.6. Grafik hubungan antara volume gas dengan waktu pada variasi rasio logam Ni dalam mendekomposisi air dengan gliserol 20%

Uji aktivitas dekomposisi air dengan gliserol menghasilkan gas yang berbeda-beda pada masing-masing rasio massa Ni. Terlihat produksi gas semakin meningkat hingga pada rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100. Pada rasio 10:100 terlihat terjadi

penurunan energi *gap* yang signifikan. Dari karakterisasi menggunakan BET juga terlihat pada rasio 10:100 memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub>. Semakin besar kontak yang terjadi antara permukaan fotokatalis dengan air dan gliserol pada proses dekomposisi, maka dimungkinkan uji aktivitas dalam memproduksi gas juga akan semakin banyak. Dengan keunggulan ini diduga menyebabkan Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 paling optimal dalam mendekomposisi air dengan gliserol. Selanjutnya dari hasil proses dekomposisi air dengan gliserol tersebut dapat dihitung pula laju gas yang dihasilkan. Selengkapnya disajikan pada Gambar 4.7 laju rata-rata volume gas yang dihasilkan pada masing-masing sampel.



Gambar 4.7. Grafik laju rata-rata volume gas yang dihasilkan pada variasi rasio logam Ni dalam mendekomposisi air dengan gliserol 20%

Pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa pada Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 terlihat paling cepat dalam menghasilkan gas dibandingkan dengan kelima sampel lainnya. Sebagaimana diketahui bahwa pada rasio 10:100 terjadi penurunan energi *gap* hingga 1,85 eV yang jauh dari energi *gap* TiO<sub>2</sub> hasil sintesis yakni 3,33 eV.

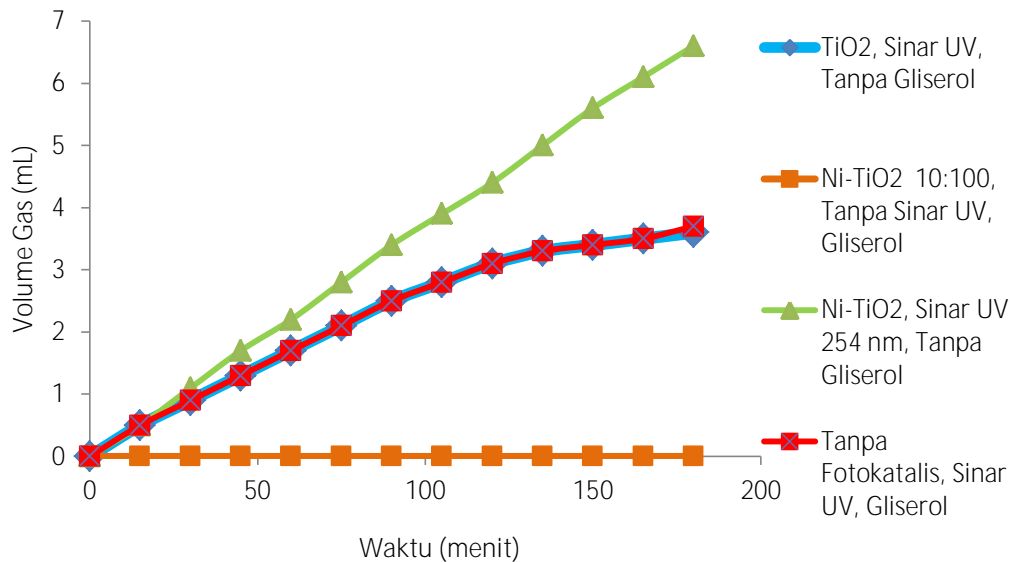
Secara teoritik, *band gap* minimum untuk dekomposisi air secara keseluruhan adalah sekitar 1,23 eV. Tingkat bawah pita konduksi harus lebih negatif daripada potensial redoks  $H^+/H_2$  (0 V vs NHE), sedangkan tingkat atas pita valensi harus lebih positif daripada potensial redoks  $O_2/H_2O$  (1,23 V) (Kudo, 2007). Menurut persamaan Nernst ada sekitar 60 mV pergeseran dalam perubahan per unit dalam pH (Lobaccaro, 2011). Jadi potensial pada pH 7 untuk reaksi oksidasi air bergeser ke 0,42 V sehingga minimum *band gap* untuk proses dekomposisi air adalah sebesar 1,65 eV.

Keadaan *Band gap* Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 sebesar 1,85 eV mampu menyerap foton hingga pada panjang gelombang sebesar 670,18 nm. Nilai tersebut dibandingkan dengan *Band Gap* TiO<sub>2</sub> sebesar 3,33 eV yang memiliki panjang gelombang maksimum pada 372,32 nm. Sehingga pada proses penyerapan foton yang diberikan oleh lampu UV 254 nm dengan energi 4,88 eV mampu memenuhi sumber cahaya yang dibutuhkan masing-masing sampel untuk proses dekomposisi air. Selanjutnya panjang gelombang yang dihasilkan pada masing-masing sampel berdasarkan nilai *band gap* disajikan pada Tabel 4.9 .

Tabel 4.9. Data Nilai Panjang Gelombang Berdasarkan *Band Gap*

<b>Sampel</b>	<b><i>Band Gap</i> (eV)</b>	<b>Panjang Gelombang (nm)</b>
<b>TiO<sub>2</sub></b>	3,33	372,32
<b>Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100</b>	2,71	457,51
<b>Ni-TiO<sub>2</sub> 3:100</b>	2,60	476,86
<b>Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100</b>	2,54	488,13
<b>Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100</b>	1,85	670,18

Pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm juga dapat mempengaruhi proses dekomposisi. Gliserol yang digunakan pada penelitian ini adalah sebesar 20% dan penyinaran menggunakan sinar UV 254 nm. Pada Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 tanpa penyinaran menunjukkan bahwa tidak adanya gas yang dihasilkan pada wadah uji. Hal ini karena tidak adanya foton yang diserap oleh semikonduktor sehingga tidak ada elektron ( $e^-$ ) yang naik ke pita konduksi meninggalkan pita valensi yang selanjutnya akan membentuk *hole* yang nantinya akan bereaksi dengan air untuk pembentukan radikal hidroksil. Sedangkan pada uji tanpa fotokatalis menghasilkan gas sebesar 4,7 mL. Hasil gas tersebut diduga merupakan hasil degradasi gliserol yang menghasilkan gas CO<sub>2</sub>. Pengaruh keberadaan tersebut selengkapnya disajikan pada Gambar 4.8 berikut ini.



Gambar 4.8. Grafik hubungan antara volume gas dengan waktu pada pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm dalam mendekomposisi air

Hasil pada sampel Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 tanpa adanya gliserol menunjukkan penurunan 24x lipat dibandingkan dengan menggunakan gliserol. Hal ini terjadi

karena tidak adanya gliserol yang teradsorpsi pada fotokatalis, sehingga tidak dapat membentuk suatu radikal hidroksil. Adapun persamaan gliserol teradsorpsi pada fotokatalis yang bereaksi membentuk radikal hidroksil (Slamet, *et al.*, 2011):

... (4.1)

Selanjutnya  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang terbentuk dapat bereaksi dengan air sehingga membentuk  $\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{H}\cdot$  yang nantinya akan membentuk hidrogen.

- ... (4.2)

$\text{H}\cdot$  yang terbentuk tidak stabil, sehingga akan berubah menjadi aldehid.

... (4.3)

$\text{OH}\cdot$  dapat bereaksi berlanjut dengan aldehid sehingga terbentuk :

... (4.4)

- ... (4.5)

Selanjutnya  $\text{CO}_2$  yang terbentuk dapat bereaksi secara langsung dengan induksi cahaya *hole* ( $\text{h}^+$ ) sehingga terjadi dekarboksilasi.

... (4.6)

Terbentuknya  $\text{CO}_2$  pada akhirnya dapat mengulangi reaksi 4.2, 4.3, 4.4, 4.5 dan 4.6 untuk membentuk air dan karbon dioksida.



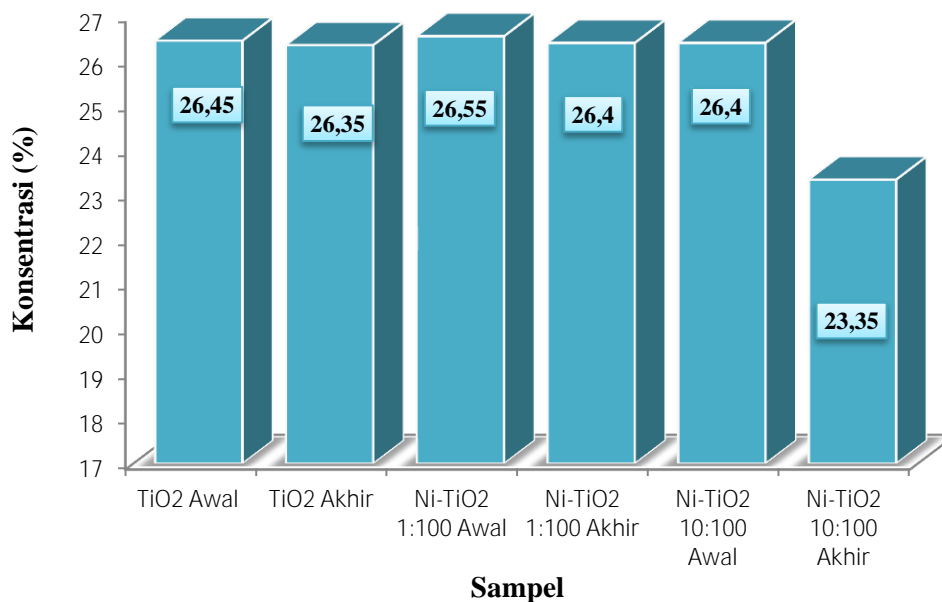
Keberadaan gliserol juga terlihat pengaruhnya pada fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang turun 0,9 mL dari  $\text{TiO}_2$  pada uji aktivitas menggunakan gliserol. Diduga telah terjadi rekombinasi di permukaan fotokatalis antara *hole* dan elektron yang tereksitasi oleh energi foton. Menurut Abe (2010) reaksi pembentukan hidrogen dengan  $\text{TiO}_2$  dari air tanpa menggunakan *sacrificial agent* tidak dapat memisahkan air menjadi hidrogen dan oksigen. Hal ini disebabkan oleh sebagian besar *hole* yang terbentuk dari eksitasi oleh energi foton yang akan bereaksi balik dengan elektron yang tereksitasi sehingga waktu keberadaan elektron pada permukaan katalis menjadi sangat pendek (Afrozi, 2010).

#### **4.2.4 Penentuan Massa Jenis Gliserol Sebelum dan Setelah Dekomposisi Air**

Keberadaan gliserol dalam proses dekomposisi air secara fotokatalitik dapat dilihat dalam dua sisi. Dalam satu sisi, gliserol merupakan reaktan yang bereaksi dengan air yang memberikan produk hidrogen dan karbon dioksida, seperti yang umum terjadi pada proses reaksi *steam reforming*. Di sisi lain, gliserol bertujuan sebagai *sacrificial agent* dalam reaksi dekomposisi air.

Pengukuran massa jenis gliserol dalam penelitian ini berkaitan dengan proses penimbangan sampel. Proses penimbangan dilakukan dengan teliti pada masing-masing sampel dan dilakukan penimbangan sebanyak dua kali. Sehingga hasil yang diperoleh sesuai dengan pengukuran yang diharapkan. Tabel 4.7 telah menunjukkan data hasil pengukuran pada sampel  $\text{TiO}_2$ , Ni- $\text{TiO}_2$  1:100 dan Ni- $\text{TiO}_2$  10:100 menggunakan piknometer. Pada rasio Ni- $\text{TiO}_2$  10:100 terlihat paling banyak mengalami penurunan massa jenis. Frekuensi massa jenis gliserol yang mengalami perubahan setelah proses dekomposisi diperoleh dari hasil perhitungan

persamaan regresi linier  $y = 0,002x + 0,997$ . Grafik massa jenis gliserol pada proses dekomposisi selengkapnya disajikan pada Gambar 4.9 berikut ini.



Gambar 4.9. Grafik keadaan awal konsentrasi gliserol sebelum proses dekomposisi air dan keadaan akhir setelah proses dekomposisi air

Terlihat pada Gambar 4.9 terjadi penurunan konsentrasi yang cukup besar pada sampel Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 yaitu sebesar 3,05%. Pada TiO<sub>2</sub> dan rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100 menunjukkan sedikit penurunan yaitu sebesar 0,1% dan 0,15%. Hal ini menunjukkan bahwa pada rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 mengalami penurunan konsentrasi terbesar.

#### 4.2.5 Uji Pembentukan Gas Hidrogen

Uji nyala dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya hidrogen yang dihasilkan. Pengujian uji nyala menggunakan buret bertujuan untuk melihat secara visual perubahan yang terjadi saat ujung buret dibuka dan disulut dengan api. Ketika ujung buret tempat keluarnya gas dibuka, tampak jelas dimana nyala yang

dihasilkan lebih kuat dibandingkan dengan nyala sebelum dibuka dan tampak seketika adanya api pada ujung buret.

Dari pengamatan yang dilakukan dapat disimpulkan dalam penelitian ini dihasilkan gas hidrogen. Gas hidrogen tersebut diduga bercampur dengan gas karbon dioksida yang dihasilkan pada reaksi dekomposisi tahap akhir dengan gliserol. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Natalia (2008) yang membuktikan adanya gas hidrogen dengan uji nyala pada fotokatalisis air dengan  $\text{TiO}_2$  menggunakan penyinaran  $\lambda = 254 \text{ nm}$ . Kemudian pada penelitian yang dilakukan Afrozi (2010) menggunakan GC-TCD menunjukkan bahwa fotokatalisis air dan gliserol dengan Ni-N-TiO<sub>2</sub> pada saat 3 jam berhasil memproduksi hidrogen sebesar 50,32436  $\mu\text{mol}$  pada konsentrasi Ni 10%. Hal ini menjelaskan bahwa pada proses fotokatalisis menggunakan TiO<sub>2</sub> dengan dopan logam Ni mampu memproduksi hidrogen.

Proses dekomposisi air dengan gliserol menjelaskan bahwa gas yang dihasilkan lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan air saja. Hal ini karena *hole* yang mengoksidasi gliserol membentuk beberapa senyawa yang menghasilkan pembentukan produk samping berupa gas hidrogen. Kemudian pada konsentrasi rasio Ni terbanyak pada Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 menunjukkan perolehan gas yang lebih banyak dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> saja. Namun dalam penelitian ini, hidrogen yang dihasilkan tersebut tidak diidentifikasi secara kuantitatif melainkan secara kualitatif.

## BAB 5

### SIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Penambahan logam nikel mempengaruhi besarnya *band-gap* pada Ni-TiO<sub>2</sub> hasil sintesis. Nilai *band-gap* optimum yang diperoleh adalah 1,85 eV dengan penambahan nikel pada rasio 10:100. Pola XRD menunjukkan perubahan dan intensitas struktur *anatase* pada sintesis Ni-TiO<sub>2</sub>, serta mengakibatkan ukuran kristal Ni-TiO<sub>2</sub> menjadi semakin kecil seiring dengan banyaknya logam yang didopan.
2. Penambahan logam nikel mengakibatkan luas permukaan, ukuran pori dan volume total pori pada Ni-TiO<sub>2</sub> rasio 10:100 meningkat dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa logam Ni.
3. Persentase logam nikel optimum yang terdopan adalah rasio 5:100 yaitu sebesar 0,073677 gram dari jumlah total logam nikel yang didopan yaitu sebesar 0,0795 gram dengan persentase 92,68 %.
4. Pemberian dopan Ni pada fotokatalis TiO<sub>2</sub> mampu meningkatkan kinerja katalis TiO<sub>2</sub> dalam memproduksi gas pada dekomposisi air. Volume gas optimum adalah rasio Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100 sebesar 0,944 mL/menit.

## 5.2 Saran

Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> yang dilakukan dengan metode sol-gel telah berhasil dilakukan. Pada proses kalsinasi perlu dilakukan berbagai variasi temperatur agar dapat mengetahui pengaruhnya terhadap karakteristik fotokatalis yang disintesis. Pada uji aktivitas Ni-TiO<sub>2</sub> perlu dilakukan pengukuran lebih lanjut menggunakan GC-TCD untuk mengetahui berapa banyaknya gas hidrogen yang dihasilkan secara kuantitatif.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abe, R. (2010). Recent progress on photocatalytic and photoelectrochemical water splitting under visible light irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 11(4): 179-209.
- Abdullah, Mikrajuddin., Khairurijal. 2010. *Karakterisasi Nanomaterial Teori, Penerapan, dan Pengolahan Data*. Bandung: CV. Rezeki Putera Bandung: 45-47; 95-97.
- Afrozi, A S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air. *Tesis*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- Brinker, and Scherer. 1990. *Chem.Mater.*, 12, 434 – 441.
- Brown, G.N., Birks, J.W. and Koval. 1992. Development and Characterization of a Titanium-Dioxide Based Semiconductors Photoelectrochemical Detector. *Journal Analysis Chemistry.*, Vol. 64.
- Cotton, F. A., and Geoffrei Wilkinson, 1988. *Advance Inorganic Chemistry*, 5<sup>th</sup> edition. New York: John Wiley and Sons.
- Cotton, F. A dan Wilkinson, G. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press.
- Cristallo G., Roncari E., Rinaldo A., Trifirò F. 2001. Study of anatase–rutile transition phase in monolithic catalyst V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> and V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>–WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>. *Applied Catal. A General.*, Volume 209, 249–256.
- Dasari, M A. 2006. Catalytic conversion of glycerol and sugar alcohols to value-added product. *Disertation*. Missouri: University of Missouri.
- Dimitris I, Kondarides., Vasileia M, Daskalaki., Patsoura, Alexia., Xenophon E, Verykios. 2008. Hydrogen Production by Photo-Induced Reforming of Biomass Components and Derivatives at Ambient Conditions. *Catal Lett* (2008) 122:26–32
- Gates, B. C. 1991. *Catalytic Chemistry*. Kanada: John Willey & Sons, Inc.
- Gunlazuardi J dan Tjahjanto R.T. 2001. Preparasi Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> sebagai Fotokatalisis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis. *Jurnal Penelitian Universitas Indonesia.*, Volume 5, 81-91.

- Haerudin, H., Waskitoaji, W. 2003. Pengaruh Temperatur Reduksi terhadap Aktivitas Katalis Ni dengan Pendukung TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan TiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada Reaksi Metanasi CO<sub>2</sub>. *Indonesian Journal of Chemistry.*, 3(1) 24:31.
- Hellian, P C. 2010. Pengaruh Udara Terhadap Fotolisis Air Oleh Serbuk TiO<sub>2</sub> dengan Adanya Sukrosa. *Abstrak. Kimia Fakultas MIPA, Universitas Andalas.*
- Huang YU, Zheng Xuxu, Yin Zhongyi, Tao Feng, Fang beibei, and Hou Keshan. 2007. Preparation of Nitrogen-doped TiO<sub>2</sub> Nanopartikel Catalys and Its Catalytic Activity under Visible Light. *Chin. J. Chem. Eng.*, 15(6) 802- 807.
- Ibrahim, S A., Sreekantan, Srimala. 2010. Effect of pH on TiO<sub>2</sub> Nanoparticles Via Sol Gel Method. *International Conference on X-Rays & Related Techniques in Research & Industry*, 84-87.
- Kudo, Akihiko. 2007. Photocatalysis and solar hydrogen production. *Pure Appl. Chem.*, Vol. 79, No. 11, pp. 1917–1927
- Kusuma, D S., Soegijono, B., Sarwono R., Sembiring, K C. 2011. Pengaruh Ph Pada Sintesis Katalis Cu-Zno Dengan Proses Sol Gel Untuk Hidrogenolisis Gliserol. *Jurnal Sains Materi Indonesia.*, Vol. 12, No. 3, hal: 209 – 214.
- Lestari, D., Sunarto, W., Susatyo, Eko B. 2012. Preparasi Nano Komposit ZnO/TiO<sub>2</sub> dengan Sonokimia serta Uji Aktivitasnya untuk Fotodegradasi Fenol. *Indonesian Journal of Chemical Science.*, 1(1)(2012).
- Licciulli A., Lisi D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce
- Liqun, M., Qinglin, L., Hongxin D. and Zhang, Z. 2005. Systhesis of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> With High Photoactivity And Large Specific Surface Area By Sol-Gel Method. *Materials Research Bulletin*. 40:201-208.
- Lobaccaro, Peter. 2011. *The Beneficial Interaction of SrTiO<sub>3</sub> Nanoparticles and TiO<sub>2</sub> Nanotubes Utilizing a CO<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Spinel Catalyst*. Departement of Chemical Engineering, University of Notre Dame.
- Luo, Nianjun., Jiang, Z., Shi, H., Cao, F., Xiao, T., Edwards P.P. 2009. Photocatalytic conversion of oxygenated hydrocarbons to hydrogen over heteroatom-doped TiO<sub>2</sub> catalysts. *J Catal.*, Volume 34, 125–129.
- Maryanti, E. 2008. *Studi Pengaruh Listrik Pada Pertumbuhan Kristal ZnO*. Bandung: Jurusan Kimia ITB.

- Morales, E.A, E. S´anchez Mora, and U. Pal. 2007. Use of Diffuse Reflectance Spectroscopy for Optical Characterization of Un-Supported Nanostructures. *Revista Mexicana de Fısica S*: 53.
- Mulia, Vivy. 2009. *Fotolisis Air Dengan Adanya Etanol dan Katalis serbuk TiO<sub>2</sub>*. *Abstrak*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Andalas.
- Mulyaningsih, Dani. 2012. Uji Aktivitas Katalis Moni/Bentonit Hasil Preparasi Pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik Asam Oleat. *Skripsi*. Bandung: Jurusan Pendidikan Kimia UPI: 8-12.
- Naimah, S., Ermawati, R. 2011. Efek fotokatalisis nano TiO<sub>2</sub> terhadap mekanisme Anti Mikroba E Coli dan Salmonela. *Jurnal Riset Industri.*, Vol V, no 2, 113-120.
- Natalia, Nita. 2008. Fotokatalis Air Oleh Serbuk TiO<sub>2</sub> Dalam Adanya Metanol. *Abstrak*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Andalas.
- Ni M., Leung M., Leung D., Sumathy K. 2007. A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO<sub>2</sub> for hydrogen production. *Renewable and Sustainable Energy Rev.*, Volume 11, 401–25.
- Nogueira, R.F.P., and W.F. Jardim.1993, Photodegradation of Methylen Blue Using Solar Light and Semiconductor (TiO<sub>2</sub>). *Journal Of Chemical Education.*, Volume 70, no. 10, 861-862.
- O’Neil M J, et al., editor. 2006. *The Merck Index An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals*. New Jersey: Merck Research Laboratories.
- Park H., Vecitis C.D., Wonyong Choi, Oleh Weres, Hoffmann M.R. 2008. Solar Powered Production of Molecular Hydrogen from Water. *The Journal of Physical Chemistry C Letters*, Volume 112, 885 – 889.
- Pompeo F., Santori G, F., and Nichio N, N. 2011. Hydrogen production by glycerol steam reforming with Pt/SiO<sub>2</sub> and Ni/SiO<sub>2</sub> catalysts. *Catalysis Today*, vol. 172, 183–188.
- Prima, Suci Mulya. 2009. Pengaruh Udara Terhadap Fotolisis Air oleh Serbuk TiO<sub>2</sub> dengan Adanya Kalium Iodida. *Abstrak*. Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas.
- Purwanto, Agus. 2008. *Synthesis Nanopartikel dengan Metode Sol-Gel*. <http://aguspur.wordpress.com> diakses tanggal 15 Februari 2012.

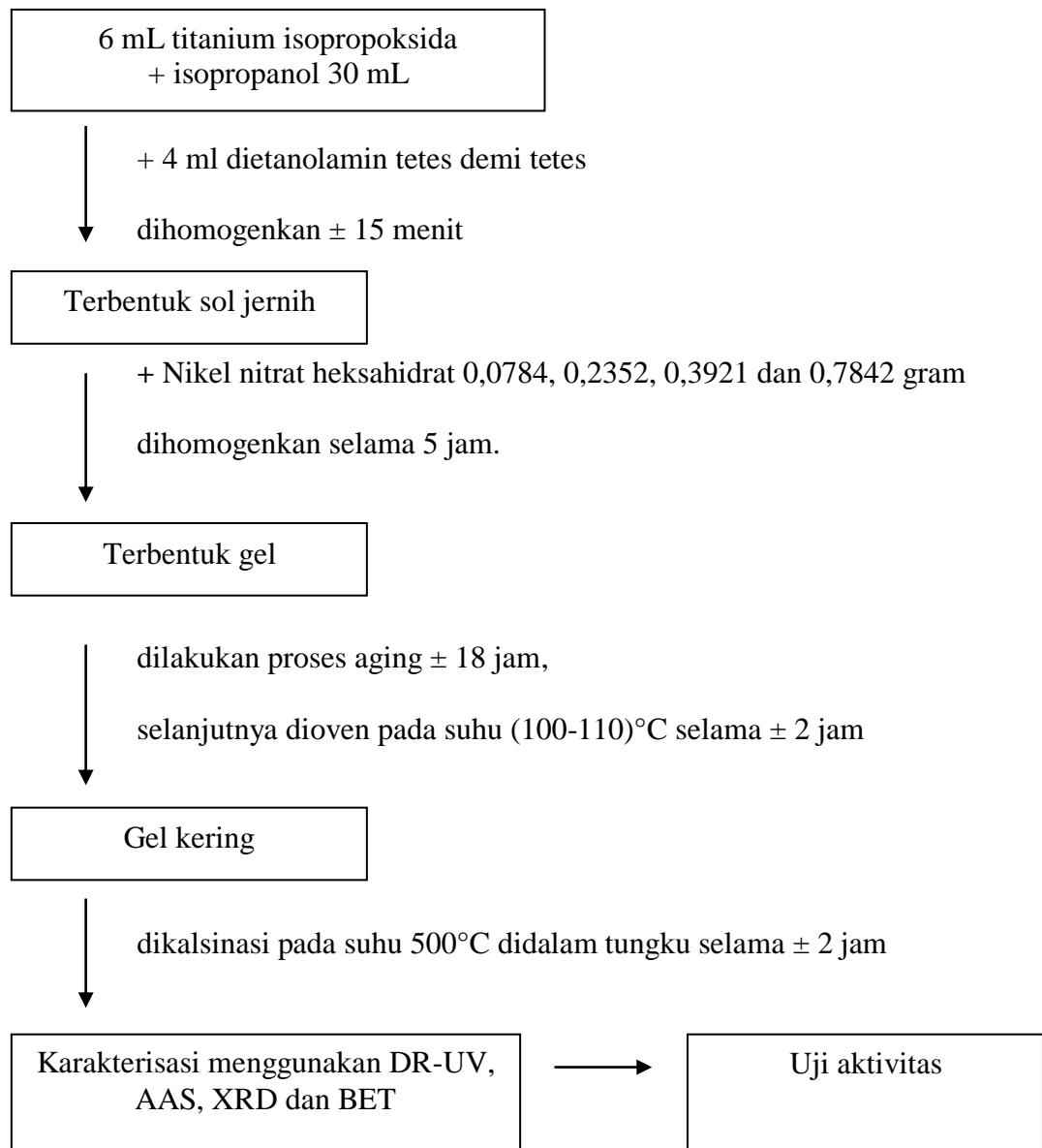


- Qadariyah L, Mahfud, Novita D, Cempaka D, S. 2009. Konversi Gliserol dengan Gelombang Mikro secara Batch. *Jurnal Teknik Kimia*, Vol.4, No.1.
- Radecka M., Rekas M, Trenczek-Zajac A, Zakrzewsk K. 2008. Importance of the band gap energy and flat band potential for application of modified TiO<sub>2</sub> photoanodes in water photolysis. *J. Power Sources.*, Volume 181, 46-55.
- Rilda, Yetria., Arief, S., Dharma, A., Alif, A. 2010. Modifikasi dan Karakterisasi Titania (M-TiO<sub>2</sub>) dengan Doping Ion Logam Transisi Feni dan Cuni. *Jurnal Natur Indonesia.*, 12(2), 178-185.
- Rilda, Yetria., A Dharma, S Arief, A Alief, B Shaleh. 2010. Efek Doping Ni (II) pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO<sub>2</sub> untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Makara. Sains.*, Volume 14, no 1, 7-14.
- Sikong, L., Damchan. 2008. Effect Of Doped SiO<sub>2</sub> And Calcination Temperature On Phase Transformation Of TiO<sub>2</sub> Photocatalyst Prepared By Sol-Gel Method. *Songklanakarinn J.Sci, Technol.* 30(3):385-391.
- Slamet, Anny, Setiadi. 2011. Photocatalytic Hydrogen Generation from Glycerol and Water using Pt Loaded N-doped TiO<sub>2</sub> Nanotube. *International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS.*, Vol: 11, no.3, 91-95.
- Smart, Lesley., Moore, Elaine. 1995. *Introduction to Surface Chemistry and Catalysis*. Kanada: John Willey & Sons, Inc.
- Smith R.J., Xiao-Gong Wang, Van Steenkist T.H. 2007. *Thermal activation of photocatalytic generation of hydrogen*. US. Patent, 0196268 A1.
- Susanto, Agus. 2010. Inseri Nitrogen Pada Nanopartikel TiO<sub>2</sub> dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Limbah Detergen. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang.
- Syukri. T., Ban, Y Ohya., Y. Takahashi. 2003. A Simple Synthesis of Metallic Ni and Ni-Co Alloy Fine Powders from a Mixed-metal Acetate Precursor. *Mater Chem. Phys.* 17: 645-649.
- Takashi, H., Y sunagawa, S Myagmarjav, K Yamamoto, N sato, & a Muramatsu. 2003. Reductive Deposition of Ni-Zn Nanopartikel selectively on TiO<sub>2</sub> Fine Particles in the Liquid Phase. *Materials Transactions*, Vol. 44, No. 11.
- Wu N.L., Lee M.S. 2004. *Enhanced TiO<sub>2</sub> photocatalysis by Cu in hidrogen production from aqueous methanol solution*. Volume 29, Issue 15, 1601-1605.

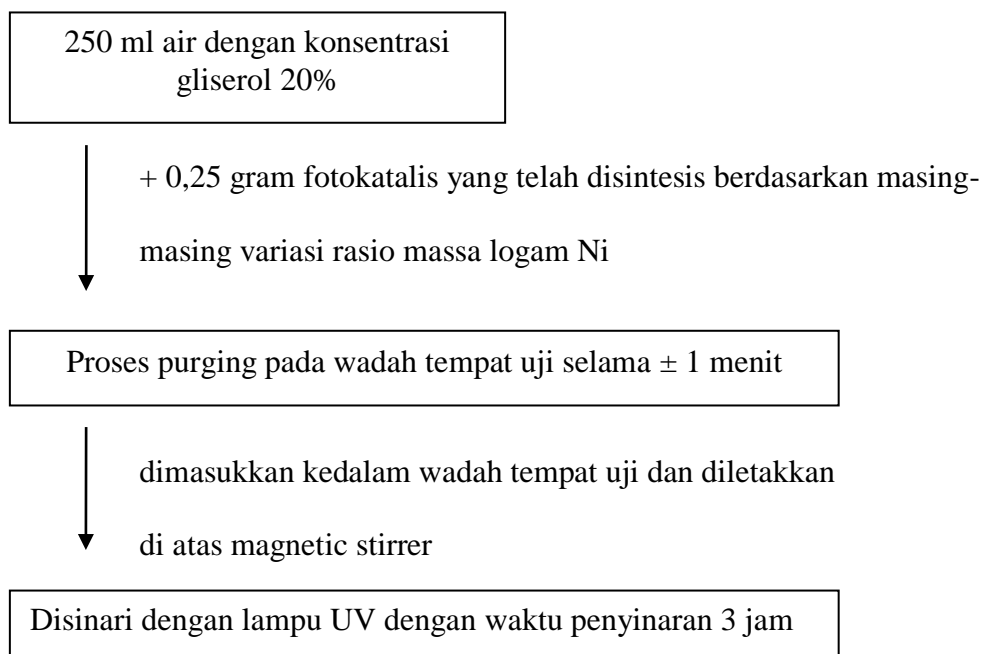
## LAMPIRAN

### 1. Skema kerja

#### 1.1 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel

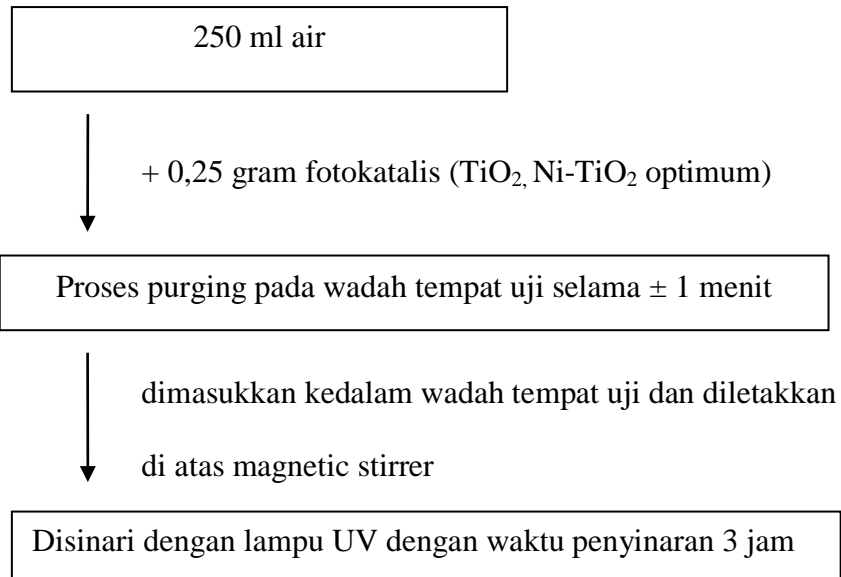


## 1.2 Uji aktivitas fotokatalis Ni-TiO<sub>2</sub> pada dekomposisi air dengan gliserol



Gas yang dihasilkan dihitung skalanya setiap selang 15 menit pada wadah tampung gas yaitu tabung ukur. Hal yang sama juga dilakukan pada dekomposisi air tanpa adanya fotokatalis dan tanpa adanya sinar UV 254 nm.

### 1.3 Uji aktivitas fotokatalis $\text{TiO}_2$ dan $\text{Ni-TiO}_2$ optimum pada dekomposisi air tanpa gliserol



Gas yang dihasilkan dihitung skalanya setiap selang 15 menit pada wadah tampung gas yaitu tabung ukur.

## 2. Perhitungan

### 2.1 Perhitungan molar titanium isopropoksida (TIPP)

$$\text{Molar Ti(OC}_3\text{H}_7\text{)}_4 = \text{—————}$$

$$= \text{—————}$$

$$= 3,313$$

### 2.2 Perhitungan massa Ti(OC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub> pada volume 6 ml

—————

—————

### 2.3 Perhitungan rasio massa nikel : titanium dioksida (Ni:TiO<sub>2</sub>)

Diketahui :

$$\text{Mr Ti}\{\text{OCH(CH}_3\text{)}_2\}_4 : 284$$

$$\text{Mr TiO}_2 : 80$$

$$\text{Mr Ni(NO}_3\text{)}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : 291$$

#### a. Massa TiO<sub>2</sub> dalam TIP

$$\text{Massa TiO}_2 = \text{———} \times 5,6453 = 1,5902$$

**b. Rasio 1 : 100**

$$\text{Massa Ni} = 1,5902 \times \frac{1}{100} = 0,0159 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Ni} = \frac{0,0159}{100} \times \text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0159 \times 100 = 0,0784 \text{ gram}$$

**c. Rasio 3 : 100**

$$\text{Massa Ni} = 1,5902 \times \frac{3}{100} = 0,0477 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Ni} = \frac{0,0477}{100} \times \text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0477 \times 100 = 0,2352 \text{ gram}$$

**d. Rasio 5 : 100**

$$\text{Massa Ni} = 1,5902 \times \frac{5}{100} = 0,0795 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Ni} = \frac{0,0795}{100} \times \text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0795 \times 100 = 0,3921 \text{ gram}$$

**e. Rasio 10 : 100**

$$\text{Massa Ni} = 1,5902 \times \frac{10}{100} = 0,159 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Ni} = \frac{0,159}{100} \times \text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$$

$$\text{Massa Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,159 \times 100 = 0,7842 \text{ gram}$$

### 3. Hasil Karakterisasi XRD

Group Name : Data 2013  
 Data Name : Angga UNNES-1  
 File Name : Angga UNNES-1.PKR  
 Sample Name : TiO<sub>2</sub> 500'C  
 Comment : TiO<sub>2</sub> 500'C

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	6	25.5451	3.48424	100	0.50150	730	20537
2	13	48.3076	1.88251	26	0.59130	192	5654
3	10	38.0839	2.36100	19	0.51790	138	3533

# Peak Data List							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	1	9.1600	9.64672	4	0.34660	27	1097
2	2	9.6200	9.18645	4	0.00000	27	0
3	3	9.9000	8.92725	4	0.00000	26	0
4	4	10.6400	8.30797	4	0.00000	32	0
5	5	11.1800	7.90788	4	1.92000	28	3011
6	6	25.5451	3.48424	100	0.50150	730	20537
7	7	26.3000	3.38592	5	0.29600	38	1429
8	8	34.2600	2.61526	5	0.46000	35	1264
9	9	37.2050	2.41473	6	0.43000	42	1100
10	10	38.0839	2.36100	19	0.51790	138	3533
11	11	38.7600	2.32136	7	0.56800	51	1824
12	12	43.3516	2.08553	7	0.48330	52	1547
13	13	48.3076	1.88251	26	0.59130	192	5654
14	14	48.7600	1.86610	7	0.36000	53	1122
15	15	49.5240	1.83908	5	0.55200	35	1154
16	16	54.2080	1.69071	14	0.62400	102	3681
17	17	55.2675	1.66078	15	0.64500	109	3525
18	18	56.2600	1.63381	4	0.68000	27	1123
19	19	62.3000	1.48913	4	0.48000	27	1073
20	20	62.8987	1.47639	12	0.65750	89	2902
21	21	69.0250	1.35955	4	0.61000	31	974
22	22	70.5250	1.33426	5	0.49000	35	1107
23	23	75.3200	1.26077	7	0.60000	51	2159

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

```
# Data Infomation
  Group Name      : Data 2013
  Data Name      : Angga UNNES-1
  File Name      : Angga UNNES-1.RAW
  Sample Name    : TiO2 500'C
  Comment        : TiO2 500'C
  Date & Time    : 01-15-13 10:40:05

# Measurement Condition
  X-ray tube
  target         : Cu
  voltage        : 40.0 (kV)
  current        : 30.0 (mA)

  Slits
  divergence slit : 1.00 (deg)
  scatter slit    : 1.00 (deg)
  receiving slit  : 0.30 (mm)

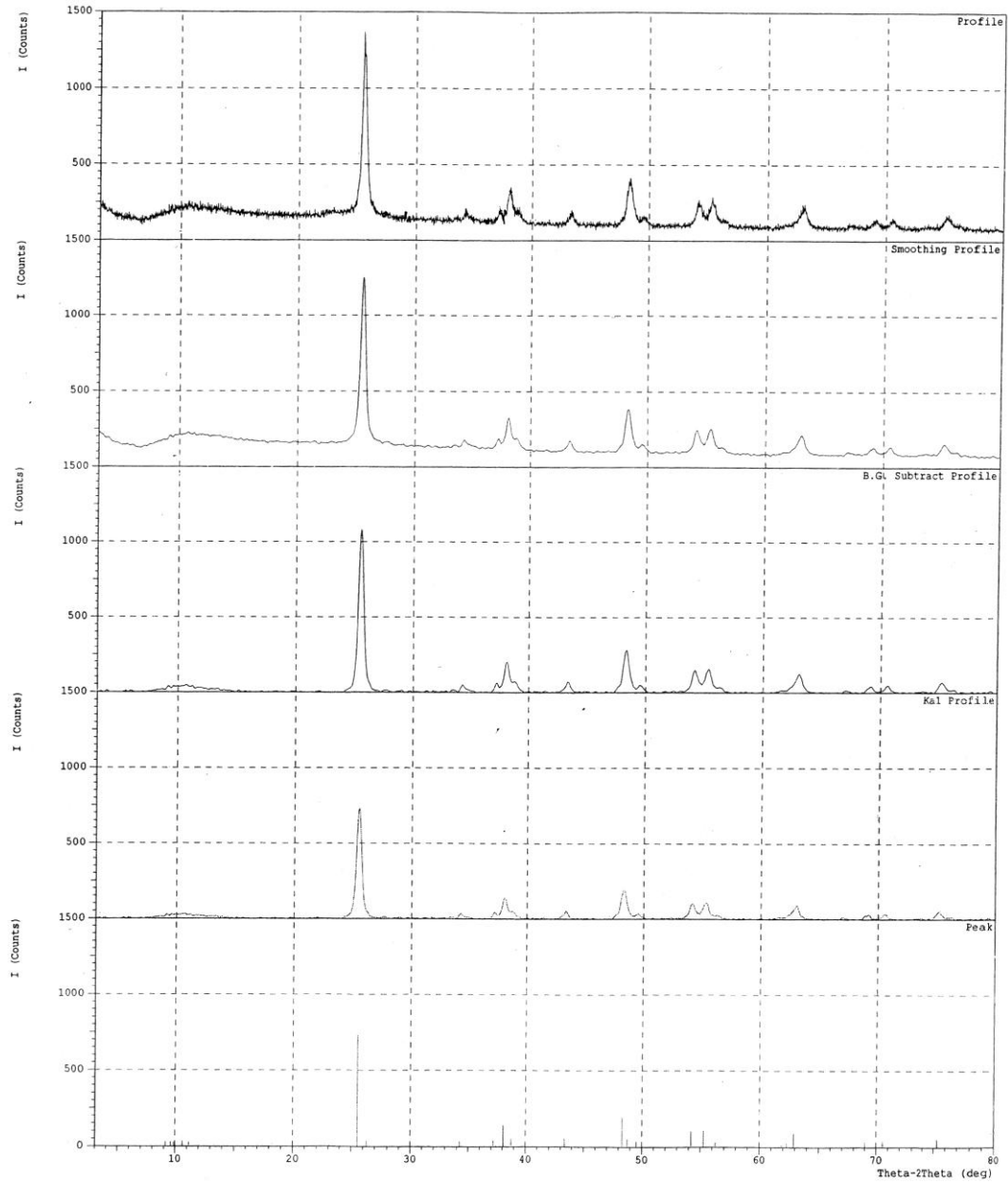
  Scanning
  drive axis     : Theta-2Theta
  scan range     : 3.0200 - 80.0000 (deg)
  scan mode      : Continuous Scan
  scan speed     : 5.0000 (deg/min)
  sampling pitch : 0.0200 (deg)
  preset time    : 0.24 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing      [ AUTO ]
  smoothing points : 25
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
  sampling points : 27
  repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
  Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search     [ AUTO ]
  differential points : 25
  FWHM threshold  : 0.050 (deg)
  intensity threshold : 30 (par mil)
  FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```



## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : Data 2013  
Data Name : Angga UNNES-1  
File Name : Angga UNNES-1.PKR  
Sample Name : TiO<sub>2</sub> 500'C  
Comment : TiO<sub>2</sub> 500'C



Group Name : Data 2013  
 Data Name : Angga UNNES-2  
 File Name : Angga UNNES-2.PKR  
 Sample Name : Ni:TiO2 1:100 500'C  
 Comment : Ni:TiO2 1:100 500'C

## # Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated (Counts)
1	6	25.5048	3.48965	100	0.69970	470	19334
2	13	48.3005	1.88277	26	0.83100	123	5432
3	10	38.0850	2.36093	19	0.83000	90	3023

## # Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated (Counts)
1	8.9000	9.92794	3	1.72000	14	1313
2	9.7200	9.09216	3	0.00000	16	0
3	10.1400	8.71649	4	0.00000	18	0
4	10.8400	8.15514	4	1.52000	21	1180
5	11.9800	7.38154	4	1.28000	17	1294
6	25.5048	3.48965	100	0.69970	470	19334
7	27.1600	3.28062	3	0.28000	14	566
8	34.4350	2.60237	4	0.87000	18	1053
9	37.3400	2.40631	7	0.92000	34	1625
10	38.0850	2.36093	19	0.83000	90	3023
11	38.9800	2.30876	6	0.46000	30	1118
12	43.3000	2.08790	7	0.60000	32	1299
13	48.3005	1.88277	26	0.83100	123	5432
14	49.5200	1.83922	6	0.76000	26	1236
15	54.1400	1.69267	15	0.72000	70	2870
16	55.2000	1.66265	17	0.97340	80	3701
17	56.3200	1.63221	4	0.52000	21	776
18	62.2600	1.49000	5	0.60000	25	1130
19	62.8250	1.47795	13	0.93000	61	2118
20	63.7200	1.45933	3	0.60000	14	698
21	69.1600	1.35722	4	0.72000	19	831
22	70.4133	1.33610	5	0.74670	22	971
23	75.3300	1.26063	7	1.14000	32	1815
24	75.9600	1.25173	4	0.56000	17	630

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

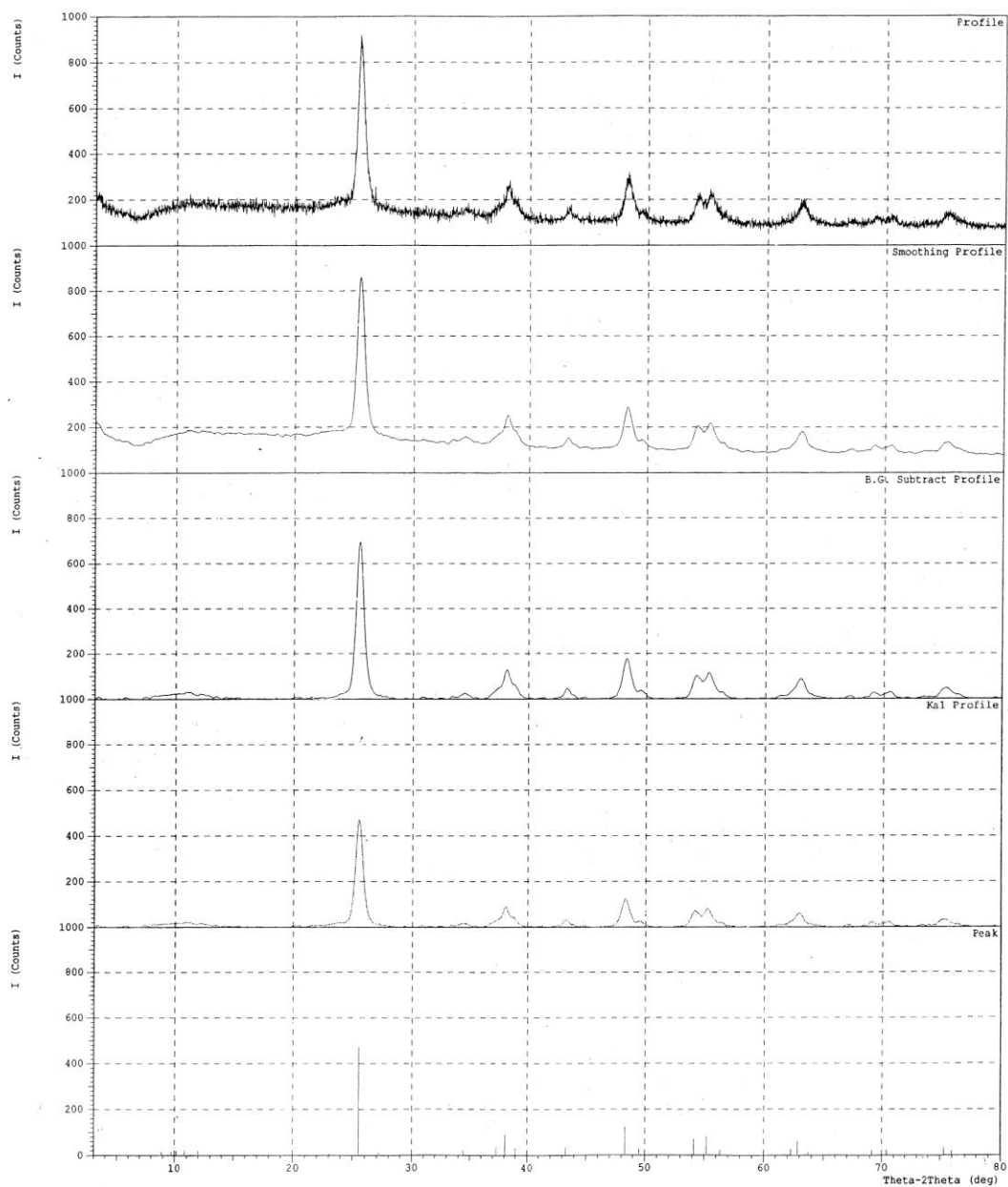
```
# Data Infomation
  Group Name       : Data 2013
  Data Name        : Angga UNNES-2
  File Name        : Angga UNNES-2.RAW
  Sample Name      : Ni:TiO2 1:100 500'C
  Comment          : Ni:TiO2 1:100 500'C
  Date & Time      : 01-15-13 11:06:23

# Measurement Condition
  X-ray tube
    target         : Cu
    voltage        : 40.0 (kV)
    current        : 30.0 (mA)
  Slits
    divergence slit : 1.00 (deg)
    scatter slit    : 1.00 (deg)
    receiving slit  : 0.30 (mm)
  Scanning
    drive axis     : Theta-2Theta
    scan range     : 3.0200 - 80.0000 (deg)
    scan mode      : Continuous Scan
    scan speed     : 5.0000 (deg/min)
    sampling pitch : 0.0200 (deg)
    preset time    : 0.24 (sec)

# Data Process Condition
  Smoothing [ AUTO ]
    smoothing points : 37
  B.G.Subtraction [ AUTO ]
    sampling points : 39
    repeat times    : 30
  Kal-a2 Separate [ MANUAL ]
    Kal a2 ratio    : 50 (%)
  Peak Search [ AUTO ]
    differential points : 33
    FWHM threshold   : 0.050 (deg)
    intensity threshold : 30 (par mil)
    FWHM ratio (n-1)/n : 2
  System error Correction [ NO ]
  Precise peak Correction [ NO ]
```

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : Data 2013  
Data Name : Angga UNNES-2  
File Name : Angga UNNES-2.PKR  
Sample Name : Ni:TiO2 1:100 500'C  
Comment : Ni:TiO2 1:100 500'C



## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : Data 2013  
 Data Name : Angga UNNES-3  
 File Name : Angga UNNES-3.PKR  
 Sample Name : Ni:TiO2 10:100 500'C  
 Comment : Ni:TiO2 10:100 500'C

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	13	25.3640	3.50870	100	0.82800	318	13571
2	22	48.1350	1.88886	24	1.11000	77	4204
3	24	54.1200	1.69325	24	0.86000	77	3406

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	7.5000	11.77772	5	0.84000	16	1070	
2	8.0600	10.96063	8	0.00000	26	0	
3	8.7600	10.08629	11	0.00000	35	0	
4	10.2800	8.59809	16	0.00000	51	0	
5	10.8400	8.15514	15	0.00000	47	0	
6	11.3400	7.79666	15	0.00000	47	0	
7	12.2200	7.23710	11	0.00000	36	0	
8	13.5400	6.53439	8	0.00000	26	0	
9	14.4200	6.13754	8	0.80000	24	1340	
10	15.1800	5.83192	5	0.64000	15	430	
11	15.9783	5.54230	4	0.50330	13	480	
12	24.2400	3.66880	11	0.80000	34	2014	
13	25.3640	3.50870	100	0.82800	318	13571	
14	27.3400	3.25943	5	0.96000	17	1514	
15	33.1400	2.70104	14	0.60000	44	1606	
16	35.8250	2.50452	13	0.67000	40	1340	
17	37.0800	2.42258	9	0.70000	29	946	
18	37.9600	2.36842	17	1.52000	53	2141	
19	38.5800	2.33177	11	0.80000	35	1239	
20	40.9900	2.20007	7	0.50000	21	594	
21	43.2200	2.09158	7	0.68000	21	930	
22	48.1350	1.88886	24	1.11000	77	4204	
23	49.3600	1.84481	10	0.88000	33	1690	
24	54.1200	1.69325	24	0.86000	77	3406	
25	55.1200	1.66488	17	1.14000	54	2615	
26	55.9800	1.64132	8	1.28000	26	1461	
27	57.4000	1.60404	4	0.48000	12	393	
28	61.6200	1.50393	4	0.36000	12	316	
29	62.7900	1.47869	15	1.22000	48	2896	
30	64.1400	1.45078	8	0.78000	26	1166	
31	69.0400	1.35929	4	1.16000	14	811	
32	69.9400	1.34398	5	0.92000	15	780	
33	75.2600	1.26163	7	0.64000	22	1208	

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

## # Data Information

Group Name : Data 2013  
Data Name : Angga UNNES-3  
File Name : Angga UNNES-3.RAW  
Sample Name : Ni:TiO2 10:100 500'C  
Comment : Ni:TiO2 10:100 500'C  
Date & Time : 01-15-13 13:05:42

## # Measurement Condition

X-ray tube  
target : Cu  
voltage : 40.0 (kV)  
current : 30.0 (mA)

Slits  
divergence slit : 1.00 (deg)  
scatter slit : 1.00 (deg)  
receiving slit : 0.30 (mm)

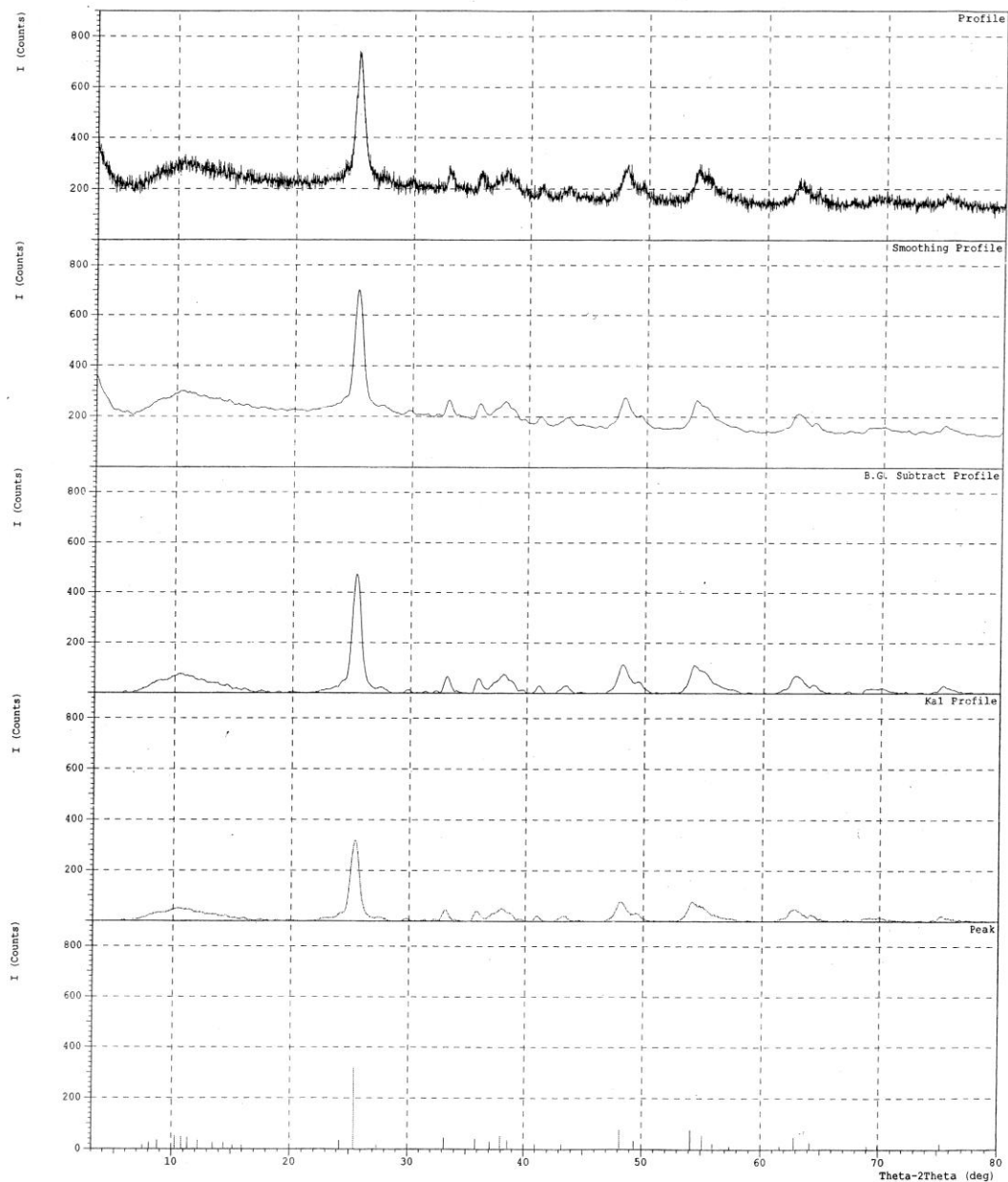
Scanning  
drive axis : Theta-2Theta  
scan range : 3.0200 - 80.0000 (deg)  
scan mode : Continuous Scan  
scan speed : 5.0000 (deg/min)  
sampling pitch : 0.0200 (deg)  
preset time : 0.24 (sec)

## # Data Process Condition

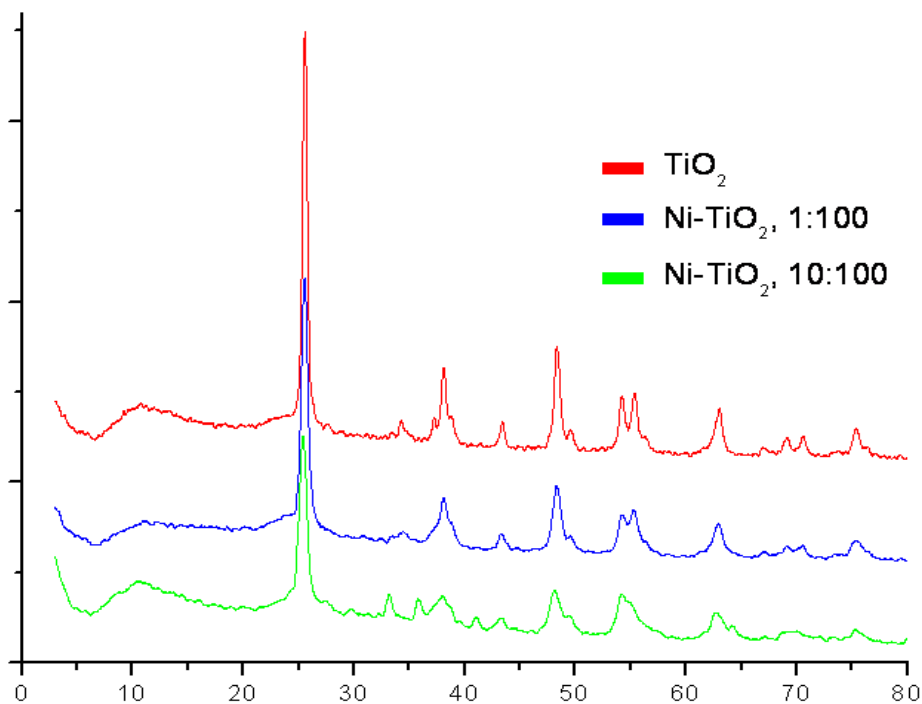
Smoothing [ AUTO ]  
smoothing points : 47  
B.G.Subtraction [ AUTO ]  
sampling points : 55  
repeat times : 30  
Kal-a2 Separate [ MANUAL ]  
Kal a2 ratio : 50 (%)  
Peak Search [ AUTO ]  
differential points : 39  
FWHM threshold : 0.050 (deg)  
intensity threshold : 30 (par mil)  
FWHM ratio (n-1)/n : 2  
System error Correction [ NO ]  
Precise peak Correction [ NO ]

## \*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : Data 2013  
Data Name : Angga UNNES-3  
File Name : Angga UNNES-3.PKR  
Sample Name : Ni:TiO2 10:100 500'C  
Comment : Ni:TiO2 10:100 500'C

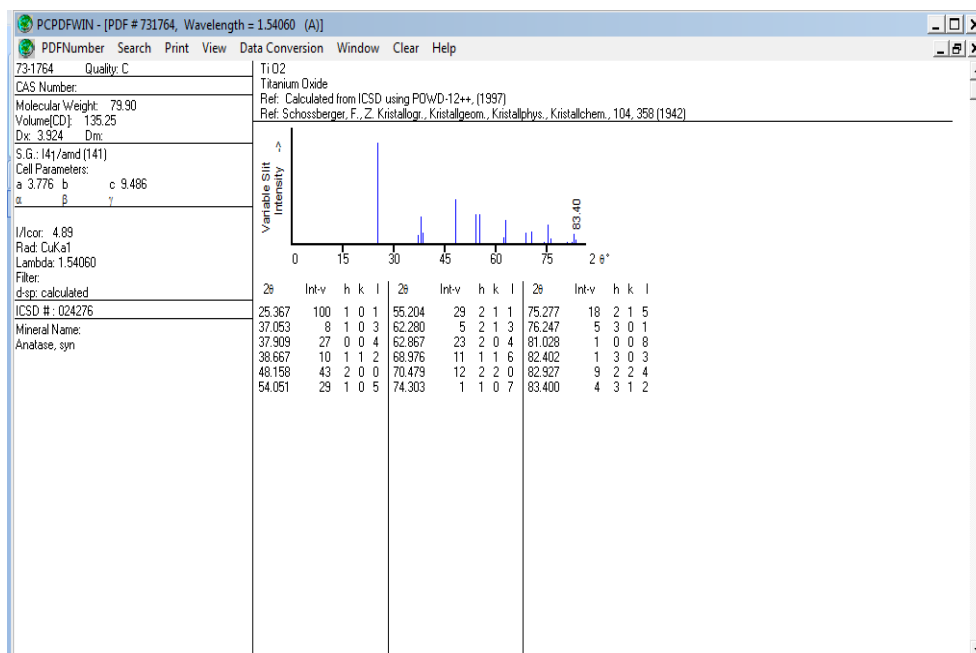


### 3.1 Pola difraksi sinar-X



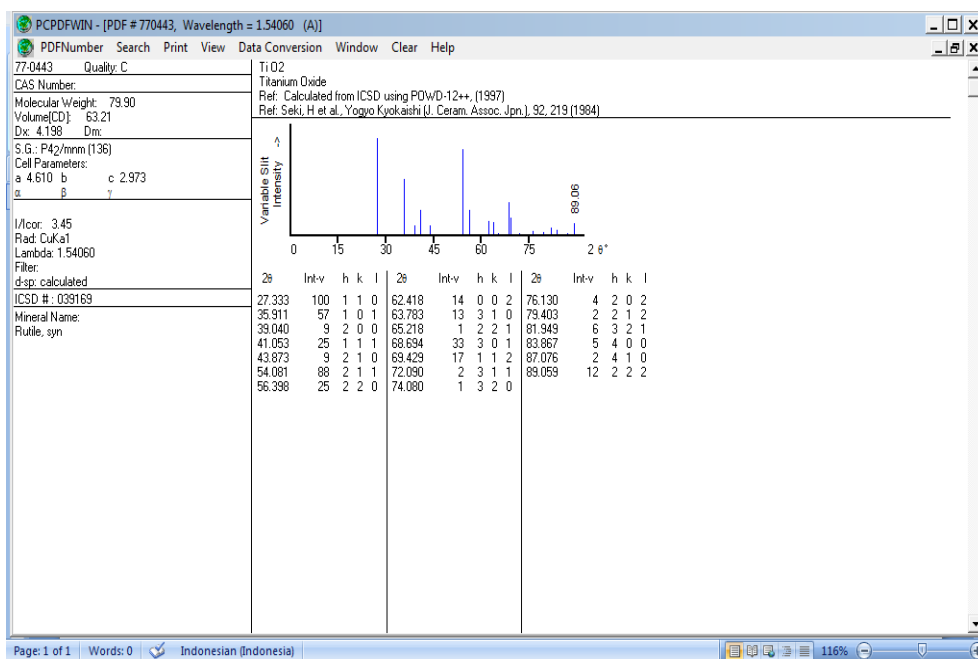
### 3.2 Standar PDF Kristal

#### 3.2.1 Difraktogram Standar Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) Anatase

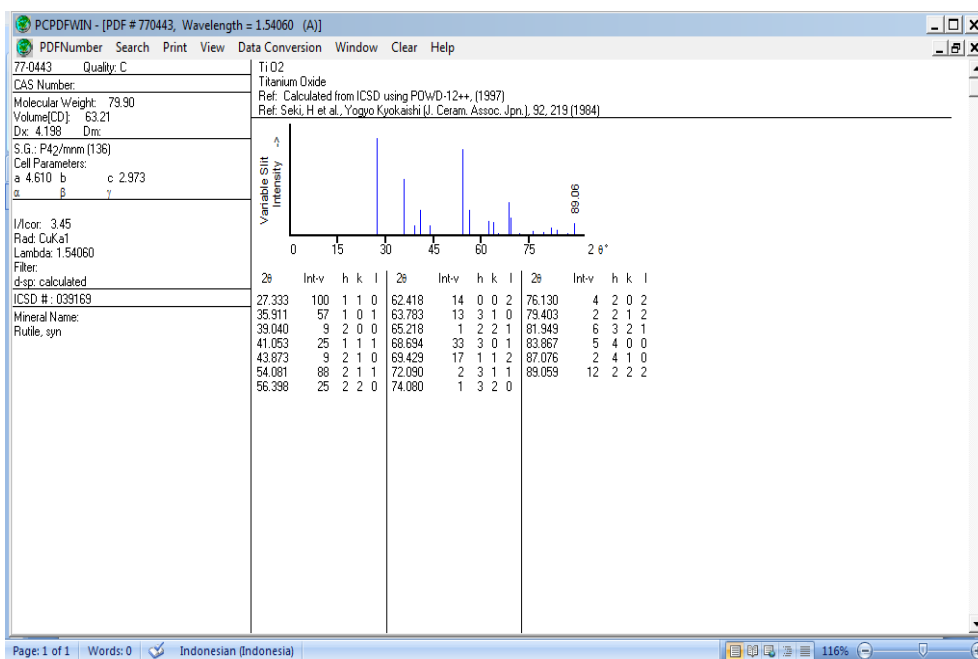




### 3.2.2 Difraktogram Standar Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Rutile



### 3.2.3 Difraktogram Standar Nikel Oksida (NiO)



### 3.3 Hasil Perhitungan Ukuran Kristal

Sampel	B (FWHM)	2θ	Cos θ	d(A°)	Intensitas	λ (nm)	D (nm)	Rata-rata Ukuran kristal (nm)
TiO <sub>2</sub>	0,50150	25,5451	0,9752	3,48424	730	15,418	28,373	27,479
	0,59130	48,3076	0,9124	1,88251	192	15,418	25,720	
	0,51790	38,0839	0,9453	2,36100	138	15,418	28,344	
Ni-TiO <sub>2</sub> , 1:100	0,69970	25,5048	0,9753	3,48965	470	15,418	20,334	18,749
	0,83100	48,3005	0,9125	1,88277	123	15,418	18,229	
	0,83000	38,0850	0,9453	2,36093	90	15,418	17,686	
Ni-TiO <sub>2</sub> , 10:100	0,82800	25,3640	0,9756	3,50870	318	15,418	17,178	16,329
	1,11000	48,1350	0,9131	1,88886	77	15,418	13,691	
	0,86000	54,1200	0,8905	1,69325	77	15,418	18,119	

Perhitungan :

$$D = \frac{0,9 \times \lambda}{B \cos \theta}$$

Keterangan:

D = ketebalan kristal yang juga dapat dianggap sebagai ukuran kristal (nm).

= panjang gelombang sinar-x yang digunakan pada waktu pengukuran (nm).

B = lebar setengah puncak pada difraktogram.

θ = sudut difraksi berasal dari data grafik 2θ pada difraktogram.

Perhitungan ketebalan Kristal :

1. TiO<sub>2</sub>

$$\begin{aligned} D_1 &= \frac{0,9 \times 15,418}{0,50150 \times 0,9752} \\ &= 28,373 \text{ nm} \end{aligned}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,59130 \times 0,9124}$$

$$= 25,720 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,5179 \times 0,9453}$$

$$= 28,344 \text{ nm}$$

## 2. Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,6997 \times 0,9753}$$

$$= 20,334 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,831 \times 0,9125}$$

$$= 18,229 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,83 \times 0,9453}$$

$$= 17,686 \text{ nm}$$

## 3. Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,828 \times 0,9756}$$

$$= 17,178 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{1,11 \times 0,9131}$$

$$= 13,691 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,86 \times 0,8905}$$

$$= 18,119 \text{ nm}$$

#### 4. Perhitungan rata-rata ketebalan kristal

$$D \text{ TiO}_2 \text{ 500}^\circ\text{C} = \text{—————} = 27,48 \text{ nm}$$

$$D \text{ Ni-TiO}_2 \text{ 1:100} = \text{—————} = 18,75 \text{ nm}$$

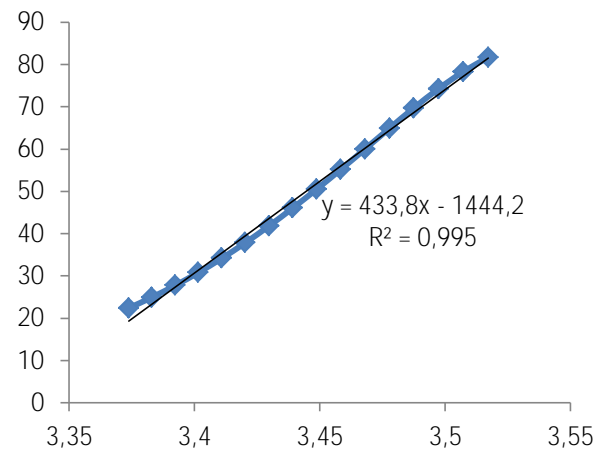
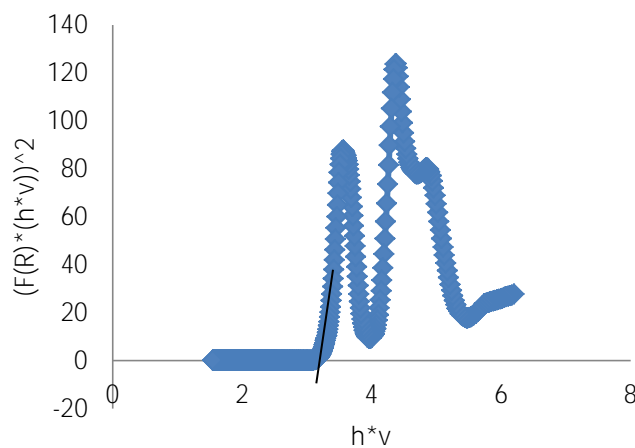
$$D \text{ Ni-TiO}_2 \text{ 10:100} = \text{—————} = 16,33 \text{ nm}$$

#### 4. Hasil Karakterisasi DR-UV

Semikonduktor	Energi gap (eV)
TiO <sub>2</sub> (500°C)	3,33
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100	2,71
Ni-TiO <sub>2</sub> 3:100	2,60
Ni-TiO <sub>2</sub> 5:100	2,54
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	1,85

##### 4.1 Perhitungan band gap

###### 1. TiO<sub>2</sub>

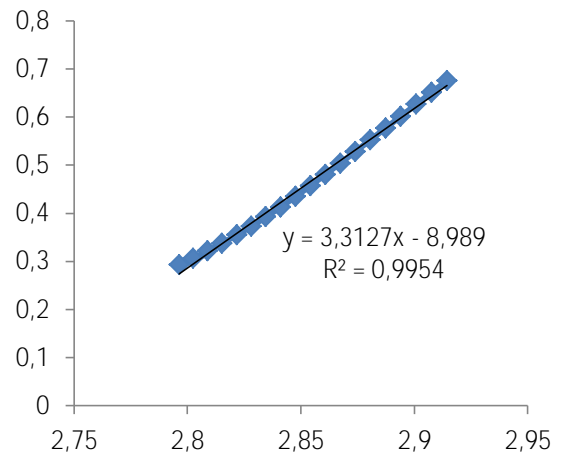
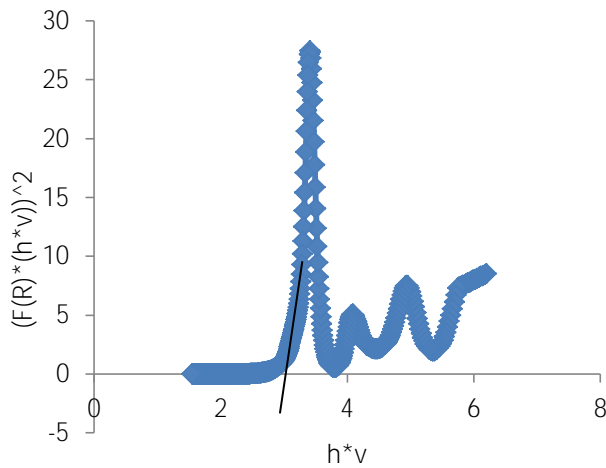


$$y = 433,8x - 1444$$

$$0 = 433,8x - 1444$$

$x = 3,33 \text{ eV}$  (nilai e.g)

## 2. Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100

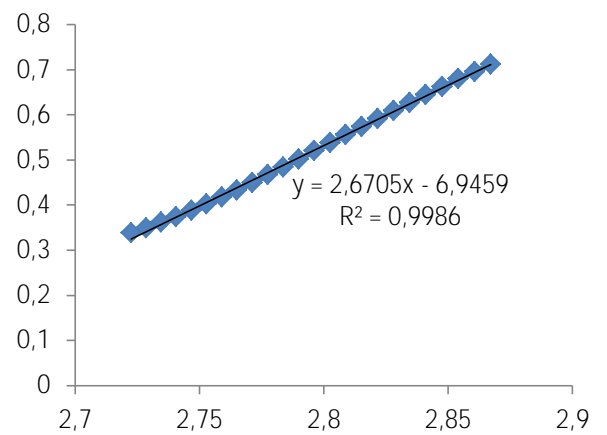
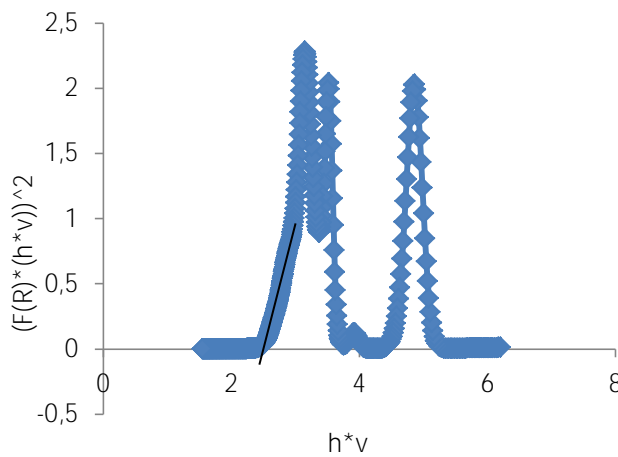


$$y = 3,312x - 8,989$$

$$0 = 3,312x - 8,989$$

$x = 2,71 \text{ eV}$  (nilai e.g)

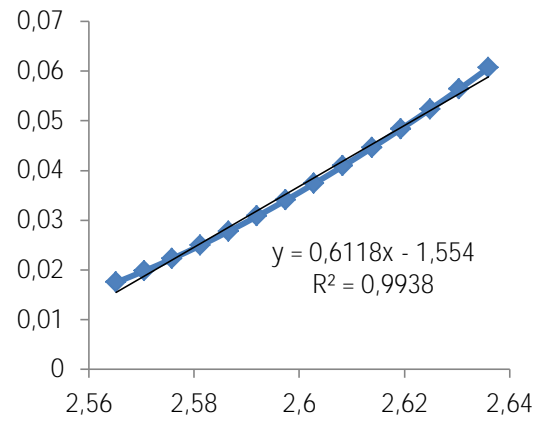
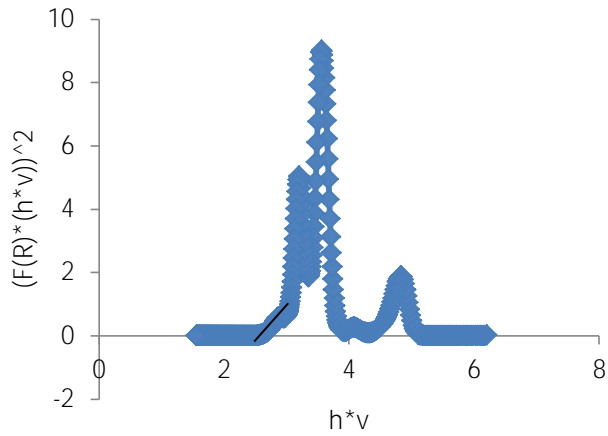
## 3. Ni-TiO<sub>2</sub> 3:100



$$y = 2,670x - 6,945$$

$$0 = 2,670x - 6,945$$

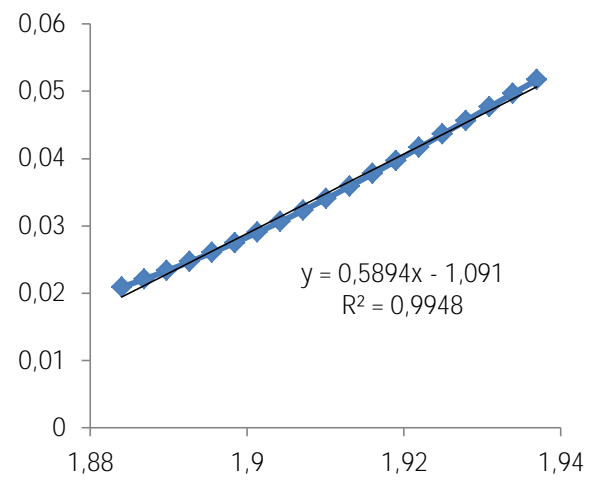
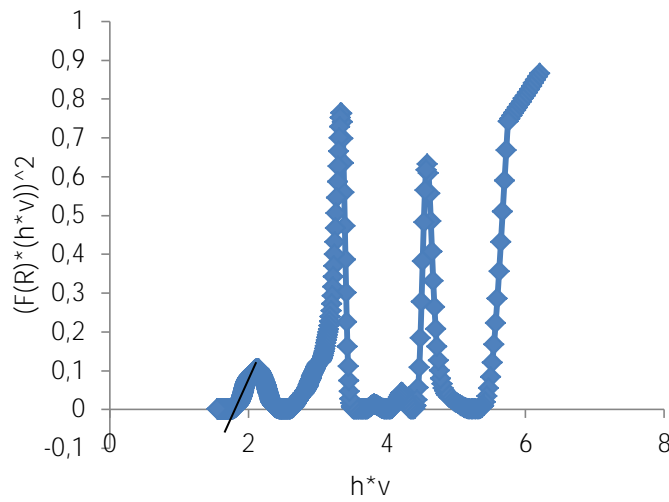
$x = 2,60 \text{ eV}$  (nilai e.g)

4. Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100

$$y = 0,611x - 1,554$$

$$0 = 0,611x - 1,554$$

$$x = 2,54 \text{ eV (nilai e.g)}$$

5. Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100

$$y = 0,589x - 1,091$$

$$0 = 0,589x - 1,091$$

$$x = 1,85 \text{ eV (nilai e.g)}$$

#### 4.2 Perhitungan panjang gelombang dari *band gap*

1. TiO<sub>2</sub>

$$\lambda = \frac{1240}{E_g} = 372,32 \text{ nm}$$

2. Ni-TiO<sub>2</sub> 1:100

$$\lambda = \left( \frac{1240}{E_g} \right) = 457,51 \text{ nm}$$

3. Ni-TiO<sub>2</sub> 3:100

$$\lambda = \frac{1240}{E_g} = 476,86 \text{ nm}$$

4. Ni-TiO<sub>2</sub> 5:100

$$\lambda = \frac{1240}{E_g} = 488,13 \text{ nm}$$

5. Ni-TiO<sub>2</sub> 10:100

$$\lambda = \frac{1240}{E_g} = 670,18 \text{ nm}$$

6. UV 254 nm

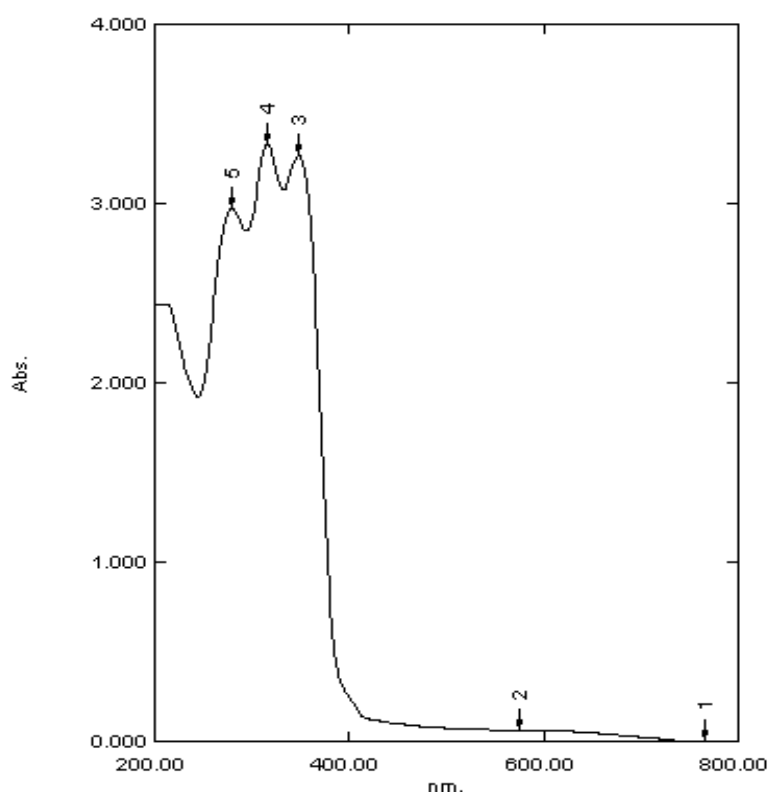
$$E_g = \left( \frac{1240}{\lambda} \right) = 4,88 \text{ eV}$$

### 4.3 Data Analisis DR-UV

UV 1700 PHARMASPEC UV-VIS SPECTROPHOTOMETER SPECULAR REFLECTANCE ATTACHMENT SHIMADZU CORPORATION	
Nama	ANGGA PURNAMA
NIM/NIP	435 040 8036
Dosen Pembimbing	Drs. Sigit Priatmoko, M.Si.
Prodi	Kimia
Institusi	Fak. MIPA UNNES Jateng
Tanggal	Agustus 08, 2012
Waktu & Temperatur	11.00 WIB <span style="float: right;">Suhu : 29<sup>0</sup>C</span>

**KODE SAMPEL : TiO<sub>2</sub>**

- ❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800**  
**Sampel : TiO<sub>2</sub>**

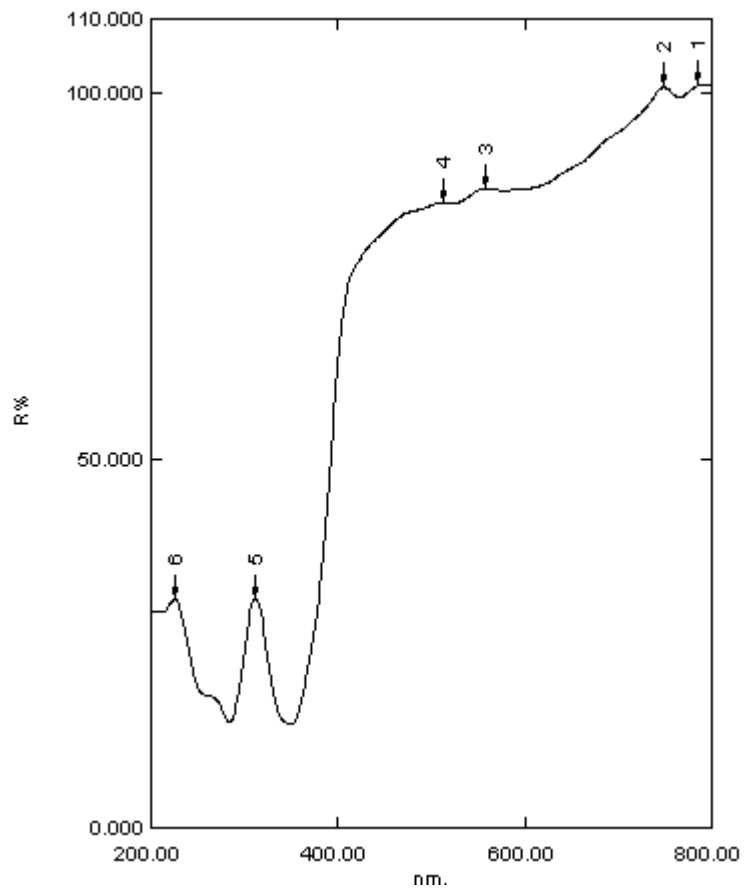


NO	nm	Abs.
1	765.00	0.004
2	575.00	0.064
3	348.00	3.267
4	316.00	3.329
5	280.00	2.970



Angga Purnama, UNNES

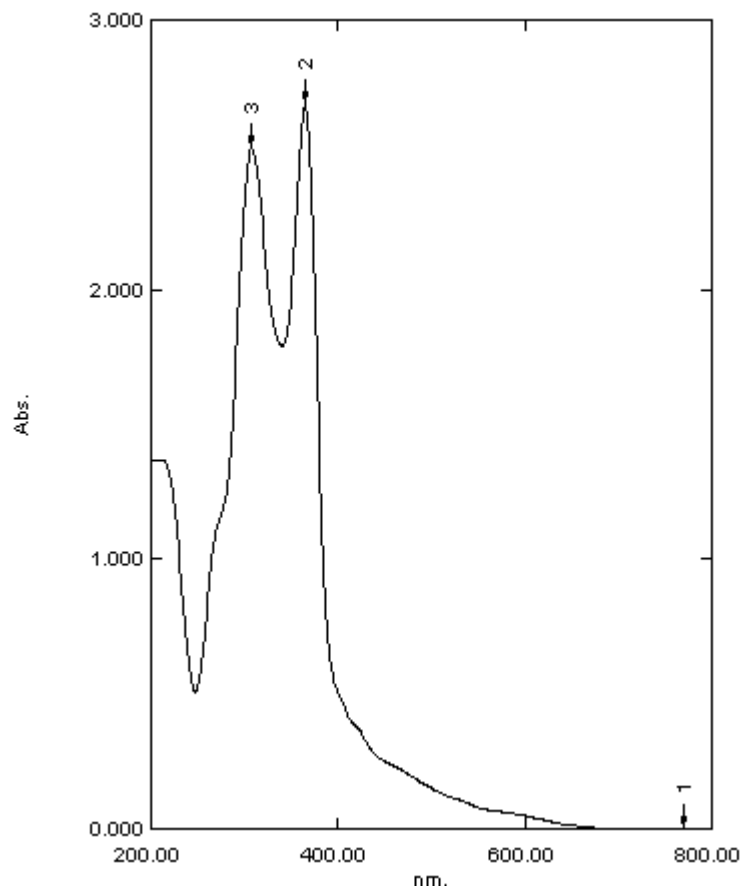
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : TiO<sub>2</sub>



NO	nm	R%.
1	784.00	100.893
2	749.00	100.665
3	558.00	86.976
4	512.00	84.994
5	312.00	31.165
6	225.00	31.031

**KODE SAMPEL : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 1 : 100 ]**

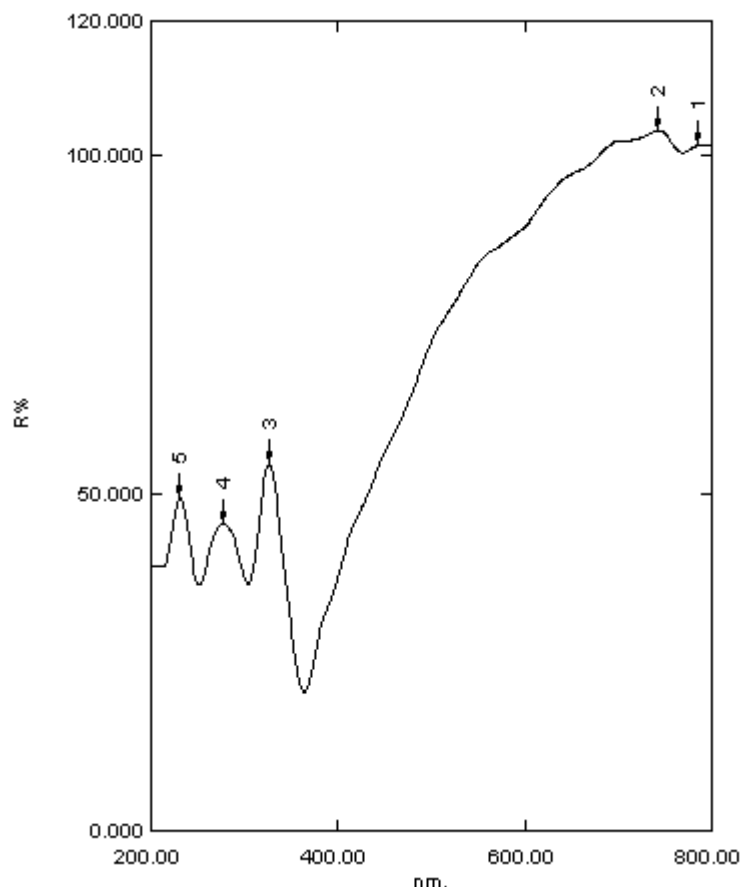
**❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 1 : 100 ]**



NO	nm	Abs.
1	769.00	0.000
2	365.00	2.687
3	308.00	2.523

Angga Purnama, UNNES

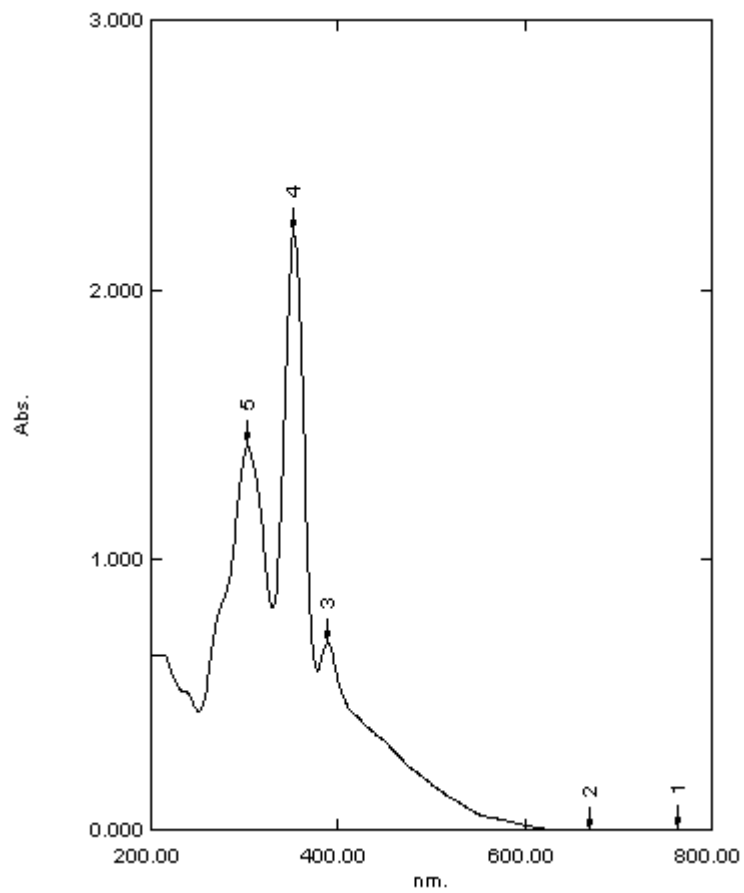
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 1 : 100 ]



NO	nm	R%.
1	784.00	101.516
2	743.00	103.760
3	326.00	54.271
4	277.00	45.539
5	231.00	49.345

**KODE SAMPEL : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 3 : 100 ]**

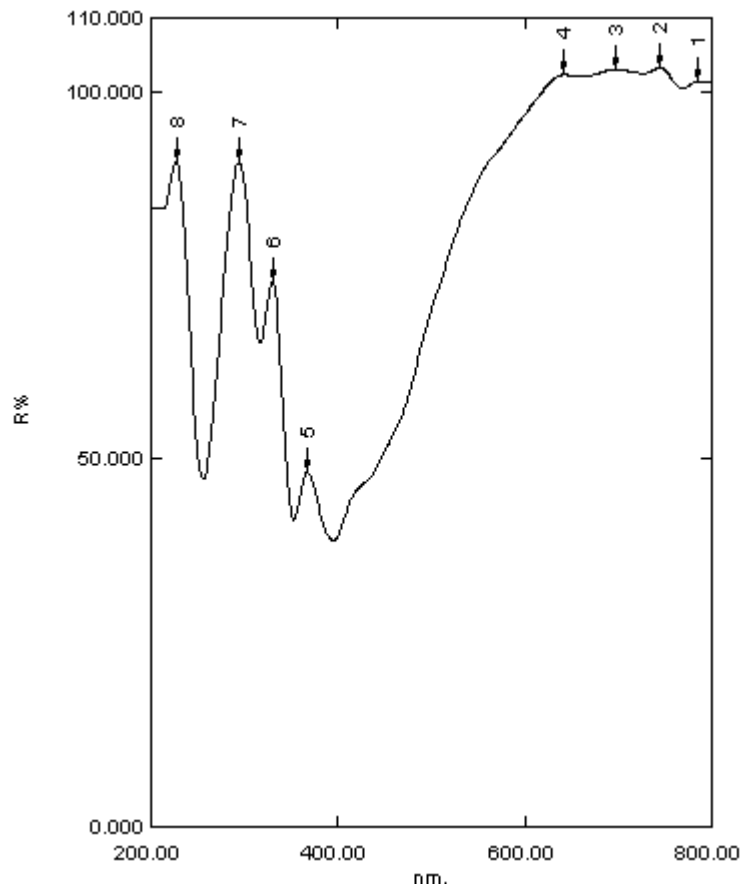
**❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 3 : 100 ]**



NO	nm	Abs.
1	764.00	0.000
2	670.00	-0.006
3	389.00	0.689
4	353.00	2.210
5	303.00	1.422

Angga Purnama, UNNES

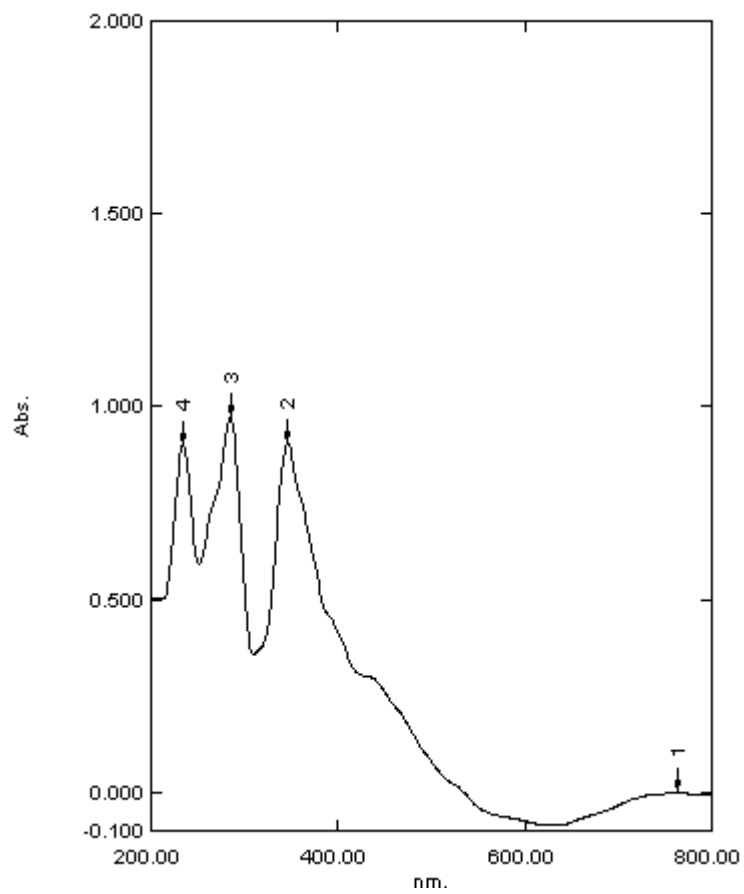
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 3 : 100 ]



NO	nm	R%.
1	784.00	101.414
2	744.00	103.227
3	697.00	102.946
4	642.00	102.266
5	367.00	48.141
6	330.00	74.192
7	294.00	90.308
8	227.00	90.419

**KODE SAMPEL : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 5 : 100 ]**

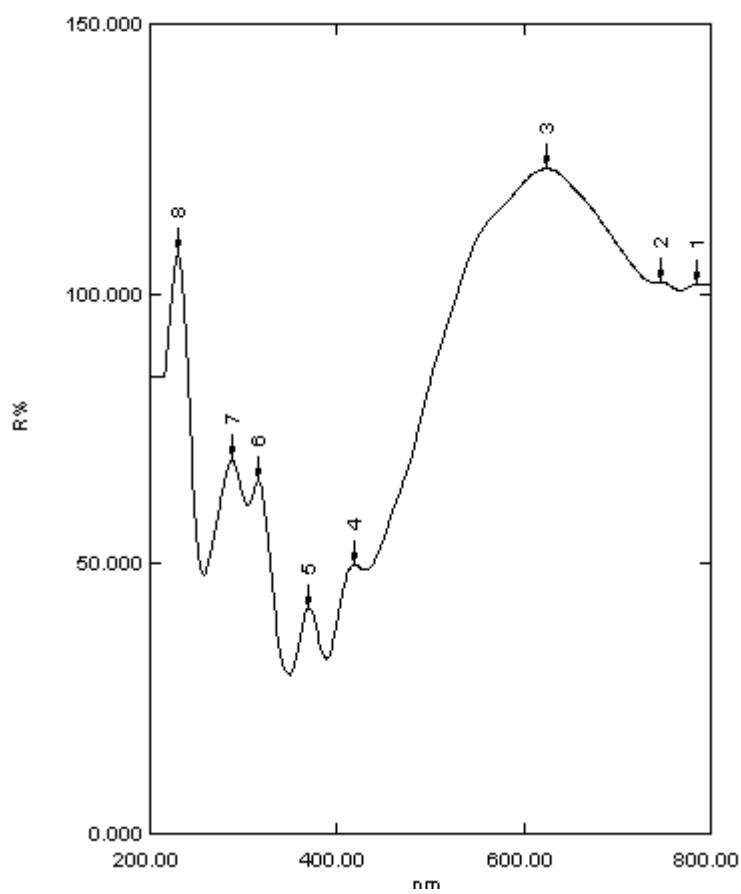
**❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800**  
**Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 5 : 100 ]**



NO	nm	Abs.
1	764.00	-0.000
2	346.00	0.904
3	285.00	0.969
4	234.00	0.900

Angga Purnama, UNNES

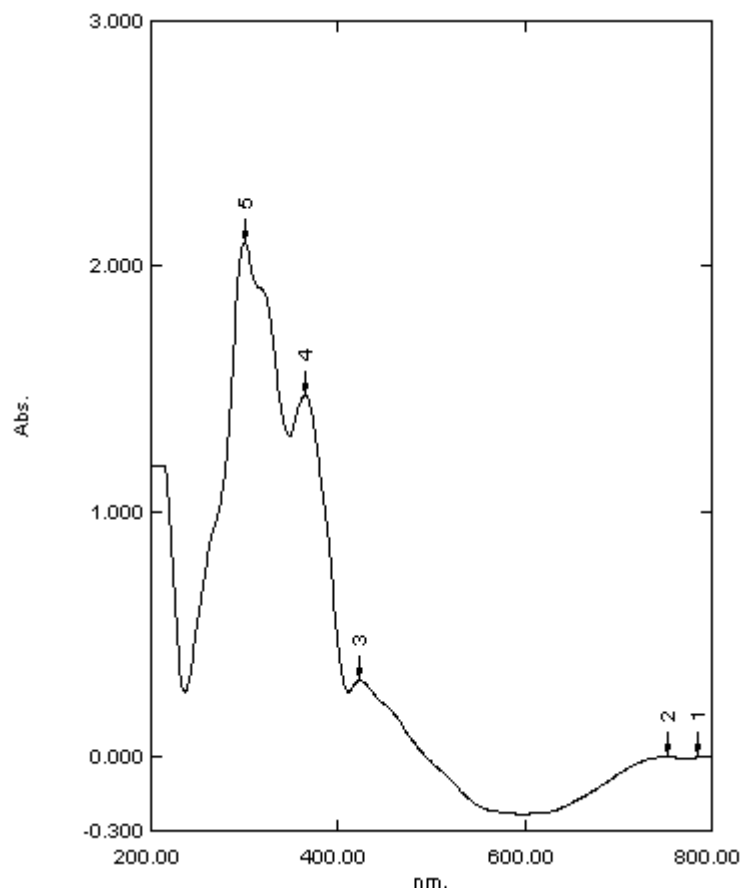
❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 5 : 100 ]



NO	nm	R%.
1	784.00	101.824
2	746.00	102.215
3	624.00	123.193
4	419.00	49.794
5	370.00	41.740
6	316.00	65.275
7	288.00	69.277
8	230.00	107.500

**KODE SAMPEL : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 10 : 100 ]**

**❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800**  
**Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 10 : 100 ]**

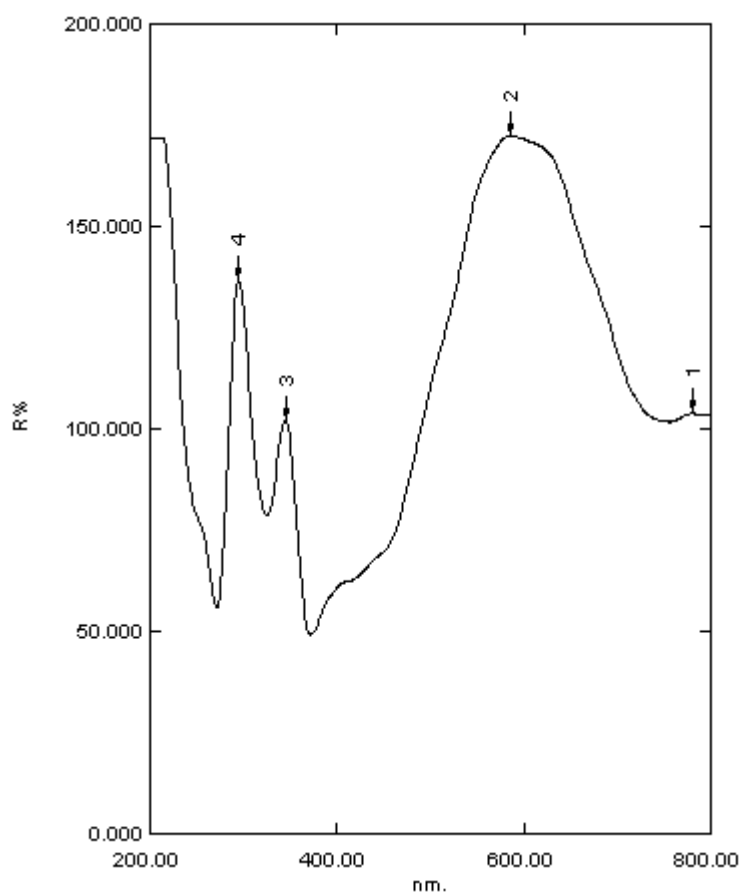


NO	nm	Abs.
1	784.00	-0.001
2	752.00	-0.000
3	423.00	0.314
4	365.00	1.475
5	300.00	2.092



Angga Purnama, UNNES

❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800  
Sampel : Ni – TiO<sub>2</sub> [ 10 : 100 ]



NO	nm	R%.
1	780.00	103.757
2	586.00	172.346
3	345.00	102.060
4	295.00	136.533

## 5. Hasil Karakterisasi AAS

### 5.1 Pembuatan Larutan Standar Ni

a. Ni(II) 1000 ppm dalam 0,25 L

—

b. Ni(II) 100 ppm

c. Ni(II) 1 ppm

d. Ni(II) 2 ppm

e. Ni(II) 3 ppm

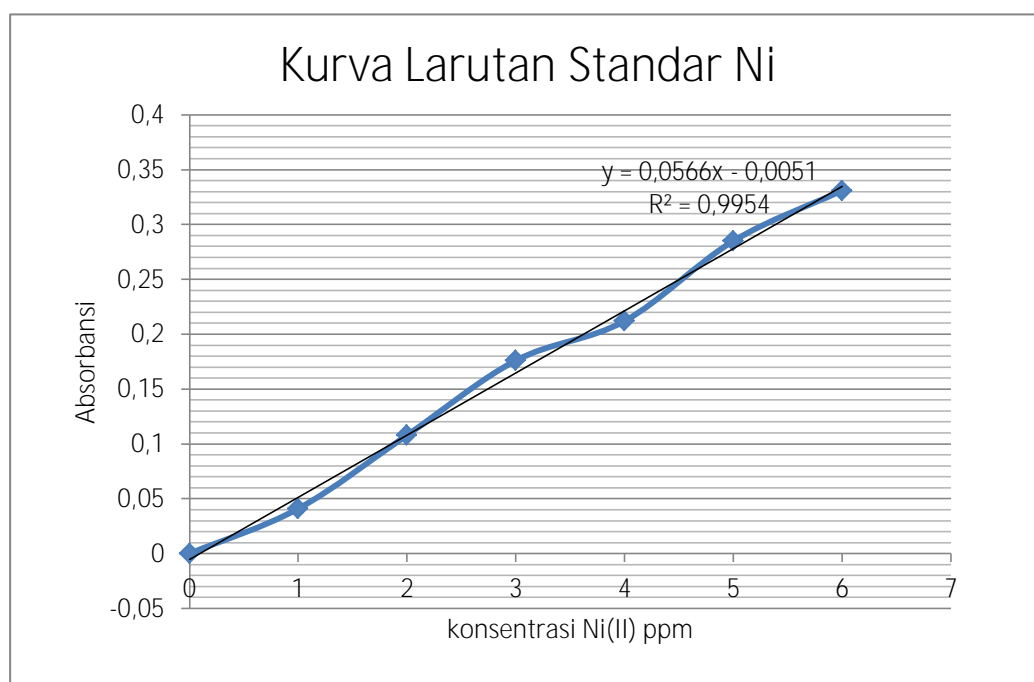
f. Ni(II) 4 ppm

g. Ni(II) 5 ppm

h. Ni(II) 6 ppm

## 5.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Ni(II) ppm	Abs.
0	0
1	0.041
2	0.108
3	0.176
4	0.212
5	0.285
6	0.331



### 5.3 Hasil Perhitungan % Ni yang Terdopan

Sampel	Abs	Pengenceran	Konsentrasi (ppm)	Logam Ni yang didopan (gram)
Ni- TiO <sub>2</sub> 1:100	0,216	10x	39,464285	0,0159
Ni- TiO <sub>2</sub> 3:100	0,123	40x	91,428568	0,0477
Ni- TiO <sub>2</sub> 5:100	0,210	40x	153,571428	0,0795
Ni- TiO <sub>2</sub> 10:100	0,288	50x	209,2857	0,159

a. Ni-TiO<sub>2</sub> Rasio 1:100

$$0,216 = 0,056x - 0,005$$

$$x = \frac{0,216 + 0,005}{0,056} = 3,9464285 \text{ ppm} \times 10 \text{ (pengenceran)}$$

$$= 39,464285 \text{ ppm}$$

$$\frac{39,464285}{10} \times 50 = 1,97346425 \text{ mg dalam } 0,25 \text{ gram}$$

$$= 14,36682 \text{ mg dalam } 1,82 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Logam Ni yang terdopan} = \frac{14,36682}{15,8} \times 100\% = 90,36 \%$$

b. Ni-TiO<sub>2</sub> Rasio 3:100

$$0,123 = 0,056x - 0,005$$

$$x = \frac{0,123 + 0,005}{0,056} = 2,2857142 \text{ ppm} \times 40 \text{ (pengenceran)}$$

$$= 91,428568 \text{ ppm}$$

$$\frac{91,428568}{40} \times 50 = 4,5714284 \text{ mg dalam } 0,25 \text{ gram}$$

$$= 38,7127 \text{ mg dalam } 2,1171 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Logam Ni yang terdopan} = \text{—————} \times 100\% = 81,16 \%$$

c. Ni-TiO<sub>2</sub> Rasio 5:100

$$0,210 = 0,056x - 0,005$$

$$x = \text{————} = 3,8392857 \text{ ppm} \times 40 \text{ (pengenceran)}$$

$$= 153,571428 \text{ ppm}$$

$$\text{—————} \times 50 = 7,6785714 \text{ mg dalam } 0,25 \text{ gram}$$

$$= 73,677 \text{ mg dalam } 2,3988 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Logam Ni yang terdopan} = \text{—————} \times 100\% = 92,68 \%$$

d. Ni-TiO<sub>2</sub> Rasio 10:100

$$0,288 = 0,056x - 0,005$$

$$x = \text{————} = 5,2321428 \text{ ppm} \times 50 \text{ (pengenceran)}$$

$$= 261,60714 \text{ ppm}$$

$$\text{—————} \times 50 = 13,080357 \text{ mg dalam } 0,25 \text{ gram}$$

$$= 125,8592 \text{ mg dalam } 2,4055 \text{ gram}$$

$$\% \text{ Logam Ni yang terdopan} = \text{—————} \times 100\% = 79,16 \%$$

## 6. Hasil Karakterisasi BET

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2010, Quantachrome Instruments  
version 11.0

**Quantachrome**  
INSTRUMENTS

Optimizing particle performance

### Analysis

Operator:nova  
Sample ID: Angga  
Sample Desc: TiO2 500oC  
Sample weight: 0.1005 g  
Outgas Time: 3.0 hrs  
Analysis gas: Nitrogen  
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)  
Analysis Time: 87.6 min  
Cell ID: 98

Date:2012/12/27

Filename: C:\QCdata\Physisorb\ 20121228\_2 Angga.qps  
Comment:  
Sample Volume: 0.02577 cc  
OutgasTemp: 300.0 C  
Bath Temp: 77.3 K  
Equil time: 60/60 sec (ads/des)  
End of run: 2012/12/27 17:28:01

### Report

Operator:nova Date:1/9/2013

Sample Density: 3.9 g/cc

Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)

Instrument: Nova Station A

F/W version: 0.00

### Area-Volume Summary

#### Data Reduction Parameters Data

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	<b>Temperature</b>	77.350K	<b>Liquid Density:</b>	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	<b>Cross Section:</b>	16.200 Å <sup>2</sup>		

#### Surface Area Data

MultiPoint BET.....	1.577e+02 m <sup>2</sup> /g
Langmuir surface area.....	3.998e+02 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	1.172e+02 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	1.197e+02 m <sup>2</sup> /g
t-method external surface area.....	1.577e+02 m <sup>2</sup> /g
DR method micropore area.....	1.521e+02 m <sup>2</sup> /g

#### Pore Volume Data

Total pore volume for pores with Radius less than 333.67 Å at P/Po = 0.970296.....	2.116e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	1.940e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	1.903e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	5.407e-02 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	9.122e-02 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	9.202e-02 cc/g

#### Pore Size Data

Average pore Radius.....	2.684e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.676e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.676e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	2.868e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	1.300e+01 Å
HK method pore Radius (Mode).....	2.158e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction  
for NOVA instruments  
©1994-2010, Quantachrome Instruments  
version 11.0



Optimizing particle performance

**Analysis**

Operator:nova  
Sample ID: Angga  
Sample Desc: Ni-TiO2 10:100  
Sample weight: 0.1005 g  
Outgas Time: 3.0 hrs  
Analysis gas: Nitrogen  
Press. Tolerance: 0.100/0.100 (ads/des)  
Analysis Time: 104.8 min  
Cell ID: 99

Date:2012/12/27

Filename: C:\QCdata\Physisorb\ 20121228\_1 Angga.qps  
Comment:  
Sample Volume: 0.02577 cc  
OutgasTemp: 300.0 C  
Bath Temp: 77.3 K  
Equil time: 60/60 sec (ads/des)  
End of run: 2012/12/27 12:27:40

**Report**

Operator:nova Date:1/9/2013  
Sample Density: 3.9 g/cc  
Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)  
Instrument: Nova Station A  
FW version: 0.00

**Area-Volume Summary**

**Data Reduction Parameters Data**

<b>Adsorbate</b>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å <sup>2</sup>		

**Surface Area Data**

MultiPoint BET.....	1.749e+02 m <sup>2</sup> /g
Langmuir surface area.....	3.647e+02 m <sup>2</sup> /g
BJH method cumulative adsorption surface area.....	1.477e+02 m <sup>2</sup> /g
DH method cumulative adsorption surface area.....	1.504e+02 m <sup>2</sup> /g
t-method external surface area.....	1.749e+02 m <sup>2</sup> /g
DR method micropore area.....	1.873e+02 m <sup>2</sup> /g

**Pore Volume Data**

Total pore volume for pores with Radius less than 363.94 Å at P/Po = 0.972837.....	3.035e-01 cc/g
BJH method cumulative adsorption pore volume.....	2.871e-01 cc/g
DH method cumulative adsorption pore volume.....	2.812e-01 cc/g
DR method micropore volume.....	6.658e-02 cc/g
HK method cumulative pore volume.....	1.079e-01 cc/g
SF method cumulative pore volume.....	1.088e-01 cc/g

**Pore Size Data**

Average pore Radius.....	3.471e+01 Å
BJH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.673e+01 Å
DH method adsorption pore Radius (Mode Dv(r)).....	1.673e+01 Å
DR method micropore Half pore width.....	2.514e+01 Å
DA method pore Radius (Mode).....	1.180e+01 Å
HK method pore Radius (Mode).....	2.158e+00 Å
SF method pore Radius (Mode).....	2.261e+00 Å

## 7. Hasil Uji Dekomposisi Air

### 7.1 Perhitungan laju gas yang dihasilkan per menit

Perhitungan:

$$V \text{ (mL/Menit)} = \text{—————}$$

Waktu (menit)	Volume gas hasil dekomposisi air dan gliserol					
	TiO <sub>2</sub> (mL)	Laju (mL/menit)	TiO <sub>2</sub> Degussa	Laju (mL/menit)	Ni- TiO <sub>2</sub> 1:100	Laju (mL/menit)
0	0	0	0	0	0	0
15	0,4	0,0267	0,5	0,0333	0,4	0,0267
30	0,8	0,0267	0,9	0,03	0,9	0,03
45	1,2	0,0267	1,3	0,0289	1,3	0,0289
60	1,6	0,0267	1,8	0,03	1,8	0,03
75	2,1	0,028	2,3	0,0307	2,2	0,029
90	2,5	0,0278	2,8	0,0311	2,6	0,028
105	2,9	0,0276	3,2	0,0304	3	0,0286
120	3,3	0,0275	3,6	0,03	3,3	0,0275
135	3,6	0,0267	3,9	0,0289	3,6	0,0267
150	3,9	0,026	4,1	0,0273	4	0,0267
165	4,2	0,0254	4,3	0,0261	4,3	0,0261
180	4,5	0,025	4,5	0,025	4,7	0,0261
Laju rata-rata		0,027		0,029		0,029



Waktu (menit)	Volume gas hasil dekomposisi air dan gliserol (mL)					
	Ni-TiO <sub>2</sub> 3:100	Laju (mL/menit)	Ni-TiO <sub>2</sub> 5:100	Laju (mL/menit)	Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	Laju (mL/menit)
0	0	0	0	0	0	0
15	3,5	0,2333	5,2	0,3467	14,5	0,9667
30	5,8	0,1933	11	0,3667	30,5	1,0167
45	7,1	0,1578	16,4	0,3644	44,7	0,9933
60	8,5	0,1417	22,1	0,3683	59,6	0,9933
75	9,6	0,128	27,6	0,368	73	0,9733
90	10,2	0,1133	32,8	0,3644	84,8	0,9422
105	10,8	0,1028	38,2	0,3638	97,3	0,9267
120	11,3	0,0942	42,6	0,355	109,6	0,9133
135	11,8	0,0874	49,4	0,3659	123	0,9111
150	12,2	0,0813	57,2	0,3813	135,7	0,9046
165	12,6	0,0763	63	0,3818	148,3	0,8988
180	13,1	0,072	68,8	0,3822	160,1	0,8894
Laju rata-rata		0,124		0,367		0,944

Waktu (menit)	Volume gas H <sub>2</sub> dan O <sub>2</sub> hasil dekomposisi air (mL)					
	Sinar UV 254 nm, Tanpa gliserol				Gliserol, sinar UV 254 nm tanpa fotokatalis	Laju (mL/menit)
	TiO <sub>2</sub>	Laju (mL/menit)	Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100	Laju (mL/menit)		
0	0	0	0	0	0	0
15	0,5	0,0333	0,5	0,0333	0,5	0,0333
30	0,9	0,03	1,1	0,0367	0,9	0,03
45	1,3	0,0289	1,7	0,0378	1,3	0,0289
60	1,7	0,0283	2,2	0,0367	1,7	0,0283
75	2,1	0,028	2,8	0,0373	2,1	0,028
90	2,5	0,0278	3,4	0,0378	2,5	0,0278
105	2,8	0,0267	3,9	0,0371	2,8	0,0267
120	3,1	0,0258	4,4	0,0367	3,1	0,0258
135	3,3	0,0244	5	0,037	3,3	0,0244
150	3,4	0,0227	5,6	0,0373	3,4	0,0227
165	3,5	0,0212	6,1	0,037	3,5	0,0212
180	3,6	0,02	6,6	0,0367	3,7	0,0205
Laju rata-rata		0,02645		0,0368		0,02646

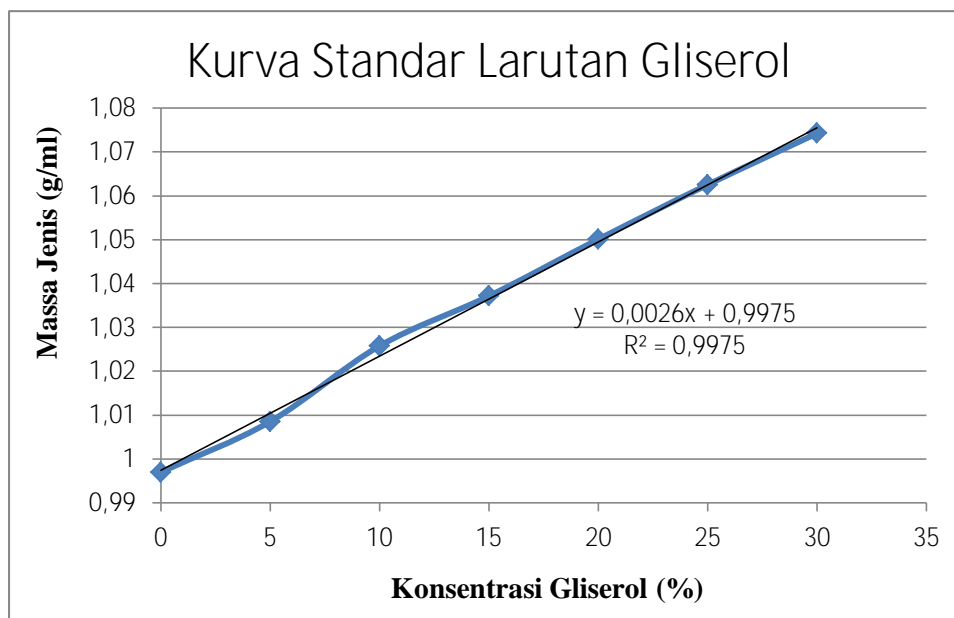
## 8. Hasil Penentuan Massa Jenis Gliserol

**Tabel 8.1 Pembuatan kurva Kalibrasi Larutan Gliserol**

Konsentrasi Gliserol (%)	$m_{\text{rata-rata}}$ (gram)	$m_{\text{k rata-rata}}$ (gram)	$m$ (gram) ( $m_{\text{rata-rata}} - m_{\text{k}}$ )	Massa Jenis
				( $\text{g/cm}^3$ )
0	41,2585	16,3341	24,9245	0,99698
5	41,5472	16,3341	25,2132	1,008528
10	41,9783	16,3341	25,6443	1,025772
15	42,2628	16,3341	25,9288	1,037152
20	42,5864	16,3341	26,2524	1,050096
25	42,8977	16,3341	26,5637	1,062548
30	43,1903	16,3341	26,8563	1,074252

$m_{\text{k}}$  = Piknometer kosong

**Tabel 8.1 Kurva Standar Larutan Gliserol**



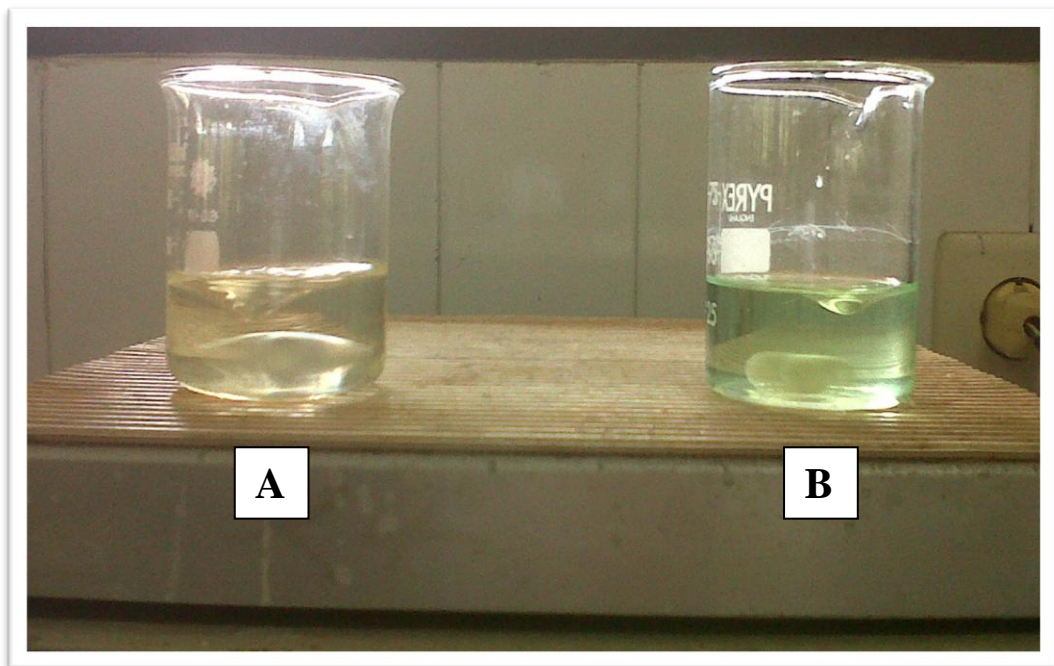
**Tabel 8.2 Hasil Perhitungan Massa Rata-rata Massa Sampel + Piknometer Sebelum dan Sesudah Dekomposisi Air**

Sampel	$m_1$ (gram)	$m_2$ (gram)	$m_{rata-rata}$ ( $\frac{m_1 + m_2}{2}$ ) (gram)
TiO <sub>2</sub> Sebelum	42,5820	42,5830	42,5825
TiO <sub>2</sub> Sesudah	42,5762	42,5754	42,5758
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100 Sebelum	42,5869	42,5875	42,5872
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100 Sesudah	42,5785	42,5787	42,5786
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100 Sebelum	42,5868	42,5860	42,5864
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100 Sesudah	42,4270	42,4262	42,4266

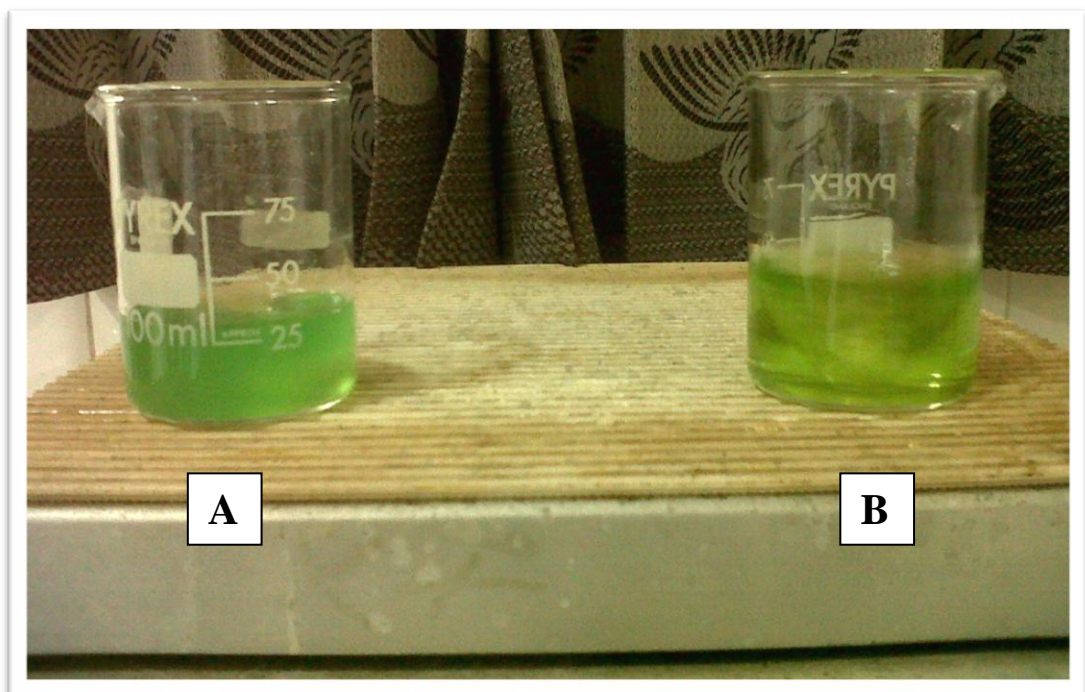
**Tabel 8.3 Perhitungan Penentuan Massa Jenis Gliserol Sebelum dan Sesudah Dekomposisi Air**

Sampel	$m_{rata-rata}$ ( $\frac{m_1 + m_2}{2}$ ) (gram)	$m_k$ rata-rata (gram)	$m$ (gram) ( $m_{rata-rata} - m_k$ )	Massa Jenis ( $\frac{m}{V}$ ) (g/cm <sup>3</sup> )
TiO <sub>2</sub> Sebelum	42,5825	16,3341	26,2485	1,0503
TiO <sub>2</sub> Sesudah	42,5758	16,3341	26,2418	1,0500
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100 Sebelum	42,5872	16,3341	26,2532	1,0513
Ni-TiO <sub>2</sub> 1:100 Sesudah	42,5786	16,3341	26,2446	1,0508
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100 Sebelum	42,5864	16,3341	26,2524	1,0541
Ni-TiO <sub>2</sub> 10:100 Sesudah	42,4266	16,3341	26,0926	1,0477

## 9. Dokumentasi



Gambar 9.1 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel (A) Rasio 0:100, (B) Rasio 1:100



Gambar 9.2 Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub> dengan metode sol-gel (A) Rasio 3:100, (B) Rasio 5:100



Gambar 9.3 Ni-TiO<sub>2</sub> yang telah membentuk gel



Gambar 9.4 Fotokatalis yang telah dilakukan proses aging selama 18 jam

Gambar 9.5 Alat reP2T1 att reko-5(m)posttt



Gambar 9.7 Gas yang dihasilkan pada saat proses dekomposisi air