



**SINTESIS FOTOKATALIS M/TiO₂ DAN
APLIKASINYA UNTUK DEKOMPOSISI AIR**

skripsi
disajikan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
Program studi Kimia

oleh
Satrio Bakti Uji Prambasto

4350408010

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

2013

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bukan hasil plagiat, dan apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan. Adapun kemiripan isi itu sudah mengikuti kaidah pengutipan yang benar.



Semarang, 26 Maret 2013

Satrio Bekti Uji Prambasto
4350408010

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke Sidang Panitia Ujian Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang.

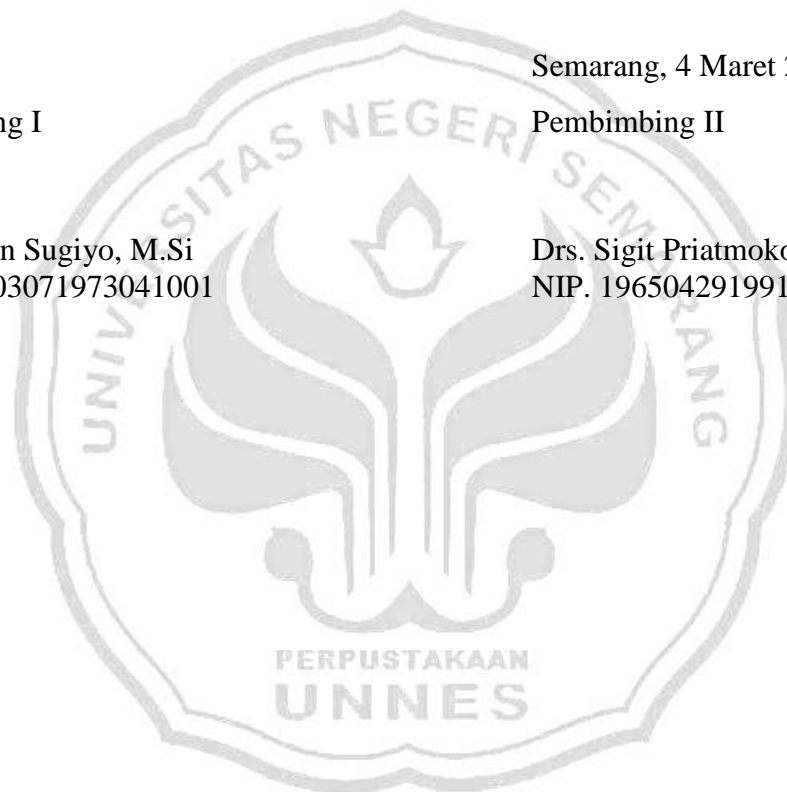
Semarang, 4 Maret 2013

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Warlan Sugiyo, M.Si
NIP. 194703071973041001

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si
NIP. 196504291991031001



PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis Fotokatalis M/TiO₂ Dan Aplikasinya Untuk Dekomposisi Air
disusun oleh

Nama : Satrio Bekti Uji Prambasto

NIM : 4350408010

telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA Universitas
Negeri Semarang pada tanggal 11 Maret 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. Warlan Sugiyo, M.Si
NIP. 194703071973041001

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si
NIP. 196504291991031001

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO:

- *Lakukanlah pekerjaan yang Anda hadapi dengan senang hati maka pekerjaan tersebut akan terasa ringan.*
- *Kesabaran, Menerima apa adanya, Kerja keras dan Do'a dari Ibu adalah kunci kesuksesan.*
- *Jangan pernah meremehkan diri sendiri. Jika kamu tak bahagia dengan hidupmu, perbaiki apa yang salah, dan teruslah melangkah.*
- *Jangan membenci mereka yang mengatakan hal buruk untuk menjatuhkanmu, karena merekalah yang membuatmu semakin kuat setiap hari.*

Tugas Akhir II ini kupersembahkan untuk:

Bapak, Ibu, dan adeku tersayang

Semua orang yang menyayangiku

"Alfiana Putri Irmani S.Pd"

PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan kasih dan kemurahan-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul ” Sintesis fotokatalis M/TiO₂ dan aplikasinya untuk dekomposisi air”. Selama menyusun skripsi ini, penulis telah banyak menerima bantuan, kerjasama, dan sumbangan pemikiran dari berbagai pihak. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini penulis sampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
3. Ketua Prodi Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
4. Drs. Warlan Sugiyo, M.Si_ sebagai Pembimbing I yang telah memberikan petunjuk, arahan, motivasi dan bimbingan dalam penyusunan skripsi ini.
5. Drs. Sigit Priatmoko, M.Si_ sebagai Pembimbing II yang telah memberikan arahan, nasihat, dan motivasi dalam penyusunan skripsi ini.
6. Harjito, S.Pd, M.Sc sebagai Penguji yang telah memberi saran kepada penulis, sehingga dapat menyelesaikan skripsi ini.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan bekal dalam penyusunan skripsi ini.

8. Kedua orang tua tersayang Marno dan S. Yuli Supraptini dan adikku Juita Putri Nugrahaeni atas kasih sayang, nasihat, pengertian, dan motivasi yang diberikan kepada penulis.
9. Mas Huda, Mbak Dian, Mbak Fitri dan seluruh laboran serta teknisi laboratorium Kimia UNNES atas bantuan yang diberikan selama pelaksanaan penelitian.
10. Teman-teman “Big Family Of Chemistry 2008” selalu setia membantu dan memberi semangat.
11. Teruntuk Alfiana Putri Irmani S.Pd terima kasih atas motivasi dan kasih sayangnya selama ini
12. Teman-teman kost “Narso” diantaranya Yusuf, Remon, Satrio, Mono, Murdi, Mei.
13. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian Skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan semua pihak yang membutuhkan.

Semarang, Maret 2013

Penulis,

ABSTRAK

Prambasto, Satrio Bekti Uji. 2013. *Sintesis Fotokatalis M/TiO₂ dan Aplikasinya Untuk Dekomposisi Air*. Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama Drs. Warlan Sugiyo, M.Si dan Pembimbing Pendamping Drs. Sigit Priatmoko, M.Si

Kata kunci: *Dekomposisi Air; Dopan; Fotokatalis; Ni; TiO₂; Zn*

Telah dilakukan penelitian tentang sintesis fotokatalis titanium (IV) oksida termodifikasi Zn dan Ni untuk (i) mengetahui pengaruh dopan Zn dan Ni terhadap band gap TiO₂, (ii) mengetahui pengaruh dopan Zn dan Ni terhadap kristalinitas TiO₂, serta (iii) mengetahui pengaruh Zn dan Ni terhadap aktifitas fotokatalis TiO₂ untuk dekomposisi air. Sintesis M/TiO₂ dilakukan melalui metode sol-gel kemudian diaplikasikan sebagai fotokatalis untuk dekomposisi air. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan DR-UV untuk mengetahui band gap M/TiO₂, XRD untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal, dan foto mikron CCD untuk mengetahui permukaan fotokatalis M/TiO₂. Hasil uji aktifitas fotokatalis menunjukkan Ni(1%)/TiO₂, Zn(2%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ menghasilkan volume gas 3 kali, 11 kali, dan 28 kali dibandingkan TiO₂. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ memiliki ukuran partikel 18,8 nm dengan band gap optimum 2,93 eV serta memiliki aktifitas fotokatalitik tertinggi. Hasil karakterisasi dan kinerja fotokatalis menunjukkan, dopan Zn dan Ni mampu menurunkan band gap TiO₂, meningkatkan kristalinitas, serta meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari TiO₂.

PERPUSTAKAAN
UNNES

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PERNYATAAN	ii
PERSETUJUAN PEMBIMBING	iii
PENGESAHAN	iv
MOTO DAN PERSEMBAHAN	v
PRAKATA	vi
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB	
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Manfaat Penelitian	6
2. TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Hidrogen	8
2.2 Proses Dekomposisi Air.....	9
2.3 Mekanisme kerja fotokatalis	12
2.4 Titanium (IV) oksida.....	15
2.5 Energi gap	19
2.6 Dopan logam.....	22
2.7 Sol gel	24
2.8 Gliserol.....	26
2.9 Karakterisasi Fotokatalis.....	27
2.9.1. Karakterisasi XRD	28

2.9.2. Karakterisasi DR UV-Vis	29
2.9.3. Mikroskop optik.....	30
2.10 Kerangka berfikir	30
3. METODE PENELITIAN	33
3.1 Lokasi Penelitian	33
3.2 Populasi dan Sampel.....	33
3.3 Variabel Penelitian	33
3.3.1. Variabel Bebas	33
3.3.2. Variabel Terikat	34
3.3.3. Variabel Terkendali	34
3.4 Prosedur Penelitian	34
3.4.1. Alat dan Bahan	34
3.4.2. Cara Kerja	35
3.4.2.1. Preparasi Fotokatalis M-TiO ₂	35
3.4.2.2. Uji aktifitas fotokatalis M-TiO ₂	36
3.4.2.3. Uji Gliserol.....	36
3.4.2.4. Karakterisasi fotokatalis	37
4. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	38
4.1. Hasil Penelitian	38
4.1.1. Sintesis M-TiO ₂	38
4.1.2. Karakterisasi Katalis	38
4.1.2.1 Penentuan band gap	38
4.1.2.2 Penentuan ukuran kristal.....	39
4.1.2.3 Perhitungan ukuran kristal	41
4.1.2.4 Perhitungan fraksi anatase dan rutil	42
4.1.3. Mikroskop Mikron	42
4.1.4. Uji Aktivitas fotokatalis	43
4.1.5. Uji Gliserol.....	45
4.2. Pembahasan	48
4.2.1. Sintesis M-TiO ₂	48
4.2.2. Karakterisasi fotokatalis.....	50

4.2.2.1. Penentuan Band Gap	50
4.2.2.2. Penentuan ukuran kristal dan bentuk kristal	51
4.2.2.2.1. Fotokatalis Zn(2%)/TiO ₂	51
4.2.2.2.2. Fotokatalis Ni(1%)/TiO ₂	52
4.2.2.2.3. Fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	54
4.2.3. Mikroskop mikron.....	55
4.2.4. Uji fotokatalitik dekomposisi air.....	56
4.2.4.1. Pengaruh dopan Zn terhadap kinerja fotokatalis.....	59
4.2.4.2. Pengaruh dopan Ni terhadap kinerja fotokatalis	61
4.2.4.3. Pengaruh dopan Zn-Ni terhadap kinerja fotokatalis	63
4.2.5. Uji hidrogen	65
4.2.6. Uji gliserol.....	65
4.2.7. Hubungan Band gap dengan kinerja fotokatalis	67
4.2.8. Hubungan kristalinitas dengan kinerja fotokatalis.....	68
4.2.9. Hubungan kristalinitas dengan band gap	70
5. PENUTUP	72
5.1 Simpulan	72
5.2 Saran	73
DAFTAR PUSTAKA	74
LAMPIRAN	79

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1. Sifat struktur kristal TiO ₂	17
2.2 Perbandingan antara serapan UV Vis dan energi band gap	20
4.1. Sifat fisik M-TiO ₂ hasil sintesis sol gel	38
4.2. Data hasil karakterisasi XRD kristal TiO ₂ dan M-TiO ₂	41
4.3. Hasil perhitungan ukuran kristal TiO ₂ dan M-TiO ₂	41
4.4. Hasil perhitungan fasa rutil dan anatase	42
4.5. Volume hasil dekomposisi air fotokatalis TiO ₂ selama 3 jam.....	43
4.6. Volume hasil dekomposisi air fotokatalis Zn/TiO ₂ selama 3 jam	44
4.7. Volume hasil dekomposisi air fotokatalis Ni/TiO ₂ selama 3 jam	44
4.8. Volume hasil dekomposisi air fotokatalis Ni/TiO ₂ selama 3 jam	45
4.9. Pembuatan kurva standar larutan gliserol.....	46
4.10. Massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air	47
4.11. Hasil perhitungan kadar gliserol sebelum dan sesudah dilakukannya dekomposisi air	48
4.12. Hasil karakterisasi DR UV	50
4.13. Ukuran kristal dari TiO ₂ dan Zn(2%)/TiO ₂ beserta fraksi anatase dan rutil	52
4.14. Ukuran kristal dari TiO ₂ dan Ni(1%)/TiO ₂ beserta fraksi anatase dan rutil	53

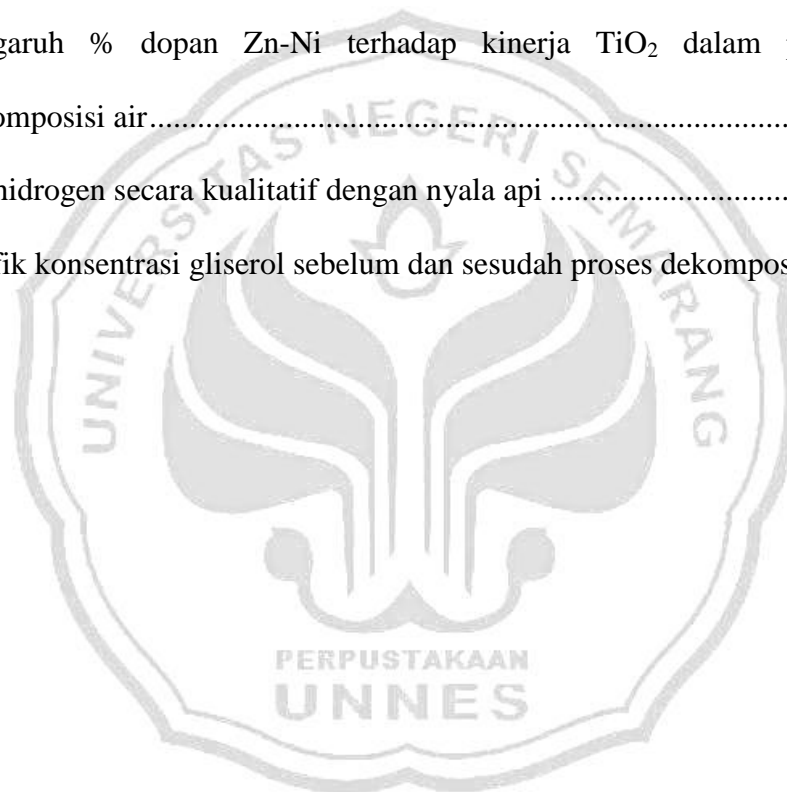
4.15. Ukuran kristal dari TiO_2 dan $\text{Zn}(2\%)\text{-Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$ beserta fraksi anatase dan rutil	55
4.16. Hasil penentuan gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air	66
4.17. Hubungan antara band gap dengan kinerja fotokatalis	68
4.18. Hubungan kristalinitas dengan gas hasil dekomposisi air	70
4.19. Hubungan antara kristalinitas dengan band gap M-TiO_2	70



DAFTAR GAMBAR

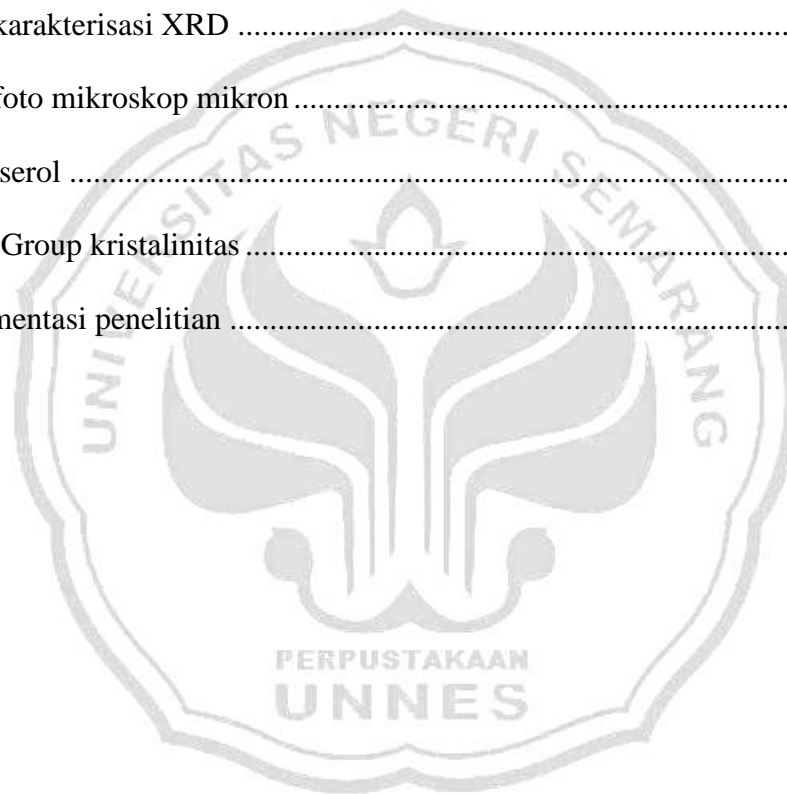
Gambar	Halaman
2.1. Prinsip dasar dekomposisi air pada fotokatalis heterogen	10
2.2. Proses reaksi dekomposisi air pada fotokatalis heterogen.....	11
2.3. Skema proses foto eksitasi pada semikonduktor	14
2.4. Tingkat energi dari semikonduktor.....	15
2.5. Struktur kristal rutil dan anatase	18
4.1. Kurva band gap.....	39
4.2. Perbandingan difraktogram XRD fotokatalis TiO ₂ dengan dopan M/TiO ₂ dengan suhu kalsinasi 500 °C.....	40
4.3. Hasil foto mikron dari fotokatalis TiO ₂ , Zn(2%)/TiO ₂ , Ni(1%)/TiO ₂ , dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	42
4.4. Kurva standar larutan gliserol.....	46
4.5. Reaksi dalam proses sol gel.....	47
4.6. Perbandingan hasil XRD dari TiO ₂ dengan Zn(2%)/TiO ₂	51
4.7. Perbandingan hasil XRD dari TiO ₂ dengan Ni(1%)/TiO ₂	53
4.8. Perbandingan hasil XRD dari TiO ₂ dengan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	54
4.9. Prinsip dekomposisi air oleh fotokatalis semikonduktor.....	57
4.10. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn/TiO ₂ pada berbagai kadar dopan	60
4.11. Pengaruh % dopan Zn terhadap kinerja TiO ₂ dalam proses dekomposisi air dengan bantuan UV 254 nm	60

4.12. Volume gas hasil dekomposisi air fotokatalis Ni/TiO ₂ pada berbagai kadar dopan.....	62
4.13. Pengaruh % dopan Ni terhadap kinerja TiO ₂ dalam proses dekomposisi air.....	63
4.14. Volume hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn-Ni/TiO ₂ pada berbagai kadar dopan.....	64
4.15. Pengaruh % dopan Zn-Ni terhadap kinerja TiO ₂ dalam proses dekomposisi air.....	64
4.16. Uji hidrogen secara kualitatif dengan nyala api	65
4.17. Grafik konsentrasi gliserol sebelum dan sesudah proses dekomposisi air	67



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Skema kerja.....	79
2. Perhitungan kadar logam Zn dan Ni	81
3. Hasil karakterisasi DR-UV	86
4. Hasil karakterisasi XRD	119
5. Hasil foto mikroskop mikron.....	124
6. Uji gliserol	124
7. Space Group kristalinitas	129
8. Dokumentasi penelitian	132



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Masalah

Bahan bakar fosil akhir-akhir ini menjadi sorotan di berbagai media massa, baik nasional maupun internasional karena persediaan bahan bakar fosil semakin menipis. Menipisnya bahan bakar fosil berimbas pada krisis energi yang serius. Selain itu, penggunaan bahan bakar fosil juga menghasilkan gas rumah kaca, karena pembakaran bahan bakar fosil menghasilkan gas CO₂.

Sebagai bahan bakar utama, bahan bakar fosil tidak ramah lingkungan dan tidak dapat diperbaharui. Oleh karena itu, berbagai cara dilakukan untuk memproduksi bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar fosil yang ramah lingkungan dan dapat diperbaharui. Sebagai bahan alternatif, hidrogen merupakan pilihan yang tepat, karena energi alternatif hidrogen merupakan energi alternatif ramah lingkungan dan dapat diperbaharui. Metode *Steam Reforming of Methane* (SRM) sering digunakan untuk produksi hidrogen dengan bahan dasar dari bahan bakar fosil. Penggunaan bahan bakar fosil sebagai penghasil hidrogen tentunya menimbulkan masalah, yaitu menghasilkan gas CO dan CO₂.

Ada beberapa metode dalam sintesis hidrogen, metode tersebut adalah *Renewable Liquid Reforming*, *High Temperature Thermochemical Water Splitting*, *Biological*, *Photoelectrochemical*, dan dekomposisi air dengan sinar UV. Proses dekomposisi air memiliki keuntungan dibandingkan dengan *Renewable Liquid Reforming*, *High Temperature Thermochemical Water*

Splitting, Biological, Photoelectrochemical. Keuntungan yang didapat dengan menggunakan air sebagai bahan bakunya adalah tersedianya air yang melimpah dan tidak menimbulkan gas CO₂. Tetapi, proses dekomposisi ini mempunyai kendala yaitu tidak akan terjadi jika tidak menggunakan fotokatalis. Fotokatalis yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium (IV) oksida.

Fotokatalis titanium (IV) oksida sering digunakan dalam proses dekomposisi air untuk produksi hidrogen karena memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan semikonduktor lainnya. Keunggulan titanium (IV) oksida antara lain, memiliki kestabilan kimia yang tinggi (stabilitas kimia dari titanium (IV) oksida hanya di tempat gelap, dan akan aktif jika dikenai sinar UV), murah, dan tidak beracun (Hashimoto *et al*, 2005). Dekomposisi air menggunakan titanium (IV) oksida sebagai produksi hidrogen merupakan metode yang bersih dan ramah lingkungan karena tidak menghasilkan gas CO₂. Proses dekomposisi air dengan menggunakan titanium (IV) oksida mengalami kendala, yaitu band gapnya terlalu lebar. Menurut Beiser (1987), lebar band gap dari titanium (IV) oksida sekitar 3,2 eV – 3,8 eV. Permasalahan yang timbul selain lebarnya band gap adalah terjadinya rekombinan elektron dan hole yang sangat merugikan dari segi fotokatalitik. Permasalahan band gap dan rekombinan elektron hole dapat diatasi dengan dopan logam. Jadi, perlu dilakukan doping logam untuk menurunkan band gap titanium (IV) oksida.

Menurut Beiser (1987), band gap dari titanium (IV) oksida sekitar 3,2 eV-3,8 eV. Lebarnya band gap ini akan mempengaruhi proses eksitasi elektron dari pita valensi menuju ke pita konduksi. Permasalahan lebarnya band gap diatasi dengan

doping Zn dan Ni. Logam Ni telah dilaporkan mampu menurunkan band gap dari titanium (IV) oksida seperti yang dilakukan oleh Slamet *et al* (2011) dan Afrozi (2010). Dopan Zn juga mampu menurunkan band gap dari titanium (IV) oksida seperti yang dilaporkan oleh El-Bahy *et al* (2008). Pengaruh dopan logam juga dapat mempengaruhi aktifitas dari fotokatalis. Aktifitas fotokatalis dari titanium (IV) oksida berkenaan dengan struktur dan ukuran dari titanium (IV) oksida (Rilda *et al*, 2010). Logam Zn dan Ni dilaporkan mampu meningkatkan aktifitas fotokatalis dari titanium (IV) oksida seperti yang dilakukan oleh Nguyen *et al* (2011) dan Xu *et al* (2005) yang ditandai dengan berkurangnya ukuran kristal dari titanium (IV) oksida. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Tan *et al*, (2011) naiknya aktifitas fotokatalis yang disebabkan oleh dopan ditandai dengan turunnya ukuran kristal titanium (IV) oksida. Pengaruh dopan terhadap transformasi anatase rutil bergantung tidak hanya dari sifat dari dopan logamnya (jari-jari ionik), tetapi juga dipengaruhi oleh konsentrasi dopan (Choi, 2010). Dopan logam dengan konsentrasi yang terlalu tinggi juga bisa menjadikan titanium (IV) oksida berubah menjadi konduktor dengan ditandai band gapnya lebih kecil dari band gap minimal untuk semikonduktor titanium (IV) oksida. Oleh karena itu, perlu dilakukan variasi kadar dopan logam optimal untuk mengetahui pengaruhnya terhadap band gap dan kristalinitas.

Aktifitas fotokatalis dari TiO_2 meningkat ketika terjadi perubahan struktur kristal dari TiO_2 , salah satunya karena pengaruh dari temperatur kalsinasi. Menurut Sikong (2008) perubahan struktur dan kristalinitas dari fotokatalis TiO_2 merupakan pengaruh dari temperatur kalsinasi. Kristalin TiO_2 dapat terbentuk

pada suhu 500 °C, pada suhu tersebut didominasi oleh fraksi anatase, dimana struktur anatase merupakan struktur kristal yang menguntungkan dari segi aktifitas fotokatalitik (Begum *et al*, 2008). Pada kalsinasi 500°C, intensitas dari peak anatase (101) mengalami peningkatan, dan lebar dari peak anatase menjadi lebih sempit. Intensitas peak meningkat dan lebar dari peak menyempit menunjukkan kristalitasnya meningkat (Yu *et al*, 2003). Oleh karena itu, temperatur kalsinasi yang dipakai adalah 500 °C sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Begum *et al* (2008) untuk mendapatkan kristal anatase yang dominan. Oleh karena itu, perlu dilakukannya kalsinasi 500 °C untuk mendapatkan kristal anatase.

Selain pengaruh temperatur kalsinasi, penambahan *sacrificial agent* (senyawa yang mendonorkan sebagian elektronnya untuk meningkatkan aktifitas fotokatalik dari semikonduktor) seperti gliserol juga bisa meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂. Kandarides *et al* (2008) menggunakan gliserol sebagai *sacrificial agent* pada dekomposisi air yang dapat mengurangi rekombinan elektron dan hole dan juga dapat bereaksi jika dikenai cahaya untuk memproduksi hidrogen pada temperatur kamar dan tekanan atmosfer. Penggunaan gliserol sebagai *sacrificial agent* juga diteliti oleh Slamet *et al* (2011). Penelitian yang dilakukan oleh Slamet *et al* (2011) dan Afrozi (2010) menunjukkan aktifitas fotokatalitik tertinggi apabila menggunakan gliserol 20% v/v. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Slamet dkk (2011) dan Afrozi (2010) maka peneliti memakai gliserol 20% v/v sebagai *sacrificial agent* untuk meminimalisir rekombinan elektron dan hole.

Ada beberapa metode yang digunakan dalam mensintesis fotokatalis. Metode tersebut adalah sol gel, hydrothermal, solvothermal, elektrodeposisi, metal organik, MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition), dan sonokimia (Kurniawan, 2009). Pada penelitian ini menggunakan teknik sol gel untuk sintesis fotokatalis, karena tingkat kemudahan dan murah. Kemudahan dalam mengontrol ukuran partikel dan kehomogenitasnya yang tinggi merupakan kelebihan dari metode sol gel, terutama untuk preparasi nanopartikel (Liqun dkk, 2005). Menurut Venkatachalam *et al* (2007) mensintesis TiO_2 dengan cara sol gel menggunakan TiPP sebagai prekursor dan penggunaan HCl untuk mempercepat reaksi hidrolisis. Penggunaan HCl sebagai katalis hidrolisis dalam sintesis sol gel telah dipelajari oleh Sayilkan *et al* (2005). Penggunaan HCl sebagai katalis hidrolisis ternyata mempengaruhi ukuran kristal dari titanium (IV) oksida. Titanium (IV) oksida yang tidak menggunakan HCl sebagai katalis hidrolisis mempunyai ukuran yang lebih besar dibandingkan yang titanium (IV) oksida yang menggunakan HCl sebagai katalis hidrolisis.

Berdasarkan permasalahan tersebut, akan dilakukan sintesis fotokatalis M/TiO_2 dengan variasi kadar dopan Zn dan Ni dengan metode sol gel. Dopan Zn dan Ni pada titanium (IV) oksida diharapkan mempengaruhi band gap, kristalinitasnya dan gas dekomposisi yang dihasilkan.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas, diperoleh rumusan masalah sebagai berikut:

- a. Bagaimanakah pengaruh dopan logam Zn, Ni, dan Zn-Ni pada TiO_2 terhadap band gap TiO_2 ?
- b. Bagaimanakah pengaruh dopan logam Zn, Ni, dan Zn-Ni pada TiO_2 terhadap kristalinitas dari TiO_2 ?
- c. Bagaimanakah pengaruh dopan logam Zn, Ni, dan Zn Ni pada TiO_2 terhadap produksi gas hasil dekomposisi air?

1.3. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang diajukan, maka tujuan penelitian yang ingin diperoleh dari penelitian ini adalah:

- a. Mengetahui pengaruh dopan logam Zn, Ni, Zn dan Ni pada TiO_2 terhadap band gap TiO_2 .
- b. Mengetahui pengaruh dopan logam Zn, Ni, Zn dan Ni pada TiO_2 terhadap kristalinitas TiO_2 .
- c. Mengetahui pengaruh dopan logam Zn, Ni, Zn dan Ni pada TiO_2 terhadap produksi gas hasil dekomposisi air.

1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

- a. Didapatkannya fotokatalis dari TiO_2 yang dimodifikasi dengan penambahan dopan Zn dan Ni sebagai fotokatalis produksi hidrogen sebagai bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar fosil yang semakin menipis. Dengan adanya fotokatalis tersebut, permasalahan yang ditimbulkan bahan bakar fosil dapat teratasi.

- b. Bagi peneliti, dapat memperoleh referensi baru tentang sintesis fotokatalis yang berasal dari semikonduktor titanium (IV) oksida. Oleh karena itu, titanium (IV) oksida dapat dikembangkan untuk pembuatan fotokatalis untuk keperluan lain yang lebih luas.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Hidrogen

Hidrogen merupakan energi serba guna yang dapat digunakan sebagai sumber energi hampir disetiap aktivitas yang membutuhkan energi. Sel bahan bakar hidrogen merupakan konversi energi yang efisien yang mulai dikembangkan. Keuntungan tenaga sel bahan bakar dari hidrogen adalah bebas polusi dan juga memiliki lebih dari dua kali lipat efisiensi pembakaran bahan bakar biasa. Hidrogen saat ini belum banyak digunakan, tetapi memiliki potensial sebagai sumber energi di masa depan. Hidrogen dapat diproduksi dari berbagai sumber (air, bahan bakar fosil, atau biomassa) dan merupakan hasil samping dari proses kimia lainnya.

Hidrogen merupakan suatu senyawa kimia yang memiliki sifat utama yaitu sangat mudah terbakar. Sebagai sumber energi, hidrogen mempunyai kandungan massa energi yang paling tinggi dibandingkan dengan bahan bakar lainnya, yaitu 120,7 kJ/g. Pada sektor energi bahan bakar alternatif, hidrogen banyak diarahkan untuk sel bahan bakar (*fuel cells*), seperti *Proton-Exchange Membrane Cells* (PEMFC), yang diproyeksikan dapat menggantikan pembangkit tenaga listrik.

Hidrogen terdapat dalam jumlah banyak di jagat raya baik dalam bentuk molekul hidrogen (H_2) maupun atom hidrogen (H) karena hidrogen merupakan unsur penyusun benda-benda langit seperti bintang. Namun, keberadaan hidrogen dalam keadaan bebas (sebagai molekul H_2) di bumi jumlahnya tidak lebih dari 1 ppm (v/v). Kebanyakan hidrogen yang ada di bumi ditemui dalam bentuk

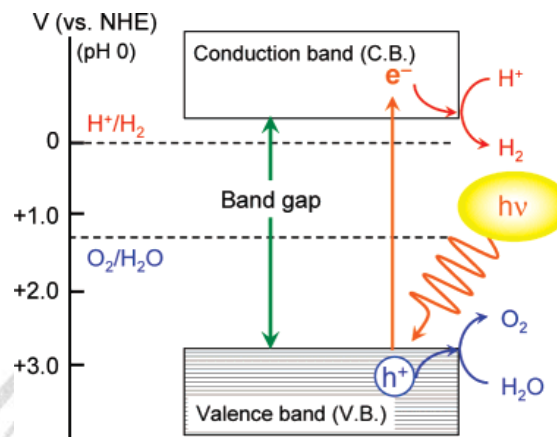
senyawa kimia seperti senyawa hidrokarbon dan air. Untuk mendapatkan hidrogen dalam bentuk molekul diatomik dari senyawa kimia tersebut, diperlukan banyak energi. Metode produksi hidrogen yang banyak digunakan saat ini adalah proses *steam reforming of methane* (SRM). Proses ini memang menghasilkan hidrogen dalam jumlah yang jauh lebih banyak daripada proses fotokatalitik heterogen. Namun, karena menghasilkan senyawa CO melebihi toleransi yang diperkenankan untuk aplikasi *fuel cell* (10-20 ppm), proses ini membutuhkan unit tambahan untuk proses pemurnian hidrogen (Takenaka, 2001). Selain itu, kebanyakan senyawa metana yang digunakan bersumber dari minyak bumi dan gas alam yang merupakan sumber energi yang tidak terbarukan.

Sintesis hidrogen selain menggunakan metode Steam Methane Reforming (SRM) dapat juga menggunakan *partial oxidation*, *plasma reforming*, dan *coal*. Tetapi, metode *partial oxidation*, *plasma reforming*, dan *coal* menghasilkan gas CO selain itu proses yang digunakan juga mahal. Oleh sebab itu, metode seperti *partial oxidation*, *plasma reforming*, dan *coal* dihindari. Berbagai penelitian telah dilakukan untuk menggantikan bahan bakar fosil sebagai bahan baku utama sintesis hidrogen dengan menggunakan air. Metode yang sering digunakan untuk sintesis hidrogen adalah dekomposisi air atau *water splitting* yang menghasilkan gas hidrogen dan oksigen yang lebih ramah lingkungan.

2.2 Proses Dekomposisi Air

Secara termodinamika, reaksi dekomposisi air merupakan reaksi yang sulit terjadi karena memiliki energi bebas gibbs yang besar ($\Delta G^{\circ} = 238 \text{ kJ/mol}$ setara dengan 2,467 eV). Mekanisme dasar dekomposisi air menggunakan fotokatalis

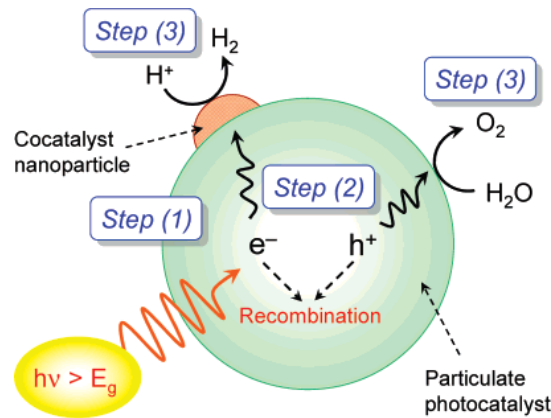
heterogen dengan konsentrasi asam 1 M dengan elektrode Pt pada tekanan 1 atmosfer pada suhu 25 °C diilustrasikan pada Gambar 2.4 berikut ini.



Gambar 2.1. Prinsip dasar dekomposisi pada fotokatalis heterogen (Maeda dan Domen, 2007)

Prinsip dasar dekomposisi air dimulai ketika semikonduktor dikenai sinar yang memiliki energi sama atau lebih besar dari band gap semikonduktor untuk mengeksitasi elektron yang berada di pita valensi menuju ke pita konduksi dengan meninggalkan *hole* di pita valensi. Perpindahan elektron ini menyebabkan terjadinya reaksi reduksi dan oksidasi. Pada proses dekomposisi air, molekul air direduksi oleh elektron untuk membentuk hidrogen dan dioksidasi oleh hole untuk membentuk oksigen. Pada proses dekomposisi air, bagian bawah dari pita konduksi harus memiliki potensial reduksi yang lebih negatif dari potensial H^+ untuk membentuk H_2 (0 V vs NHE), sementara bagian teratas pada pita valensi harus lebih positif daripada potensial oksidasi dari H_2 untuk membentuk O_2 (1,23 V vs NHE). Oleh karena itu, band gap yang digunakan harus lebih dari 1,23 eV (Kudo, 2007).

Reaksi keseluruhan dari dekomposisi air ada tiga langkah ditunjukkan pada Gambar 2.5 berikut ini.



Gambar 2.2. Proses reaksi dekomposisi air pada fotokatalis heterogen (Maeda dan Domen, 2007)

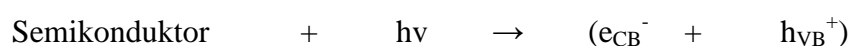
Langkah pertama dari reaksi dekomposisi air adalah fotokatalis menyerap energi foton lebih tinggi daripada energi gap dari fotokatalis dan menyebabkan terjadinya foto eksitasi yang menyebabkan terciptanya elektron hole pada *bulk*. Langkah kedua, foto eksitasi menyebabkan e^- dan h^+ memisah tanpa adanya rekombinan. Langkah ketiga menyerap spesies yang akan direduksi dan dioksidasi untuk menggerakkan elektron dan hole untuk memproduksi H_2 dan O_2 . Langkah pertama dan kedua sangat bergantung pada struktur dan sifat-sifat elektronik dari fotokatalis. Langkah ketiga dari dekomposisi air merupakan gambaran *cocatalyst* yang biasa didopan untuk meningkatkan aktifitas dari fotokatalis untuk meminimalisir adanya rekombinan. *Cocatalyst* ini biasanya berupa logam-logam mulia atau oksida logam dan didopan pada permukaan fotokatalis juga menyebar pada nanopartikel untuk mengaktifkan sisi aktif dan mengurangi energi aktivasi untuk gas yang dihasilkan. Keberadaan *cocatalyst* ini merupakan langkah yang

penting untuk menciptakan *bulk* dan sifat-sifat permukaan dari material untuk meningkatkan aktifitas fotokatalitik untuk reaksi dekomposisi air.

2.3 Mekanisme kerja fotokatalis

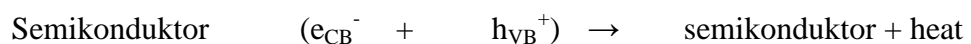
Fotokatalis merupakan suatu gabungan proses antara proses fotokimia dan katalis. Fotokimia sendiri merupakan suatu proses transformasi kimia dengan bantuan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis merupakan suatu substansi yang dapat mempercepat laju reaksi tetapi tidak ikut bereaksi selama proses berlangsung dan pada awal sampai akhir reaksi jumlah katalis tetap sama. Hal ini disebabkan katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Katalis dalam proses ini disebut fotokatalis karena memiliki kemampuan dalam menyerap foton.

Suatu substansi dapat dikatakan fotokatalis jika substansi tersebut memiliki daerah energi yang kosong yang disebut celah pita energi. Sehingga fotokatalitik merupakan suatu proses transformasi kimia yang melibatkan unsur cahaya dan katalis sekaligus dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi. Menurut Richardson (1989), semikonduktor akan berfungsi sebagai katalis jika dikenai dengan foton yang memiliki energi setara atau lebih dari energi celah pita semikonduktor yang berkaitan. Induksi oleh foton menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi). Akibat dikenai cahaya terbentuklah pasangan elektron dan hole yang dipisahkan menjadi fotoelektron bebas pada pita konduksi dan fotohole pada pita valensi. Reaksinya:



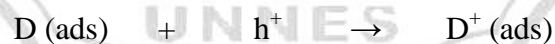
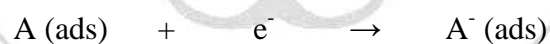
Menurut Afrozi (2010) ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pasangan *elektron-hole*, yaitu:

1. Sebagian pasangan terekombinasi dalam partikel (*volume recombination*)
2. Pasangan *elektron-hole* berekombinasi di permukaan (*surface recombination*)



3. Pasangan elektron masing-masing dapat bereaksi dengan spesies donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorb ke permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal *hidroksil*.

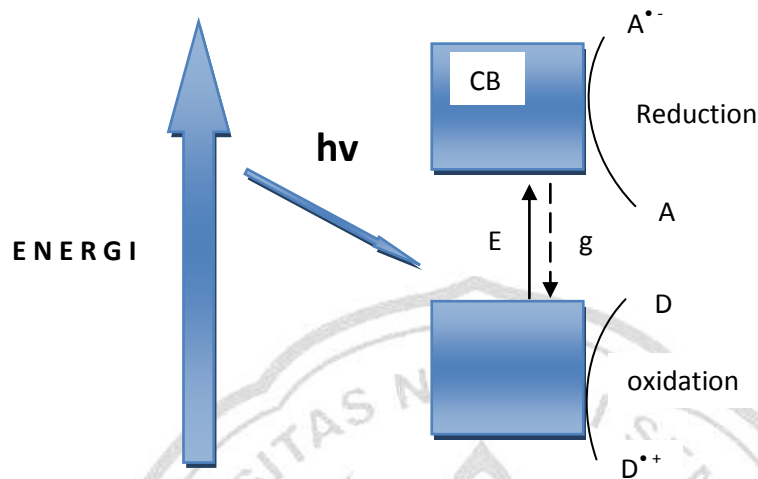
Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Ion-ion radikal (A^- dan D^+) dapat mengalami beberapa kemungkinan reaksi:

1. A^- dan D^+ bereaksi dengan sesama ion radikal atau bereaksi dengan adsorbat yang ada di permukaan semikonduktor.
2. A^- dan D^+ berekombinasi melalui transfer elektron balik untuk membentuk keadaan tereksitasi dari salah satu reaktan.
3. A^- dan D^+ berdifusi dari permukaan semikonduktor dan berpartisipasi dalam reaksi kimia yang terjadi dalam medium larutan.

Menurut Licciulli (2002) dalam Afrozi (2010) laju rekombinan elektron hole harus dihalangi supaya fotokatalis berlangsung efisien.

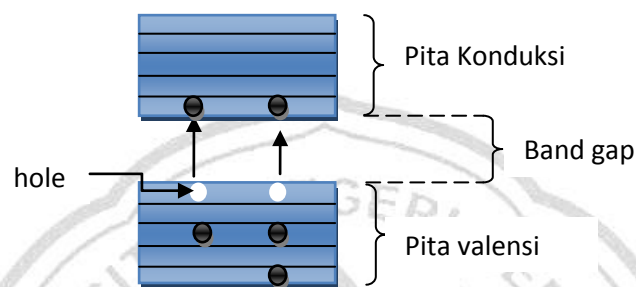


Gambar 2.3 Skema proses foto eksitasi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)

Pada temperatur yang sangat rendah, elektron dalam padatan semikonduktor menempati tingkat energi pada pita valensi. Jika mendapat energi yang cukup, maka elektron yang berada pada pita valensi mengalami eksitasi ke pita konduksi. Keadaan tereksitasi bukan keadaan stabil. Elektron hanya bertahan sesaat dalam keadaan tereksitasi setelah itu kembali ke keadaan dasar. Proses ini disebut deeksitasi atau rekombinasi. Loncatan tersebut akan menjadikan pita valensi kosong yang dikenal dengan *hole*. Dalam *bulk* material semikonduktor, tingkat energi sangat berdekatan satu dengan yang lainnya. Sehingga tingkat energinya digambarkan kontinyu, yang berarti pada daerah tersebut tidak ada perbedaan energi. Daerah dimana keberadaan elektron tidak diperbolehkan disebut dengan *band gap* (Astuti, 2007).

Penelitian fotokatalisis pada permukaan titanium (IV) oksida berkembang pesat sejak publikasi Fujisima & Honda (1972:37) mengenai fotoelektrokatalisis

pemecahan air pada elektroda lapisan tipis titanium (IV) oksida. Berbagai usaha dilakukan untuk mendapatkan fotokatalis berefisiensi tinggi, antara lain sintesis nanokristal titanium (IV) oksida, penyisipan dopan, dan penambahan *sacrificial agent*.



Gambar 2.4. Tingkat energi dari semikonduktor

Semikonduktor – semikonduktor seperti TiO_2 , ZrO_2 , TaON , WO_3 , dan $\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17}$ (Liao *et al*, 2012) telah diteliti aktifitas fotokatalitiknya dibawah sinar UV untuk dekomposisi air. Tetapi, semikonduktor TiO_2 yang sering digunakan untuk dekomposisi air. Hal ini disebabkan TiO_2 memiliki beberapa keuntungan diantaranya mudah proses sintesisnya, tidak beracun, murah, memiliki kestabilan fisik dan kimia, memiliki aktifitas tertinggi sehingga titanium (IV) oksida sering menjadi semikonduktor yang dipakai untuk aktifitas fotokatalitik dekomposisi air.

2.4 Titanium (IV) Oksida

Titanium selalu berikatan dengan elemen-elemen lain yang ada di alam, dan tersebar secara luas. Bentuk dari titanium (IV) oksida sendiri ada enam, yaitu anatase, rutil, brookite, ilmenite, perovskite, dan titanite (Emsley, 2001). Ketika titanium berikatan hanya dengan oksigen berbentuk senyawa titanium oksida.

Dari keseluruhan jenis-jenis titanium (IV) oksida, hanya anatase, brokite, dan rutile yang merupakan bentuk murni dari senyawa titanium (IV) oksida.

(1) Rutile

Titanium (IV) oksida rutile mempunyai struktur tetragonal dan mengandung 6 atom per unit sel. Bentuk oktahedron TiO_6 sedikit menyimpang (Chen and Mao, 2007; Thompson and Yates, 2006; Diebold, 2003). Menurut Julian and Veblen (1992), rutile memiliki tiga bentuk, yaitu TiO_2 II (mempunyai struktur seperti $\alpha\text{-PbO}_2$), TiO_2 (H) yang memiliki struktur hollandite, dan TiO_2 (B) yang memiliki struktur monoklinik. Bentuk rutile stabil pada berbagai temperatur dan tekanan lebih dari 60 kbar, dimana TiO_2 (II) menjadi fase termodinamis yang menguntungkan (Norotski *et al* 1967). Zhang *et al* (2000) menemukan struktur anatase dan brokit menjadi bentuk bentuk rutile setelah mencapai ukuran partikel khusus, dengan bentuk rutile menjadi lebih stabil daripada anatase untuk ukuran partikel lebih besar dari 14 nm. Ketika bentuk rutile telah terbentuk, terbentuknya lebih cepat daripada anatase. Aktifitas dari bentuk rutile pada fotokatalis buruk. Bagaimanapun, Sclafani *et al* (1990) menyimpulkan bentuk rutile dapat aktif atau tidak aktif, tergantung pada kondisi preparasinya.

(2) Anatase

Anatase titanium (IV) oksida berbentuk struktur tetragonal tetapi mengalami distorsi dari bentuk oktahedron TiO_6 menjadi sedikit lebih besar dari bentuk anatase (Linsebigler *et al* 1995). Muscat *et al* menemukan bahwa bentuk anatase lebih stabil daripada rutile pada suhu 0 K, tetapi perbedaan energi antara dua bentuk tersebut kecil (~ 2 sampai 10 kJ/mol). Bentuk anatase lebih disukai

daripada bentuk polimorf lainnya untuk aplikasi sel tenaga surya karena mobilitas tinggi dari elektronnya, tetapan dielektriknya rendah dan berat jenisnya lebih rendah (Carp *et al* 2004).

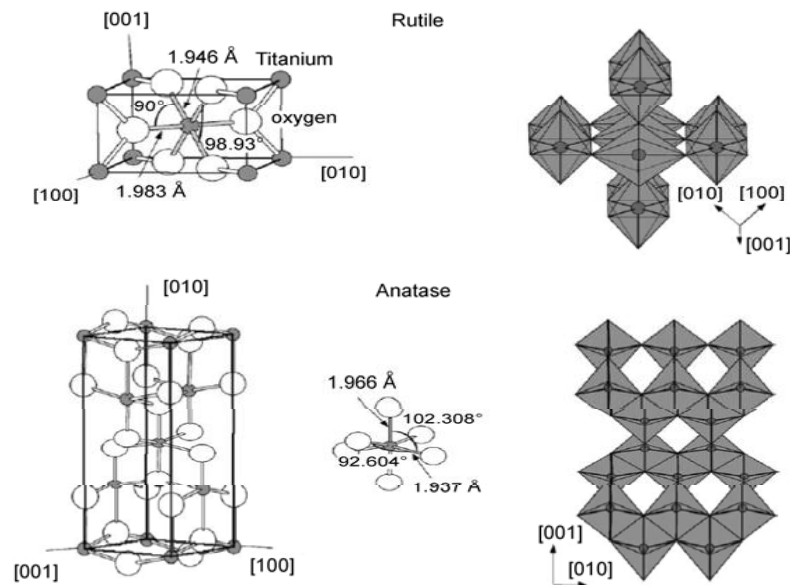
(3) Brookite

Brookite memiliki struktur kristal ortorombik. Panjang ikatan antara titanium dan oksigen semuanya berbeda. Band gap dari brookite sekitar 3,14 eV berdasarkan persamaan Huckel. Band gap dari brookite berada diantara anatase (3,23 eV) dan rutile (3,02 eV). Kesukaran dalam proses sintesis brookite yang mempunyai kemurnian tinggi dan luas permukaan yang besar menjadi satu alasan brookite kurang dipelajari untuk sifat fotokatalitiknya (Di Paola *et al*, 2013).

Tabel 2.1 Sifat struktur kristal titanium (IV) oksida (Cromer and Herrington, 1955; Baur, 1961; Mo and Ching, 1995)

Sifat	Rutile	Anatase	Brookite
Struktur Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Ortorombik
Tetapan geometris (Å)	$a=b = 4,5936$ $c = 2,9587$	$a=b = 3,784$ $c = 9,515$	$a = 9,184$ $b = 5,447$ $c = 5,154$
Jarak antar grup	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	$Pbca$
Molekul	2	2	4
Volume/molekul (Å ³)	31,2160	34,061	32,172
Berat jenis (gcm ⁻³)	4,13	3,79	3,99
Panjang ikatan Ti-O (Å)	1,949 (4) 1,980 (2)	1,937(4) 1,965(2)	1,87–2,04
Sudut ikatan O-Ti-O	81,2° 90,0°	77,7° 92,6°	77,0°–105°

Keterangan : $P4_2/mnm$, $I4_1/amd$, dan $Pbca$ merupakan bentuk space group dari rutile, anatase, dan brookit berdasarkan tabel space group pada Lampiran 7.



Gambar 2.5 Struktur kristal rutile dan anatase (Diebold, 2003)

Struktur titanium (IV) oksida yang cukup stabil ada dua, yaitu anatase dan rutile. Struktur dari anatase dan rutile dapat digambarkan sebagai rantai oktahedron titanium (IV) oksida. Oktahedral pada struktur rutile dikelilingi oleh 10 oktahedron tetangga, sedangkan pada struktur anatase setiap oktahedronnya dikelilingi 8 oktahedron lainnya (Cherepy *et al*, 1997). Perbedaan struktur anatase dan rutile menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur pita elektroniknya antara dua bentuk titanium (IV) oksida, yaitu anatase mempunyai daerah aktivasi yang lebih luas dari pada rutil. Hal ini menyebabkan titanium (IV) oksida jenis anatase lebih reaktif dibandingkan dengan jenis rutile (Ramdhani, 2012).

2.5 Energi Gap

Menurut Gunlazuardi (2001), TiO₂ mempunyai energi celah pita 3,2 eV. Hal ini mengindikasikan bahwa h⁺ pada permukaan TiO₂ merupakan spesi oksidator kuat yang akan mengoksidasi spesi kimia lain yang memiliki potensial redoks lebih kecil. Anatase merupakan tipe dari TiO₂ yang paling aktif dibandingkan dengan brokite dan rutil. Hal ini dikarenakan band gap dari anatase sebesar 3,2 eV (lebih dekat ke sinar UV, dengan panjang gelombang maksimum 388 nm). hal ini yang membuat letak pita konduksi dari anatase lebih tinggi daripada rutil. Sedangkan pita valensi dari anatase dan rutil sama yang membuat anatase mampu mereduksi molekul oksigen menjadi superoksida serta mereduksi air menjadi hidrogen (Linsebigler, 1995). Semakin kecil band gap, semakin mudah pula fotokatalis menangkap foton dengan tingkat energi yang lebih kecil namun kemungkinan terbentuknya rekombinan elektron dan hole menjadi semakin besar.

Titanium dioksida merupakan salah satu semikonduktor oksida yang telah dipelajari secara ekstensif sebagai fotokatalis sejak ditemukan efek sensitisasi cahaya oleh Honda dan Fujishima pada tahun 1971. Titanium dioksida memiliki *energy gap* yang sangat lebar yaitu sekitar 3,2 eV-3,8 eV (Beiser, 1987).

Titanium (IV) oksida merupakan material yang digunakan untuk *solar cell* dan fotokatalis untuk dekomposisi air, pelapisan material untuk membuat lapisan superhidrofilik dan lainnya. Struktur titanium (IV) oksida sangat menarik karena berbentuk tetragonal (rutil dan anatase) dan ortorombik (brokite). Diantara struktur titanium (IV) oksida tersebut, jenis anatase yang menunjukkan fotoaktifitas yang paling tinggi diantara bentuk kristal lainnya. Oleh karena itu,

titanium (IV) oksida hanya aktif di bawah sinar ultraviolet (panjang gelombang < 400 nm) dengan lebar *band gap* 3,2 eV (anatase). Respon fotokatalis dalam sinar visibel (panjang gelombang > 400 nm) dibutuhkan untuk memanfaatkan spektrum sinar untuk produksi energi hidrogen dengan pemecahan air, pemurnian air dan udara, dan pemanfaatan lainnya (Fujishima *et al*, 1999).

Liang *et al* (2007) mempelajari hubungan antara panjang gelombang absorpsi dengan energi band gap dengan membandingkan titanium (IV) oksida dengan TNT (titanium (IV) oksida nanotube). Sebagai perbandingan Degussa P25 mempunyai absorbansi diatas 400 nm, untuk TNT berada pada panjang gelombang antara 370-380 nm. Quan *et al* (2005) mengemukakan tentang pergeseran *blue shift* secara signifikan dengan energi band gap yang tinggi dari TNT dibandingkan dengan partikel titanium (IV) oksida menggunakan preparasi material, struktur kristal, dan permukaan.

Tabel 2.2 Perbandingan antara serapan UV Vis dan energi band gap (E_g) antara jenis-jenis TNT dan Degussa P25 (Liang *et al*, 2007)

Sample	Serapan UV-Vis (nm)	E_g^a (eV)
Degussa P25	425	2,92
	400	3,10
	400	3,10
TNT-H	~ 370	3.35
	~ 370	3.35
TNT-T	~370	3.35
	~ 375	3.30
TNT-A	~ 380	3.26

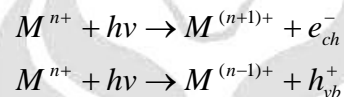
Menurut Welte *et al* dan Monllor-Satocca *et al* dalam Valencia *et al* (2010) Spektrum absorpsi dari semikonduktor sangat penting. Semikonduktor untuk fotokatalis mempunyai harga yang sebanding antara band gap dengan gelombang cahaya baik visibel atau ultra violet, mempunyai harga $E_g < 3,5$ eV. Kebanyakan peneliti menetapkan dalam titanium (IV) oksida bentuk rutil mempunyai dua band gap yaitu *direct* band gap yang besarnya 3,06 eV dan *indirect* band gap yang besarnya 3,10 eV dan anatase hanya mempunyai *indirect* band gap 3,23 eV. Menurut Reddy *et al* dalam Valencia (2010) band gap dari titanium (IV) oksida bentuk anatase mempunyai band gap *indirect* sangat rendah yaitu 2,95 eV – 2,98 eV. Bentuk anatase dari titanium (IV) oksida lebih menguntungkan. Telah dilaporkan dalam berbagai literatur bahwa band gap dari titanium (IV) oksida bentuk anatase sekitar 2,86 eV sampai 3,34 eV, perbedaan tersebut disebabkan karena perbedaan stoikiometri dari cara sintesisnya, kandungan impurities, ukuran kristal dan tipe transisi elektronik (Hidalgo *et al*, 2007; Hossain *et al*, 2008).

Band gap dari titanium (IV) oksida sebesar 3,2 eV-3,8 eV masih terlalu lebar untuk proses eksitasi elektron. Lebar nya band gap dari titanium (IV) oksida diatasi dengan penambahan dopan logam untuk menurunkan band gap dari titanium (IV) oksida seperti yang dilakukan oleh Slamet *et al* (2011) dan Afrozi (2010). Penelitian terus berkembang untuk meningkatkan efisiensi dan sensitivitas terhadap cahaya dari TiO_2 , salah satunya adalah dengan dopan logam. Istilah dopan merujuk pada pengotor pada suatu material dengan tujuan memodifikasi karakteristik elektroniknya. Dengan gambaran tersebut, dopan harus mampu

meningkatkan energi elektron pada pita valensi, dengan mengurangi celah energi dan meningkatkan atau setidaknya meminimalisasi rekombinasi elektron-hole.

2.6 Dopan Logam

Penambahan logam transisi secara ekstensif telah dipelajari untuk aktifitas fotokatalitik dari titanium (IV) oksida. Choi *et al* (1994) melakukan percobaan fotoreaktivitas 21 logam yang ditambahkan pada titanium (IV) oksida. Ion-ion logam tersebut diyakini menempel pada kisi-kisi kristal titanium (IV) oksida. Tingkat energi pada band gap titanium (IV) oksida terbentuk berdasarkan persamaan:



untuk M dan M^{n+} adalah dopan logam dan ion logam.

Elektron (hole) ditransfer dari titanium (IV) oksida ke ion-ion logam. Perpindahan elektron tersebut dapat meminimalkan rekombinasi elektron-hole.



Tingkat energi dari $M^{n+}/M^{(n-1)+}$ harus lebih negatif daripada CB dari titanium (IV) oksida, tingkat energi dari $M^{n+}/M^{(n+1)+}$ harus lebih positif dari VB titanium (IV) oksida. Pada reaksi fotokatalitik, proses transfer menjadi sangat penting untuk penjerapan elektron. Jika elektron ditransfer ke permukaan reaksi fotokatalitik dapat terjadi. Oleh karena itu, ion-ion logam di tambah di permukaan dari titanium (IV) oksida untuk proses transfer elektron. Penambahan logam

kepermukaan titanium (IV) oksida menjadi objek penelitian yang penting untuk meneliti aktifitas fotokatalitik dari titanium (IV) oksida (Ni *et al*, 2007).

Penambahan logam secara luas menambah luas respon dari spektral dari titanium (IV) oksida ke daerah ultra violet mengakibatkan efek perubahan band gap (He *et al*, 1997). Pada proses fotoeksitasi, elektron dapat ditransfer dari pita konduksi dari titanium (IV) oksida ke partikel logam pada permukaan titanium (IV) oksida. Ion dopan dapat menciptakan trap elektron yang mana akan meminimalkan proses rekombinan elektron dan hole. Logam-logam seperti Ni dan Zn telah dilaporkan meningkatkan aktifitas katalitik dari fotokatalis pada produksi hidrogen (El Bahy *et al*, 2008).

Logam transisi seperti Zn dan Ni telah dicoba dipakai sebagai dopan untuk menaikkan efisiensi fotokatalis titanium (IV) oksida pada daerah sinar tampak. Penambahan logam Zn dan Ni berperan dalam penurunan band gap titanium (IV) oksida untuk fotoeksitasi dan secara serempak mengurangi laju rekombinan elektron-hole. Selain penambahan pada fotokatalis, penambahan logam tersebut juga menaikkan efisiensi pada fotoreduksi dari air menjadi hidrogen (Takashi *et al* 2003).

Berbagai metode untuk sintesis dan doping logam untuk M/TiO₂ telah dilakukan seperti sol gel, hydrothermal, solvotermal, elektrodeposisi, metal organik, MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition), dan sonokimia (Kurniawan, 2009). Metode sol-gel merupakan metode yang sering dipakai untuk sintesis fotokatalis titanium (IV) oksida karena memiliki beberapa keuntungan daripada metode hydrothermal, solvotermal, elektrodeposisi, metal organik,

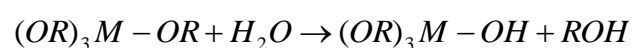
MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition), dan sonokimia. Keuntungan yang didapat antara lain murah dan mudah dalam preparasinya.

2.7 Sol Gel

Metode untuk mensintesis titanium (IV) oksida salah satunya menggunakan metode sol-gel. Keuntungan yang diperoleh dari preparasi titanium (IV) oksida dengan metode sol gel, yang meliputi sintesis bubuk nanosized yang dikristalkan dengan kemurnian tinggi pada temperatur rendah, proses kontrol stoikiometri yang memungkinkan, preparasi material campuran, dan produksi material yang homogen telah dilakukan banyak peneliti yang telah menggunakan metode ini dalam mensintesis titanium (IV) oksida berbasis fotokatalis.

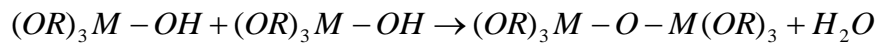
Sol gel merupakan salah satu metode yang sering digunakan untuk mensintesis katalis. Berbagai studi telah dilakukan dengan modifikasi proses untuk mendapatkan bubuk katalis yang murni dengan tingkat kehomogenan yang tinggi dan dibawah kontrol stoikiometri (Akpan & Hameed, 2010). Pada sintesis material nanometrik, metil alkoksida dengan kemurnian tinggi digunakan sebagai prekursor yang dicampurkan pada cairan atau sol yang pada akhirnya menjadi gel. Struktur nano gel dapat dikerjakan dengan mudah melalui pergantian reaksi kimia diantara prekursornya (Duzenli, 2010). Pada proses sol gel titanium (IV) oksida biasanya disintesis dengan reaksi hidrolisis dan polikondensasi dari titanium alkoksida $(TiOR)_n$ untuk membentuk oxopolimer, yang akan diteruskan menjadi oksida. Reaksi dari sol gel adalah:

Hidrolisis:

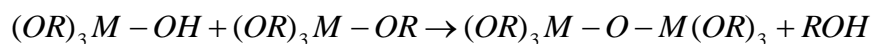


Kondensasi:

Dehidrasi:



Dealkoholasi:



M dalam hal ini adalah Ti dan R adalah gugus alkil (Heung, 2000).

Menurut (Brinker & Scherer, 1990), reaksi hidrolisis dan kondensasi pada proses sol gel menyebabkan pertumbuhan kluster sehingga pada proses sol gel nantinya akan membentuk gel (gelasi). Selama proses gelasi, gel mulai mengerut dan memadat hal ini disebut sineresis. Proses sineresis ini disebabkan oleh penguapan pelarut secara spontan dari pori selama proses gelasi terjadi. Fenomena gelasi ini berperan penting dalam proses sol gel. Struktur gel yang kaku disebabkan oleh reaksi kondensasi tersebut. Menurut Iler(1979), jaringan akan collapse selama penghilangan pelarut yang disebabkan oleh gaya tegangan muka dalam gel. Gaya tekan tegangan muka akan dilawan oleh pengerasan jaringan gel akan menyebabkan laju pengerutan jauh berkurang. Hal tersebut akan menghasilkan volume pori yang besar. Volume pori akan menjadi kecil jika laju kondensasi dihambat dan jaringan gel akan collapse tanpa diikuti pengerasan jaringan gel.

Proses sol gel untuk mensintesis sol titanium (IV) oksida dilakukan pada temperatur kamar dengan menggunakan prekursor titanium (IV) isopropoxide (TiPP) atau tetraisopropil orthotinat dalam pelarut etanol. Menurut Shui (2008) dan Chun (2009) pembuatan titanium (IV) oksida diperlukan penambahan katalis

asam untuk mempercepat reaksi hidrolisis dan kondensasi. Pada penelitian ini digunakan katalis asam yaitu HCl.

2.8 Gliserol

Gliserol merupakan cairan viskos yang tidak berwarna, tidak berbau, higroskopis dan manis yang polihidroksil alkohol yang dinamakan dengan 1,2,3-propanatriol. Gliserol sangat larut dalam air dengan titik beku 17,8 °C dan titik didih 290 °C. karena sifatnya yang mudah larut menyerap air, kandungan energi, dan indeks kelarutan yang tinggi dalam air, gliserol banyak digunakan pada industri makanan, farmasi, kosmetik, dan lain-lain (Afrozi, 2010).

Gliserol merupakan hasil pemisahan asam lemak pada proses pemecahan lemak. Kurang lebih 10% gliserol dihasilkan pada proses pemecahan lemak dari sejumlah CPO yang telah diolah. Gliserol dapat dimurnikan (lebih dari 95%) dengan cara penguapan dilanjutkan distilasi dan deionisasi. Gliserol dapat diolah dari sumber-sumber alam dengan memakai metode sintesis. Semakin besarnya jumlah konsumsi gliserol sebagai biodiesel maka jumlah yang terproduksi juga meningkat, sehingga pasokan gliserol akan berlimpah (Vanessa, 2008). Salah satu peluang yang menjanjikan dalam penggunaan gliserol adalah pemanfaatan gliserol sebagai sumber terbarukan dalam memproduksi hidrogen untuk energi pengganti bahan bakar masa depan. Penggunaan gliserol sebagai energi terbarukan lebih baik daripada penggunaan metana (CH_4) dan etanol (CH_3OH). Yield H_2 yang dihasilkan dari gliserol lebih dari 7 mol hidrogen untuk setiap 1 mol gliserol melalui proses *Steam Reforming* (Afrozi, 2010).

Proses rekombinan elektron hole terjadi dalam waktu singkat akan mempengaruhi proses dekomposisi air dengan bantuan fotokatalis titanium (IV) oksida. Penambahan elektron donor telah memberikan efek yang signifikan terhadap produksi hidrogen dengan bantuan gliserol sebagai elektron donor (*sacrificial agents*) seperti yang dilakukan oleh Slamet *et al* (2011). Penambahan elektron donor (*sacrificial agent*) akan bereaksi dengan hole sehingga akan menghambat proses rekombinan elektron hole.

Penggunaan gliserol sebagai *sacrificial agent* telah diteliti oleh beberapa peneliti. Wang (2009) melakukan penelitian tentang peranan gliserol terhadap produksi hidrogen. Berdasarkan hasil penelitiannya, kenaikan tekanan akan menurunkan hasil produksi hidrogen, sedangkan produksi hidrogen dari gliserol terbesar berada pada tekanan atmosfer. Selain efek tekanan, temperatur juga mempengaruhi produksi hidrogen. Penelitian yang dilakukan oleh Luo (2009) melaporkan bahwa gliserol mempunyai fungsi ganda, yaitu sebagai sumber hidrogen dan sebagai elektron donor. Dilaporkan juga bahwa penggunaan gliserol sebagai *sacrificial agent* lebih baik daripada menggunakan glukosa dan sukrosa.

2.9 Karakterisasi Fotokatalis

Karakterisasi fotokatalis bertujuan untuk mengetahui data-data dari fotokatalis seperti band gap, ukuran kristal dan struktur kristal dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂. Karakterisasi fotokatalis yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal, DR UV-Vis (*Diffuse Reflectance UV Vis*) untuk mengetahui band

gap dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂, dan mikroskop optik untuk mengetahui foto permukaan dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂.

2.9.1 Penentuan struktur kristal dan ukuran kristal dengan XRD (X-Ray Diffraction)

Difraksi Sinar-X digunakan untuk karakterisasi material untuk mendapatkan informasi tentang ukuran atom dari material kristal maupun nonkristal, menentukan struktur kristal, dan orientasi pada padatan polikristalin atau bubuk sampel. Dalam penelitian ini, sampel dianalisis untuk mengetahui struktur kristal yang diketahui dari peak-peak yang terbentuk pada difraktogram.

Selanjutnya, analisis XRD digunakan untuk mengetahui ukuran kristalin yang ditentukan metode Debye Scherrer, yaitu dengan menggunakan persamaan (1) berikut.

$$D = K \frac{\lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots(2.1)$$

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

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

Persentase fasa *rutile* pada sampel dapat dihitung dari intensitas peak anatase (101) dan intensitas peak *rutile* (110) hasil XRD dengan persamaan Spurr-Myers di bawah ini (Afrozi, 2010)

$$X = \frac{1}{\left(1 + \frac{0,8I_A}{I_R}\right)} \dots\dots\dots(2.2)$$

Dengan:

X : fraksi berat rutil dalam serbuk katalis

I_A dan I_R : intensitas X-Ray dari puncak anatase (101) dan rutil (110).

2.9.2. Penentuan Energi Gap Spektrofotometri UV-Vis Difusi Reflektansi

Besarnya energi *gap* dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis Difusi Reflektansi. Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Reflektansi yang terukur merupakan reflektansi standar dan dinyatakan dalam persamaan (2):

$$R'_{\infty} = \frac{R_{\infty}(\text{sampel})}{R_{\infty}(\text{standar})} \dots\dots\dots(2.3)$$

Nilai ini akan digunakan untuk mengetahui persamaan Kubelka-Munk:

$$F(R'_{\infty}) = \frac{(1 - R'_{\infty})^2}{2R'_{\infty}} \dots\dots\dots(2.4)$$

Persamaan ini memiliki hubungan dengan parameter k (koefisien absorptansi) dan s (koefisien hamburan reflektansi difusi), $F(R'_{\infty}) = k/s$, sehingga persamaan (2.4) dapat ditulis:

$$\frac{k}{s} = \frac{(1 - R'_{\infty})^2}{2R'_{\infty}} \dots\dots\dots(2.5)$$

Spektrum UV-Vis Difusi Reflektansi berupa kurva hubungan antara k/s melawan panjang gelombang (λ) atau absorptansi (A) melawan panjang gelombang (λ) (Morales, 2007). Hubungan absorptansi (A) dengan reflektansi dinyatakan dalam persamaan (2.6) dibawah ini:

$$\log \frac{1}{R'_{\infty}} = A \quad \dots\dots(2.6)$$

Perhitungan dilakukan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kubelka Munk dimana energi 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).

2.10. Mikroskop optik

Struktur mikro merupakan butiran-butiran dengan ukuran mikro sehingga perlu menggunakan alat bantu mikroskop optik atau mikroskop elektron. Analisis struktur mikro digunakan untuk menentukan perubahan-perubahan struktur mikro yang terjadi sebagai akibat dari perlakuan pemanasan. Analisa mikro adalah suatu analisa mengenai struktur logam melalui perbesaran dengan menggunakan mikroskop khusus metalografi.

Melalui mikroskop mikro struktur, dapat mengetahui bentuk, ukuran kristal, kerusakan logam akibat proses deformasi, perlakuan panas, dan perbedaan komposisi dari penyusun logam tersebut. Sifat-sifat logam terutama sifat mekanis dan sifat fisis sangat dipengaruhi oleh mikro struktur logam dan paduannya, disamping komposisi kimianya. Struktur komposisi dari logam dapat mengalami proses perubahan apabila logam tersebut mengalami perlakuan pemanasan (Sagala, 2011).

2.11. Kerangka Berfikir

Metode sintesis fotokatalis titanium (IV) oksida menggunakan metode sol gel karena proses sintesisnya mudah. Selain sintesis TiO_2 dengan metode sol gel

mudah dilakukan, metode sol gel juga mudah dalam mengontrol ukuran partikel dan kehomogenitasan yang tinggi. Dopan logam seperti Zn dan Ni akan terdistribusi secara merata pada kisi-kisi kristal TiO_2 . Jadi, proses sintesis fotokatalis titanium (IV) oksida menggunakan sol gel karena memiliki kelebihan salah satunya distribusi logam yang merata, sehingga akan menaikkan aktifitas fotokatalitiknya.

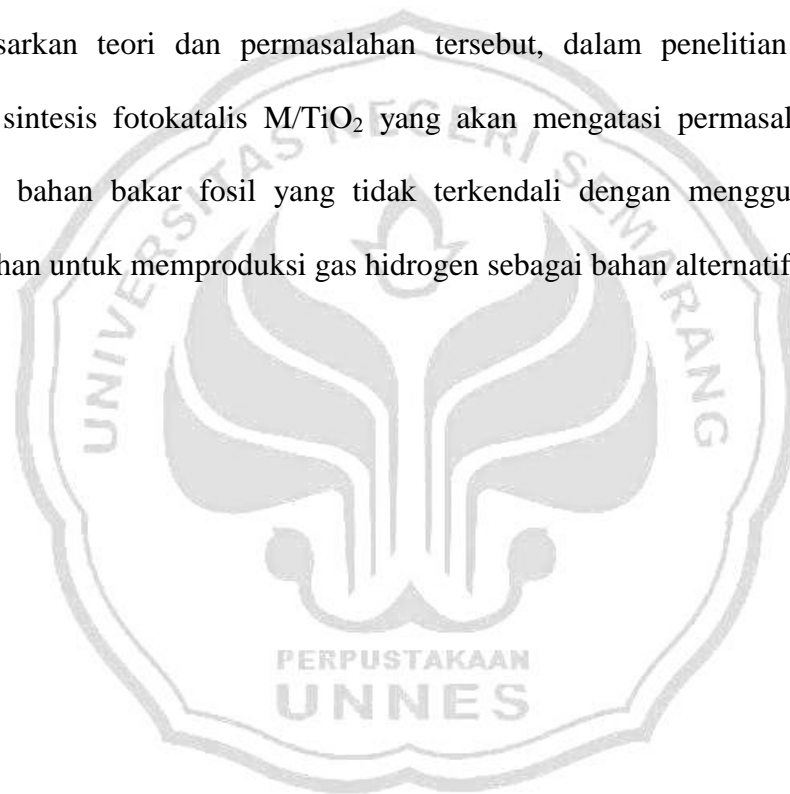
Titanium (IV) oksida merupakan salah satu semikonduktor yang dimanfaatkan sebagai fotokatalis. Salah satu pemanfaatan titanium (IV) oksida adalah untuk dekomposisi H_2O . Titanium (IV) oksida memiliki band gap yang lebar, yakni sekitar 3,2 eV. Lebar band gap dari titanium (IV) oksida dapat diatasi dengan penambahan logam dopan.

Berdasarkan kajian teoritik terungkap bahwa nanopartikel titanium (IV) oksida termodifikasi Zn dan Ni (dopan) dapat meningkatkan aktifitas fotokatalis (Nurlaela *et al*, 2010; Chiarello *et al*, 2008). Adanya dopan logam tersebut mampu meningkatkan energi elektron pada pita valensi sehingga akan menyempitkan band gap dari titanium (IV) oksida yang akan meningkatkan atau setidaknya meminimalisasi rekombinan elektron dan hole akibatnya aktifitas fotokatalitik dari titanium (IV) oksida meningkat. Jadi, sangat penting untuk mengetahui komposisi dari dopan logam untuk mendapatkan aktifitas fotokatalis yang optimum.

Perubahan struktur kristal juga dapat meningkatkan aktifitas fotokatalitik dari titanium (IV) oksida (Sikong, 2008). Struktur Kristal dapat berubah dengan perlakuan kalsinasi. Perubahan struktur kristal dari titanium (IV) oksida dapat

terjadi pada suhu tinggi. Jika temperatur kalsinasi berkisar antara 400 °C – 500 °C, maka struktur dari titanium (IV) oksida didominasi oleh anatase. Apabila temperatur kalsinasi dinaikkan menjadi lebih dari 600 °C, kristal rutil mulai terbentuk (Ba-abbad *et al*, 2012). Jadi, temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 500 °C untuk menghasilkan kristal titanium (IV) oksida bentuk anatase yang dominan.

Berdasarkan teori dan permasalahan tersebut, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis fotokatalis M/TiO₂ yang akan mengatasi permasalahan dari pemakaian bahan bakar fosil yang tidak terkendali dengan menggunakan air sebagai bahan untuk memproduksi gas hidrogen sebagai bahan alternatif.



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia untuk preparasi serbuk M-TiO₂ dimana M adalah logam Ni dan Zn dan dilakukan di Laboratorium Fisika FMIPA Universitas Negeri Semarang untuk mikro foto optik. Laboratorium Kimia Analitik dan Fisik FMIPA Universitas Gajah Mada untuk karakterisasi XRD dan DR-UV.

3.2 Populasi dan Sampel

Populasi dalam penelitian ini adalah serbuk Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂. Sampel dari penelitian ini adalah cuplikan dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂ 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 komposisi dopan logam Zn dan Ni dengan variasi masing-masing 0,5% b/b; 1% b/b; 1,5% b/b; dan 2% b/b terhadap TiPP dan logam Zn-Ni/TiO₂ dengan variasi dopan logam Zn masing-masing 0,5% b/b; 1% b/b; 1,5% b/b; dan 2% b/b terhadap TiPP sedangkan untuk dopan logam Ni 1% b/b terhadap TiPP.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat adalah variabel yang nilainya tergantung dari variabel bebas.

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah:

- a) Energi gap
- b) Struktur dan ukuran kristal
- c) Volume gas yang dihasilkan

3.3.3 Variabel Terkendali

Variabel terkontrol adalah variabel yang dijaga atau dikendalikan agar selalu konstan. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah:

- a) pH pada saat hidrolisis yaitu 3,5
- b) Volume aquades 2 mL.
- c) Suhu pada saat pengeringan yaitu 100 °C.
- d) Temperatur dan waktu kalsinasi yaitu 500 °C dan 2 jam.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, stirer (corning stirrer pc 353), magnetik stirer, oven (memmert), neraca analitik (AND HR-200), DR UV Vis (perkin elmer lambda 900 spektrofotometer), XRD (Bruker D8 Advance dengan radiasi CuK α (40 kV, 40 mA)), mikroskop optik dan, Lampu UV.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Zn(NO₃)₂·4H₂O (Acros, >98% purity), Ni(NO₃)₂·6H₂O (Acros, >98% purity), titanium isopropoxide (Aldrich), Gliserol (System, 95% purity), Aquademin, HCl 2 M, Etanol.

3.4.2 Cara Kerja

3.4.2.1 Preparasi Fotokatalis M/TiO₂ (M=Zn dan Ni)

Sintesis fotokatalis dilakukan dengan menggunakan metode sol gel. Fotokatalis M-TiO₂ (M=Zn,Ni) dengan variasi dopan logam Zn dan Ni masing-masing 0,5%, 1%, 1,5%, 2% wt/wt terhadap TiPP. Sintesis fotokatalis dilakukan dengan cara menyiapkan beakerglass 250 mL, kemudian kedalam masing-masing *beaker glass* ditambahkan 143 mL etanol 96% dan 8,80 mL TiPP. TiPP dilarutkan kedalam etanol sambil diaduk menggunakan magnetik stirer selama 15 menit. Kemudian kedalam masing-masing *beaker glass* yang berisi campuran TiPP dan etanol dimasukkan Zn berturut-turut sebanyak 0,1710 gr; 0,3437 gr; 0,5179 gr; 0,6942 gr dan untuk logam Ni berturut-turut sebanyak 0,2119 gr; 0,4258 gr; 0,6416 gr; 0,8599 gr. Untuk fotokatalis Zn-Ni/TiO₂ dopan logam Zn yang dibutuhkan masing-masing sebanyak 0,1710 gr; 0,3437 gr; 0,5179 gr; 0,6942 gr sedangkan untuk Ni sebanyak 0,4258 gr, kemudian diaduk kembali selama 15 menit. Kemudian ditambahkan HCl 2 M sampai pH 3,5 dan ditambahkan aquades 2 mL kedalam masing-masing *beaker glass*. Larutan tersebut diaduk sampai menjadi gel. Gel yang terbentuk dioven pada suhu 100 °C dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam. Serbuk yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan DR-UV untuk mengetahui band gap dari fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂, karakterisasi XRD untuk mengetahui kristalinitas dari fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂, dan mikroskop optik untuk mengetahui gambar permukaan dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂.

3.4.2.2 Uji aktifitas fotokatalis M/TiO₂

Sebanyak 0,25 gram bubuk fotokatalis yang telah disintesis dilarutkan dalam 250 mL campuran aquademin dan gliserol 20%v dalam reaktor fotokatalis. Reaktor fotokatalis dikenai sinar UV selama 3 jam.

3.4.2.3 Uji Gliserol

Uji gliserol dilakukan untuk mengetahui berkurangnya konsentrasi gliserol yang disebabkan penggunaan gliserol sebagai elektron donor yang akan berperan dalam pembentukan hidrogen. Langkah pertama dalam uji gliserol adalah membuat gliserol dengan konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30%. Kemudian diambil 25 mL masing-masing konsentrasi tersebut dan dimasukkan ke dalam piknometer secara bergantian untuk dilakukan penimbangan. Hasil penimbangan tersebut digunakan untuk mencari massa jenis dari gliserol dengan rumus sebagai berikut:

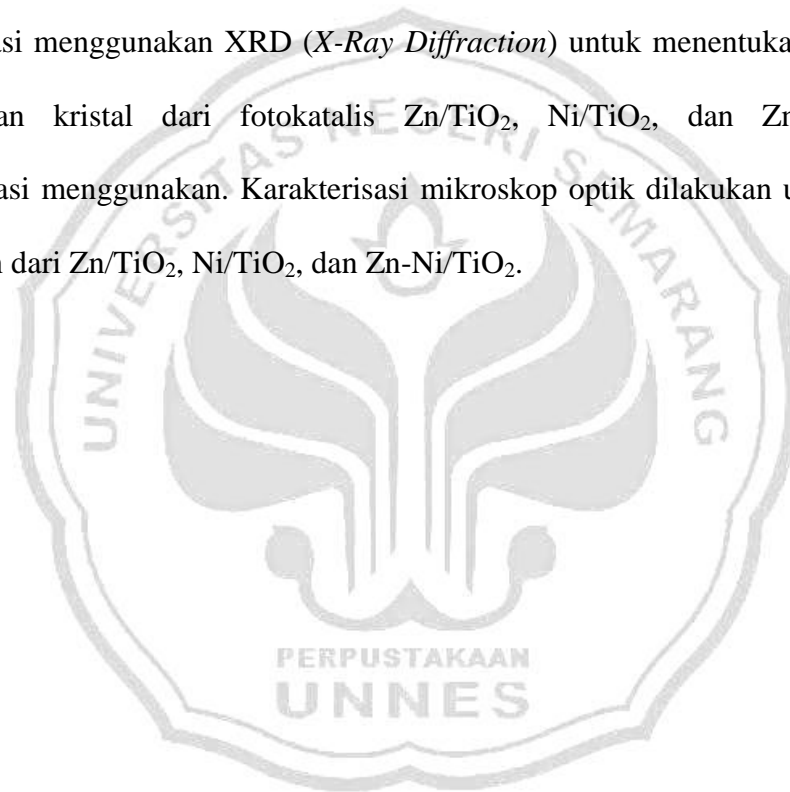
$$\rho = \frac{M_{rata-rata} - M_{kosongpikno}}{25}$$

dimana $M_{rata-rata}$ adalah berat piknometer yang berisi gliserol dengan konsentrasi 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25%, dan 30%. $M_{pikno\ kosong}$ adalah berat piknometer kosong. Setelah diketahui massa jenis gliserol dari masing-masing konsentrasi, dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan konsentrasi dari gliserol sebelum dan sesudah dilakukannya reaksi fotokatalitik. Langkah yang sama untuk penentuan massa jenis gliserol juga digunakan untuk menentukan konsentrasi gliserol sebelum dan sesudah dilakukannya reaksi fotokatalitik yang menggunakan fotokatalis TiO₂ dan Zn-Ni/TiO₂. Setelah didapatkan massa jenis gliserol sebelum dan sesudah fotokatalitik menggunakan fotokatalis TiO₂ dan Zn-Ni/TiO₂, massa

jenis gliserolnya diekstrapolasi ke persamaan linier dari kurva standar gliserol untuk mendapatkan konsentrasi gliserolnya.

3.4.3. Karakterisasi fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂

Fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂ yang telah disintesis dikarakterisasi dengan menggunakan DR UV-Vis (*Diffuse Reflectance*) untuk mengetahui band gap dari fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂, karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk menentukan struktur dan ukuran kristal dari fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂. Karakterisasi menggunakan. Karakterisasi mikroskop optik dilakukan untuk foto permukaan dari Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂.



BAB 4

PEMBAHASAN

4.1 Hasil Penelitian

4.1.1. Sintesis M-TiO₂ (M=Zn, Ni)

Pada penelitian ini disintesis nanopartikel titanium (IV) oksida yang dimodifikasi dengan logam M (Zn dan Ni). Proses sintesisnya menggunakan metode sol gel dengan variasi konsentrasi logam Zn dan Ni. Pada Table 4.1 ditunjukkan sifat fisik M-TiO₂ hasil sintesis sol gel.

Tabel 4.1 Sifat fisik M-TiO₂ hasil sintesis sol gel

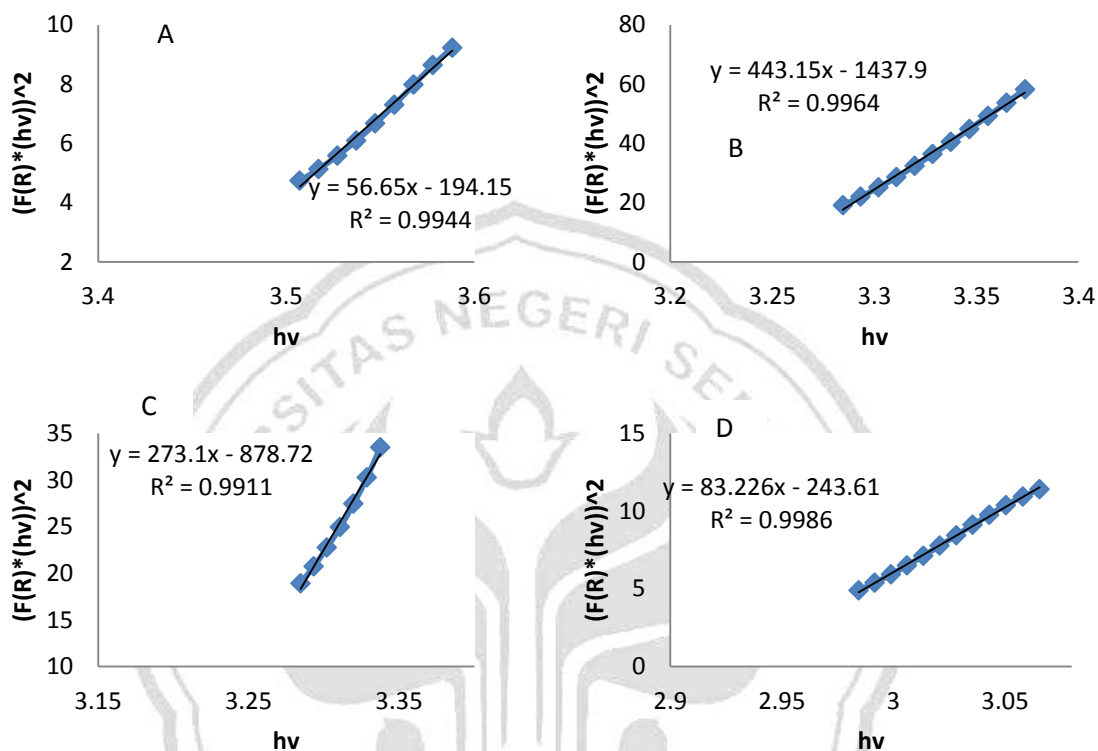
Fotokatalis	% b/b	Temperatur Kalsinasi	Warna	Struktur Fisik
TiO ₂	-	500 °C	Putih	Serbuk halus
Zn/TiO ₂	0,5	500 °C	Putih	Serbuk halus
	1		Putih	Serbuk Halus
	1,5		Putih	Serbuk Halus
	2		Putih	Serbuk Halus
Ni/TiO ₂	0,5	500 °C	Kehijauan	Serbuk halus
	1		Kehijauan	Serbuk halus
	1,5		Kehijauan	Serbuk halus
	2		Kehijauan	Serbuk halus
Zn-Ni/TiO ₂	0,5-1	500 °C	Hijau kekuningan	Serbuk halus
	1-1		Hijau kekuningan	Serbuk halus
	1,5-1		Hijau kekuningan	Serbuk halus
	2-1		Hijau kekuningan	Serbuk halus

4.1.2 Karakterisasi

4.1.2.1 Penentuan Band Gap dengan Menggunakan DR UV-Vis

Penentuan band gap dari fotokatalis dilakukan dengan menggunakan *Diffuse Reflectance* UV Vis. Perhitungan dilakukan pada setiap sampel dengan menggunakan metode Kubelka Munk dimana energi gap diperoleh dari grafik hubungan antara $h\nu$ (eV) vs $(F(R'_{\infty})/h\nu)^{1/2}$ Panjang gelombang yang digunakan

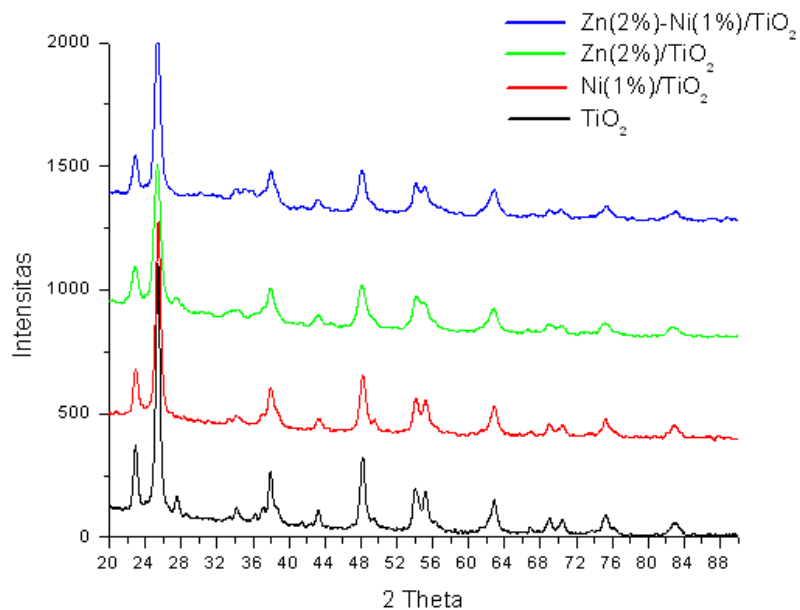
dalam penentuan band gap adalah 200-800 nm. Pada Gambar 4.1 ditunjukkan hubungan antara $h\nu$ (eV) dengan $(F(R) \cdot (h\nu))^{1/2}$. Hasil ekstrapolasi digunakan untuk menentukan band gap dari masing-masing fotokatalis disajikan secara detail pada Lampiran 3.



Gambar 4.1 Kurva Band gap (A) TiO_2 , (B) Zn (2\%)-TiO_2 , (C) Ni (1\%)-TiO_2 , (D) $\text{Zn(2\%)-Ni(1\%)/TiO}_2$

4.1.2.2 Penentuan Ukuran Kristal Dengan Difraksi Sinar-X

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi padatan, kristalinitas, dan ukuran dari TiO_2 , Zn/TiO_2 , Ni/TiO_2 dan Zn-Ni/TiO_2 yang telah disintesis. Analisis sampel untuk menentukan ukuran kristal menggunakan XRD pada X-ray tube: Cu (1,54060 Å), Voltage 40 kV, dan Current 30.0 mA. Hasil karakterisasi dengan menggunakan XRD selanjutnya diolah dengan menggunakan rumus Debye Scherrer. Difraktogram yang dihasilkan dari hasil XRD kemudian dianalisis lebih lanjut dengan membandingkan pola difraksinya dengan pola standar yang terdapat pada data *Powder Diffraction File (PDF)*. Difraktogram hasil analisis XRD untuk sampel M- TiO_2 disajikan pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Perbandingan difraktogram XRD fotokatalis TiO₂ dengan dopan M (Zn dan Ni) dengan suhu 500 °C.

Berdasarkan hasil karakterisasi dengan XRD diketahui puncak tertinggi terletak pada sudut 2θ dengan sudut $25,3854^\circ$ (TiO₂), $25,4153^\circ$ (Ni(1%)/TiO₂), $25,3165^\circ$ (Zn(2%)/TiO₂), dan $25,3490^\circ$ (Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂). Berdasarkan difraktogram diatas dapat diketahui ukuran kristal dan bentuk dari fotokatalis TiO₂ dan M-TiO₂ hasil sintesis. Ukuran kristal dari TiO₂ dan M-TiO₂ disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Data hasil karakterisasi XRD kristal TiO₂ dan M-TiO₂

Sampel	No. Puncak	2 θ	d(A ^o)	Intensitas
TiO ₂	11	25,3854	3,50580	672
	20	48,1646	1,88777	193
	8	22,9006	3,88026	173
Ni(1%)/TiO ₂	12	25,4153	3,50174	524
	18	48,2075	1,88619	149
	11	22,9282	3,87565	121
Zn(2%)/TiO ₂	15	25,3165	3,51518	384
	25	48,1033	1,89003	113
	14	22,8333	3,89154	102
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	13	25,3490	3,51075	430
	23	48,0771	1,89100	112
	11	22,8635	3,88647	102

4.1.2.3 Perhitungan Ukuran Kristal

Berdasarkan data hasil karakterisasi XRD yang ditampilkan pada Tabel 4.2 dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal dari TiO₂ dan M-TiO₂ dari setiap puncak tertinggi dari difraktogram XRD dengan menggunakan rumus Debye Scherrer. Hasil perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer (persamaan 2.1) ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil perhitungan ukuran kristal TiO₂ dan M-TiO₂

Sampel	B (FWHM)	2 θ	θ	Cos θ	λ (nm)	D (nm)
TiO ₂	0,5350	25,3854	12,6927	0,9756	15,418	26,58
	0,5958	48,1646	24,0823	0,9129	15,418	25,51
	0,5053	22,9006	11,4503	0,9801	15,418	28,02
Ni(1%)/TiO ₂	0,6413	25,4153	12,7077	0,9755	15,418	22,18
	0,7650	48,2075	24,1038	0,9128	15,418	19,87
	0,6064	22,9282	11,4641	0,9800	15,418	23,35
Zn(2%)/TiO ₂	0,8531	25,3165	12,6583	0,9757	15,418	16,67
	1,0467	48,1033	24,0517	0,9132	15,418	14,52
	0,8267	22,8333	11,4167	0,9802	15,418	17,12
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	0,7580	25,3490	12,6745	0,9756	15,418	18,76
	0,8743	48,0771	24,0386	0,9133	15,418	17,38
	0,6970	22,8635	11,4318	0,9802	15,418	20,31

4.1.2.4 Perhitungan fraksi rutil dan anatase dari fotokatalis TiO₂ dan M-TiO₂

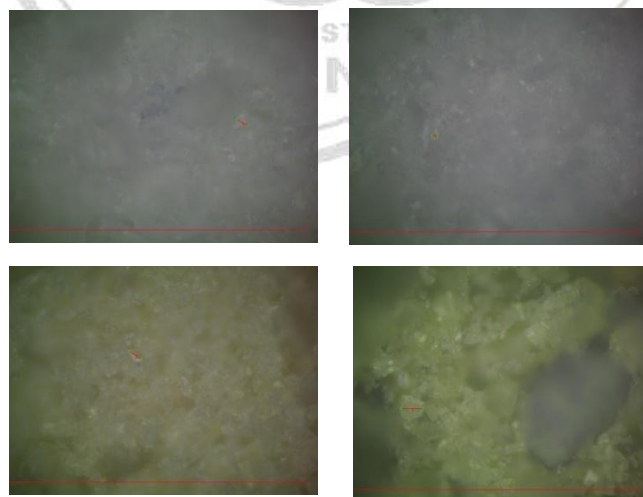
Berdasarkan data yang diperoleh dari karakterisasi X-Ray Diffraction, dapat digunakan untuk menghitung fraksi anatase dan rutil yang terdapat pada fotokatalis TiO₂ dan M/TiO₂ dengan menggunakan persamaan Spuur Myers (persamaan 2.2). Hasil perhitungan menggunakan rumus (2) disajikan dalam Tabel 4.4 sebagai berikut.

Tabel 4.4. Hasil perhitungan fraksi rutil dan anatase

Fotokatalis	Fraksi Rutil	Fraksi Anatase
TiO ₂	0,07	0,93
Zn(2%)/TiO ₂	0,04	0,96
Ni(1%)/TiO ₂	0,00	1,00
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	0,00	1,00

4.1.3. Morfologi permukaan fotokatalis dengan mikroskop micron CCD

Mikroskop micron CCD dilakukan untuk mengetahui foto permukaan dari fotokatalis TiO₂, Zn(2%)/TiO₂, Ni(1%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ dengan perbesaran 1000x. Hasil dari foto mikron disajikan pada Gambar 4.1 sebagai berikut:



Gambar 4.3. Hasil foto mikron dari fotokatalis (A) TiO₂, (B) Zn(2%)/TiO₂, (C) Ni(1%)/TiO₂, (D) Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ perbesaran 1000x

4.1.4 Uji aktifitas Fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂

Uji aktifitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui keberhasilan fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂ yang telah disintesis dengan variasi kadar dopan terhadap TiPP. Uji aktifitas ini dilakukan dengan menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Jumlah gas yang dihasilkan dari penyinaran UV dilakukan dengan cara tabung terbalik dimana tabung tersebut diisi air untuk mengetahui jumlah volume gas yang dihasilkan. Uji kinerja dari fotokatalis TiO₂, Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂ dilakukan untuk mengetahui pengaruh dopan logam terhadap kinerja fotokatalis. Data uji kinerja fotokatalis disajikan dalam Tabel 4.5, 4.6, 4.7 dan 4.8.

Tabel 4.5. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis TiO₂ selama 3 jam

Waktu	TiO ₂ (mL)
00:15:00	0,2
00:30:00	0,4
00:45:00	0,6
01:00:00	0,8
01:15:00	1
01:30:00	1,1
01:45:00	1,3
02:00:00	1,5
02:15:00	1,6
02:30:00	1,8
02:45:00	2
03:00:00	2,1

Tabel 4.6. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn-TiO₂ selama 3 jam

Waktu	Zn(0,5%)-TiO ₂ (mL)	Zn(1%)-TiO ₂ (mL)	Zn(1,5%)-TiO ₂ (mL)	Zn(2%)-TiO ₂ (mL)
00:15:00	0,5	0,3	0,7	2,2
00:30:00	1	0,8	1,2	4,2
00:45:00	1,5	1,4	1,7	6,1
01:00:00	2,2	1,9	2,3	8
01:15:00	2,6	2,6	2,7	10,8
01:30:00	3,3	3,1	3,1	11,6
01:45:00	3,7	3,6	3,6	13,7
02:00:00	4,1	4,1	4	15,8
02:15:00	4,5	4,5	4,3	17,6
02:30:00	4,8	4,9	4,6	19
02:45:00	5,3	5,3	4,9	21,7
03:00:00	5,6	5,8	5,2	23

Tabel 4.7. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Ni-TiO₂ selama 3 jam

Waktu	Ni(0,5%)-TiO ₂ (mL)	Ni(1%)-TiO ₂ (mL)	Ni(1,5%)-TiO ₂ (mL)	Ni(2%)-TiO ₂ (mL)
00:15:00	0,2	0,7	0,8	0,5
00:30:00	0,5	1,3	1,2	0,9
00:45:00	1	1,9	1,7	1,5
01:00:00	1,4	2,6	2,3	2
01:15:00	1,8	3,1	2,8	2,5
01:30:00	2,1	3,6	3,2	3,1
01:45:00	2,4	4,2	3,7	3,5
02:00:00	2,6	4,7	4,1	3,9
02:15:00	3	5,2	4,4	4,4
02:30:00	3,1	5,6	4,7	4,8
02:45:00	3,2	6	5	5,3
03:00:00	3,5	6,4	5,3	5,7

Tabel 4.8. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn-Ni-TiO₂ selama 3 jam

Waktu	A1 (mL)	A2 (mL)	A3 (mL)	A4 (mL)
00:15:00	0,6	1,4	3,4	5,4
00:30:00	1,2	2,6	6,6	9,8
00:45:00	1,8	3,7	9,8	14,3
01:00:00	2,5	4,7	12,8	18,7
01:15:00	3	5,7	15,7	22,3
01:30:00	3,5	6,7	18,5	27,5
01:45:00	4,1	7,6	20,1	41,4
02:00:00	4,6	8,5	21,6	45,6
02:15:00	5	9,2	23,2	49
02:30:00	5,4	10	26,3	53,1
02:45:00	5,8	10,8	30	57,1
03:00:00	6,2	11,6	32	61

Ket: A1 = Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂
 A2 = Zn(1%)-Ni(1%)/TiO₂
 A3 = Zn(1,5%)-Ni(1%)/TiO₂
 A4 = Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

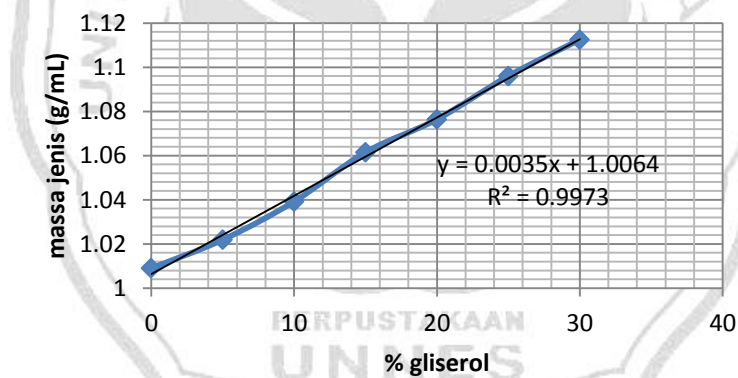
4.1.5. Uji Gliserol

Uji gliserol digunakan untuk mengetahui massa jenis dari gliserol sebelum dan sesudah terjadinya proses dekomposisi air. Uji gliserol ini dilakukan dengan terlebih dahulu membuat kurva standar larutan gliserol dengan konsentrasi 0, 5, 10, 15, 20, 25, dan 30%v dengan menggunakan metode piknometer untuk mengetahui massa jenisnya seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.9 sebagai berikut.

Tabel 4.9. Pembuatan kurva standar larutan gliserol

Konsentrasi gliserol (%)	M ₁ (gram)	M ₂ (gram)	M _{rata-rata} (gram)	M _{kos rata-rata} (gram)	ρ (g/mL)
0	46,0337	46,0417	46,0377	20,8111	1,0091
5	46,3582	46,3611	46,3597	20,8111	1,0219
10	46,8186	46,7638	46,7912	20,8111	1,0392
15	47,1475	47,1587	47,1531	20,8111	1,0536
20	47,4992	47,4991	47,4992	20,8111	1,0675
25	47,9260	47,9298	47,9298	20,8111	1,0847
30	48,6259	48,6227	48,6243	20,8111	1,1125

M₁ adalah berat penimbangan pertama piknometer yang telah berisi gliserol, M₂ adalah berat penimbangan kedua piknometer yang telah berisi gliserol, M_{kos rata-rata} adalah berat piknometer kosong. Berdasarkan Tabel 4.9 dapat dibuat grafik kurva standar larutan gliserol seperti pada Gambar 4.3 sebagai berikut



Gambar 4.4. Kurva standar larutan gliserol

Berdasarkan kurva kalibrasi pada Gambar 4.4 didapatkan persamaan linear yang akan digunakan untuk mengetahui kadar gliserol. Hasil perhitungan berdasarkan persamaan linier pada Gambar 4.4. ditampilkan pada Tabel 4.10 sebagai berikut.

Tabel 4.10. Massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air

Fotokatalis	Keadaan	M ₁ (gram)	M ₂ (gram)	M _{rata-rata} (gram)	M(gram)	ρ (g/mL)
TiO ₂	Awal	47,5250	47,5240	47,5245	26,7143	1,0686
	Akhir	47,5177	47,5165	47,5171	26,706	1,0682
A [*]	Awal	47,5380	47,5375	47,5378	26,7267	1,0690
	Akhir	47,5275	47,5233	47,5254	26,7143	1,0686
A ^{**}	Awal	47,5395	47,5390	47,5393	26,7282	1,0691
	Akhir	47,4069	47,4059	47,4064	26,5953	1,0638
Piknometer + air demin		46,0360	46,0355	46,0358	25,2247	1,0089
Piknometer + gliserol 99,5%		47,8067	47,8066	47,8067	26,9956	1,0798
Piknometer kosong		20,8111	20,8110	20,8111	0	0

Keterangan: A^{*} adalah Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂ dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

Perhitungan kadar gliserol terhadap sampel TiO₂ dan Zn-Ni/TiO₂ sebelum dan sesudah dilakukannya dekomposisi air berdasarkan persamaan linier $y = 0,003x + 1,006$ yang didapat pada kurva standar gliserol. y merupakan massa jenis gliserol dalam sampel TiO₂ dan Zn-Ni/TiO₂ pada Tabel 4.10, kemudian massa jenis tersebut disubstitusikan ke dalam persamaan $y = 0,003x + 1,006$ untuk mendapatkan kadar gliserol untuk sampel TiO₂ dan Zn-Ni/TiO₂ sebelum dan sesudah dilakukannya dekomposisi air. Hasil perhitungan kadar gliserol disajikan pada Tabel 4.11 sebagai berikut.

Tabel 4.11. Hasil perhitungan kadar gliserol sebelum dan sesudah dilakukannya dekomposisi air

Fotokatalis	Keadaan	% gliserol
TiO ₂	Awal	20,86
	Akhir	20,73
A*	Awal	21
	Akhir	20,86
A**	Awal	21,03
	Akhir	19,26

Keterangan : A* = Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂; A** = Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

4.2. Pembahasan

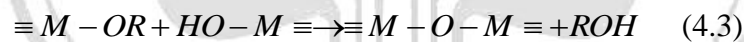
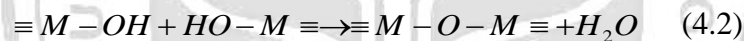
4.2.1. Sintesis M-TiO₂ (M= Zn dan Ni)

Metode Fotokatalis titanium (IV) oksida disintesis dengan menggunakan metode sol gel. Proses sol gel dalam hal ini termasuk proses *aqueous* sol gel. Penambahan logam Zn dan Ni diharapkan mampu menurunkan band gap dari titanium (IV) oksida, menaikkan kristalinitas titanium (IV) oksida, dan diharapkan mampu meningkatkan aktifitas fotokatalis dari titanium (IV) oksida. Secara umum, prekursor atau senyawa awal dalam bentuk garam anorganik atau senyawa organik seperti alkoksida. Logam alkoksida yang digunakan dalam penelitian ini berupa TiIPP (Ti(iso-OC₃H₇)₄).

Jalannya proses sol gel melalui beberapa tahap yaitu Pelarutan senyawa alkoksida, dalam hal ini TiIPP (Ti(iso-OC₃H₇)₄) dengan pelarut ethanol. Ethanol digunakan sebagai pelarut dari TiIPP (Ti(iso-OC₃H₇)₄), Perubahan larutan homogen menjadi bentuk sol dengan bantuan katalis asam atau basa. Dalam penelitian ini digunakan katalis HCl untuk mempercepat terbentuknya sol dan meminimalisir pembentukan agregat (Ti(C₃H₇O)₃(OH)), gelasi, aging, dan kalsinasi.

Proses sintesis fotokatalis berjalan berdasarkan reaksi hidrolisis dan kondensasi yaitu pembentukan suatu ikatan kuat molekul prekursor. Proses pertama yang terjadi pada proses sintesis fotokatalis melalui sol gel ini adalah hidrolisis. Proses hidrolisis ini merupakan proses yang paling utama atau proses

yang paling vital karena proses hidrolisis yang mengawali pembentukan sol. Menurut Sayilkan *et al* (2005), proses hidrolisis akan lebih cepat jika menggunakan HCl sebagai katalis asam. Sayilkan *et al* (2005) meneliti tentang pengaruh HCl sebagai katalis pada hidrolisis sol gel. penggunaan HCl ternyata membawa pengaruh yang besar terhadap sifat fisik dari TiO₂. Salah satunya adalah ukuran dari kristal yang akan mempengaruhi kinerja dari fotokatalis TiO₂. Proses hidrolisis ini diawali reaksi antara gugus alkoksida (-OR) yang digantikan melalui serangan nukleofilik atom oksigen dari molekul air. Hasil dari reaksi ini adalah alkohol dan logam hidroksida. Reaksi selanjutnya yang terjadi adalah kondensasi. Reaksi ini terjadi antara dua gugus hidroksilat untuk membentuk ikatan M-O-M dan hasil samping yang berupa air atau disebut juga oksolasi. Sedangkan reaksi antara hidroksida dan alkoksida membentuk ikatan M-O-M dan melepaskan alkohol (alkoksolasi). Reaksi yang terjadi selama proses sol gel menurut Niederberger and Pinna (2009) adalah sebagai berikut.



Gambar 4.5. Reaksi yang terjadi dalam proses sol gel. (1) hidrolisis dan kondensasi, (2) oksolasi, dan (3) alkoksolasi

Proses kalsinasi dilakukan untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik yang terdapat pada titanium (IV) oksida dan berpengaruh juga terhadap pembentukan struktur dan ukuran kristal dari titanium (IV) oksida. Temperatur kalsinasi yang digunakan adalah 500 °C. Doping logam seperti Zn dan Ni diharapkan mampu menurunkan band gap titanium (IV) oksida dan mampu menaikkan kristalinitas titanium (IV) oksida yang disintesis. Komposisi dopan Zn dan Ni dengan variasi masing-masing 0,5%; 1%; 1,5%; dan 2% dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh dopan terhadap band gap dan kristalinitas dari titanium (IV) oksida. Hasil sintesis TiO₂ dan M/TiO₂ menunjukkan struktur kristal yang halus. Hal ini disebabkan pada temperatur kalsinasi 500 °C ukuran kristal dari TiO₂ sudah homogen dan dopan logam sudah masuk ke kisi-kisi titanium (IV) oksida yang dibuktikan dengan perubahan warna dari titanium (IV) oksida.

4.2.2. Karakterisasi Fotokatalis M-TiO₂

4.2.2.1. DR UV Vis Untuk Penentuan Band Gap

Spektrofotometer *Diffuse Reflectance* UV-Vis digunakan untuk menentukan band gap atau energi gap yang dihasilkan oleh semikonduktor dari hasil sintesis. Besarnya energi gap mempengaruhi kinerja dari semikonduktor. Besarnya band gap titanium (IV) oksida mengakibatkan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi menjadi terhambat.

Adanya logam dopan Seperti logam Ni dan Zn sangat efektif untuk menaikkan kemampuan kinerja dari titanium (IV) oksida. Tingkat fermi dari jenis logam ini lebih rendah daripada fermi dari titanium (IV) oksida. Akibat dari rendahnya fermi, elektron dari titanium (IV) oksida dapat berpindah dari pita konduksi menuju ke permukaan logam, sedangkan hole terbentuk pada pita valensi titanium (IV) oksida. Aktifitas inilah yang menyebabkan kinerja aktifitas fotokatalis titanium (IV) oksida meningkat dengan mengurangi atau meminimalisasi pembentukan kembali elektron dan hole. Penambahan logam Ni dan Zn juga mampu meningkatkan respon dari spektral titanium (IV) oksida ke daerah ultra violet yang berefek pada perubahan band gap seperti yang dilaporkan oleh He *et al* (1997).

Perhitungan band gap dilakukan menggunakan persamaan Kubelka Munk. Harga E_g didapatkan dari grafik hubungan antara $(F(R) \cdot hv)^{1/2}$ terhadap hv . Energi gap pada semikonduktor adalah hv pada saat $(F(R) \cdot hv)^{1/2} = 0$, yang diperoleh dari perpotongan garis lurus yang ditarik memotong sumbu x pada kurva. Kurva band gap disajikan pada Gambar 4.1 dan hasil perhitungan band gap berdasarkan Gambar 4.1 disajikan pada Tabel 4.12 sebagai berikut

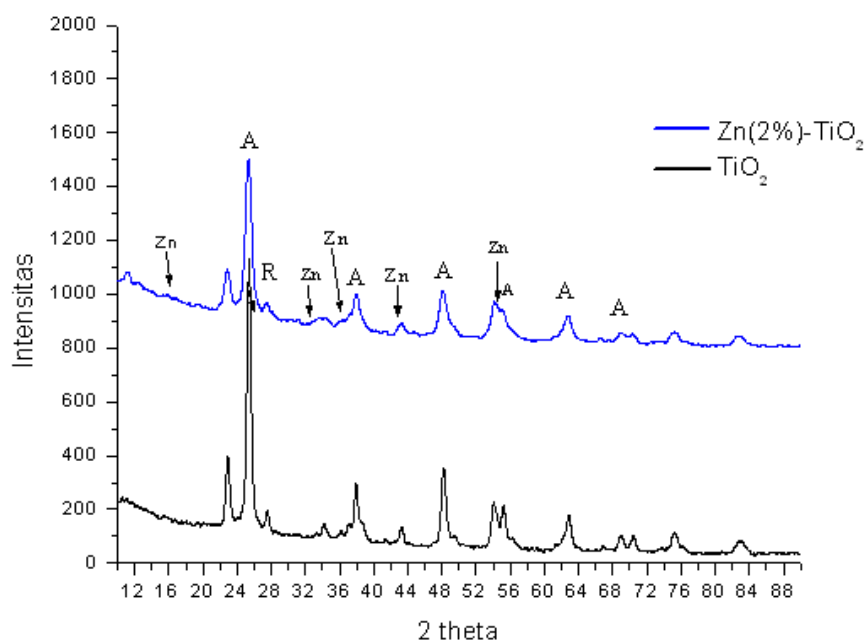
Fotokatalis	Band Gap
TiO ₂	3,42
Ni (1%)/TiO ₂	3,08
Zn(2%)/TiO ₂	3,24
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	2,93

Berdasarkan data Tabel 4.12 hasil karakterisasi DR UV-Vis diketahui besarnya band gap dari berbagai kadar dopan Ni dan Zn. Band gap titanium (IV) oksida hasil sol gel adalah 3,42 eV. Setelah dilakukan dopan Ni dan Zn terhadap titanium (IV) oksida, didapatkan band gap seperti yang terdapat dalam Tabel 4.8. Pemberian dopan Zn dan Ni terhadap titanium (IV) oksida telah terbukti menurunkan band gap dari titanium (IV) oksida.

4.2.2.2 Penentuan Ukuran Kristal Dan Bentuk Kristal Dari TiO_2 dan M-TiO_2 dengan XRD

4.2.2.2.1. Fotokatalis Zn(2\%)/TiO_2

Hasil karakterisasi fotokatalis titanium (IV) oksida dengan dopan Zn (2%) disajikan pada gambar 4.3.



Gambar 4.6 Perbandingan hasil XRD dari TiO_2 dengan Zn(2\%)/TiO_2

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 4.6 didapatkan puncak-puncak di 2θ (2θ) pada $25,3^\circ$, $37,9^\circ$, $48,1^\circ$, 54° , $54,9^\circ$, $62,6^\circ$, $69,05^\circ$, $70,1^\circ$, $75,2^\circ$, dan $82,7^\circ$. Menurut Nguyen (2011) puncak-puncak tersebut merupakan difraksi dari bidang (101), (004), (200), (105), (211), dan (204) TiO_2 bentuk anatase. Sedangkan untuk logam Zn terletak pada 2θ $33,6^\circ$, $36,2^\circ$, dan $43,1^\circ$ sesuai dengan difraktogram Zn standar PDF Zn #011244. Banyaknya peak yang muncul dalam

difraktogram pada Gambar 4.3 mengindikasikan logam Zn telah berhasil di dopan ke dalam kisi-kisi kristal TiO_2 . Berdasarkan difraktogram di atas diperoleh besar ukuran kristal dan fraksi anatase dan rutil sebagai berikut.

Tabel 4.13. Ukuran kristal dari TiO_2 dan $\text{Zn}(2\%)/\text{TiO}_2$ beserta fraksi anatase dan rutil

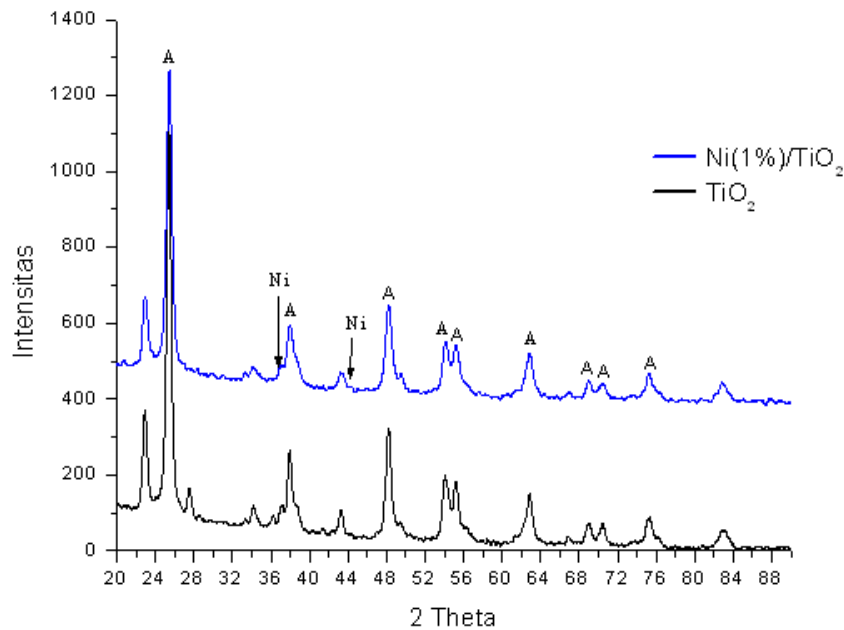
Sampel	Ukuran kristal (nm)	Fraksi Rutile	Fraksi anatase
TiO_2	26,7	0,07	0,93
$\text{Zn}(2\%)/\text{TiO}_2$	16,10	0,04	0,96

Tabel 4.13 menunjukkan bahwa ukuran kristal TiO_2 mengalami perubahan besar dari 26,7 nm menjadi 16,10 nm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan Zn mampu menurunkan ukuran kristal dari TiO_2 . Menurut Tan (2011) bahwa penambahan dopan mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO_2 seperti naiknya kristalinitas (ditandai tingginya fraksi dari anatase), luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil.

Selain karena pengaruh logam, penggunaan katalis asam seperti HCl juga membawa pengaruh terhadap sifat fisik dari TiO_2 . Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Sayilkan *et al* (2005), penggunaan HCl sebagai katalis hidrolisis berpengaruh terhadap ukuran kristal dari TiO_2 yang dihasilkan dari proses sol gel menjadi lebih kecil dan berbentuk mikro. Karena ukurannya kristal yang kecil, maka aktifitas fotokatalisnya akan meningkat.

4.2.2.2.2. Fotokatalis Ni(1%)/ TiO_2

Hasil karakterisasi fotokatalis titanium (IV) oksida dengan dopan Ni (1%) disajikan pada Gambar 4.6 berikut ini.



Gambar 4.7 Perbandingan hasil XRD dari TiO_2 dibandingkan dengan $\text{Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$

Berdasarkan difraktogram pada gambar 4.7 didapatkan puncak-puncak di 2θ pada $25,3^\circ$, $37,9^\circ$, $48,1^\circ$, 54° , $54,9^\circ$, $62,6^\circ$, $69,05^\circ$, $70,1^\circ$, $75,2^\circ$, dan $82,7^\circ$. Menurut Nguyen (2011) puncak-puncak tersebut merupakan difraksi dari bidang (101), (004), (200), (105), (211), dan (204) TiO_2 bentuk anatase. Menurut Syukri (2003) dalam Afrozi (2010), puncak untuk Ni biasanya berada pada 2θ $37,5^\circ$ dan 44° . Berdasarkan difraktogram XRD pada gambar 4.4 menunjukkan bahwa Ni berada pada 2θ $37,5^\circ$ dan 44° . Berdasarkan difraktogram di atas diperoleh besar ukuran kristal dan fraksi anatase dan rutil sebagai berikut.

Tabel 4.14. Ukuran kristal dari TiO_2 dan $\text{Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$ beserta fraksi anatase dan rutil

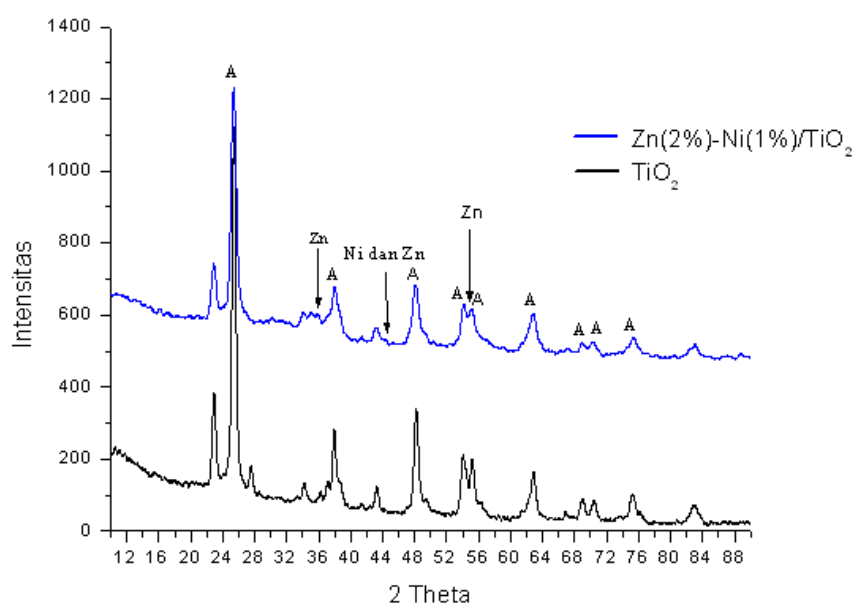
Sampel	Ukuran kristal (nm)	Fraksi Rutile	Fraksi anatase
TiO_2	26,7	0,07	0,93
$\text{Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$	21,8	0,00	1,00

Tabel 4.14 menunjukkan bahwa ukuran kristal TiO_2 mengalami perubahan dari 26,7 nm menjadi 21,8 nm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan Ni mampu menurunkan ukuran kristal dari TiO_2 . Menurut Tan (2011) bahwa

penambahan dopan mampu mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO_2 seperti naiknya kristalinitas (ditandai tingginya fraksi dari anatase), luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil.

4.2.2.2.3 Fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/ TiO_2

Hasil karakterisasi fotokatalis titanium (IV) oksida dengan dopan Zn (2%) dan Ni (1%) disajikan pada gambar 4.8.



Gambar 4.8 Perbandingan hasil XRD dari TiO_2 dengan Zn(2%)-Ni(1%)/ TiO_2

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 4.8 didapatkan puncak-puncak di 2θ (2θ) pada $25,3^\circ$, $37,9^\circ$, $48,1^\circ$, 54° , $54,9^\circ$, $62,6^\circ$, $69,05^\circ$, $70,1^\circ$, $75,2^\circ$, dan $82,7^\circ$. Menurut Nguyen (2011) puncak-puncak tersebut merupakan difraksi dari bidang (101), (004), (200), (105), (211), dan (204) TiO_2 bentuk anatase. Menurut Syukri (2003) dalam Afrozi (2010), puncak untuk Ni biasanya berada pada 2θ $37,5^\circ$ dan 44° . Berdasarkan difraktogram XRD pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa Ni berada pada 2θ 44° , untuk peak Ni pada 2θ $37,5^\circ$ tidak ditemukan. Puncak dari Zn muncul pada sudut 2θ $36,9^\circ$; $43,2^\circ$; dan $54,9^\circ$. Hal ini didasarkan pada standar Zn #011244. Berdasarkan difraktogram di atas diperoleh besar ukuran kristal dan fraksi anatase dan rutil sebagai berikut.

Tabel 4.15. Ukuran kristal dari TiO₂ dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ beserta fraksi anatase dan rutil

Sampel	Ukuran kristal (nm)	Fraksi Rutile	Fraksi anatase
TiO ₂	26,7	0,07	0,93
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	18,8	0,00	1,00

Tabel 4.15 menunjukkan bahwa ukuran kristal TiO₂ mengalami perubahan besar dari 26,7 nm menjadi 18,8 nm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan Zn dan Ni mampu menurunkan ukuran kristal dari TiO₂. Menurut Tan (2011) bahwa penambahan dopan Ni dan Zn mampu mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO₂ seperti naiknya kristalinitas (ditandai tingginya fraksi dari anatase), luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil. Penambahan logam dopan seperti Zn dan Ni mampu menurunkan ukuran kristal dari TiO₂. Hal ini ditunjukkan pada difraktogram dari Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ pada Gambar 4.7 dimana logam Zn dan terdopan dalam kisi-kisi kristal TiO₂. Jumlah Ni yang didopankan tidak semuanya terdopan ke kisi-kisi dari kristal anatase TiO₂ yang ditandai terbentuknya peak lemah Ni pada sudut 2θ 44°, sedangkan munculnya tiga peak lemah pada sudut 2θ 36,9°; 43,2°; dan 54,9° mengindikasikan logam Zn telah terdopan ke dalam kisi-kisi dari TiO₂. Terdopannya logam Zn dan Ni yang ditunjukkan pada difraktogram pada Gambar 4.5 ternyata merubah komposisi fraksi rutil dan anatase pada pada kristal TiO₂.

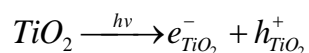
4.2.3. Mikroskop Mikron

Karakterisasi menggunakan mikroskop mikron digunakan untuk mengetahui permukaan dari fotokatalis yang telah disintesis. Hasil karakterisasi foto mikron disajikan pada Gambar 4.3. Berdasarkan Gambar 4.3 dapat diketahui masing-masing permukaan dari TiO₂, Zn(2%)/TiO₂, Ni(1%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂. Terlihat bahwa penambahan dopan logam mampu mempengaruhi sifat fisik dari TiO₂. Selain itu, terdapat perbedaan antara TiO₂ sebelum didopan maupun setelah didopan dengan Zn dan Ni. Salah satu perbedaan yang paling nampak adalah adanya perubahan warna dari TiO₂ setelah didopan dengan logam Zn dan Ni.

Berdasarkan Gambar 4.3 permukaan dari Zn(2%)/TiO₂ lebih mengkilat dibandingkan dengan TiO₂. Hal ini disebabkan logam Zn telah terdopan ke permukaan TiO₂. Begitu juga dengan Ni(1%)/TiO₂ dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂. Fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ memiliki warna hijau mengkilat jika dibandingkan dengan fotokatalis Ni(1%)/TiO₂. Mengkilatnya fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ dipengaruhi oleh keberadaan logam seperti Zn dan Ni pada kisi-kisi TiO₂. Pembuktian adanya logam Zn dan Ni pada kisi-kisi TiO₂ selain menggunakan foto mikron dilakukan dengan menggunakan XRD. Berdasarkan difraktogram XRD menunjukkan logam Zn dan Ni dengan sempurna terdopan ke kisi-kisi titanium (IV) oksida dengan ditandai dengan munculnya peak Zn pada 2θ 33,6°, 36,2°, dan 43,1° dan munculnya peak Ni pada 2θ 37° dan 44°. Hal ini menandakan logam Zn-Ni telah sempurna didopan ke permukaan TiO₂.

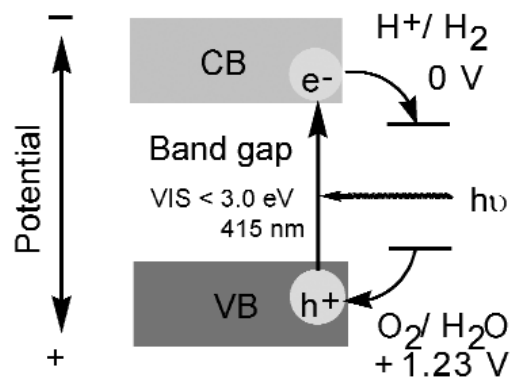
4.2.4. Uji Fotokatalitik Dekomposisi Air

Struktur elektronik dari semikonduktor memegang peranan penting dalam fotokatalis yang melibatkan semikonduktor. Semikonduktor disusun oleh pita valensi (VB) dan pita konduksi (CB). Tanpa adanya eksitasi, elektron dan hole tetap berada di pita valensi. Elektron akan berpindah dari pita valensi ke pita konduksi apabila elektron mengalami eksitasi dengan bantuan foton. Supaya foton bias mengeksitasi elektron, maka energi foton harus sama atau lebih besar daripada band gap. Pada penelitian ini menggunakan sinar UV 254 nm yang mempunyai energi sebesar 4,8 eV. Reaksi untuk semikonduktor TiO₂ apabila dikenai energi foton (hv)



Rekombinan elektron hole dapat terjadi dalam waktu singkat, dengan membebaskan energi. Energi yang dibebaskan digunakan untuk mereduksi H⁺ (hasil oksidasi air oleh hole) menjadi hidrogen. Efek dari rekombinan ini menjadikan produksi hidrogen menggunakan fotokatalis TiO₂ hanya dengan menggunakan aquademin menjadi terkendala. Senyawa organik seperti gliserol secara luas digunakan sebagai donor elektron pada fotokatalitik produksi hidrogen yang akan dioksidasi oleh hole. Elektron dapat berpindah dari pita valensi menuju ke pita konduksi dengan meninggalkan hole di pita valensi. Reaksi

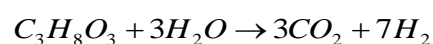
oksidasi dan reduksi menjadi mekanisme yang paling mendasar pada mekanisme fotokatalitik produksi hidrogen dari air.



Gambar 4.9. Prinsip dekomposisi air oleh fotokatalis semikonduktor (Kudo, 2007)

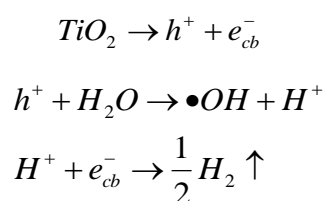
Hole yang ditinggal oleh elektron pada pita valensi digunakan untuk mengoksidasi air menjadi oksigen dan radikal hidrogen. Elektron yang mengalami eksitasi akan melepas energi dari foton. Energi foton yang dilepas akan digunakan untuk mereduksi H^+ menjadi hidrogen. Tetapi, hidrogen yang terbentuk dari dekomposisi air sedikit menghasilkan gas hidrogen. Oleh karena itu, diperlukan *sacrificial agent* atau agen yang dikorbankan untuk menghasilkan hidrogen lebih banyak. Selain sebagai *sacrificial agent*, gliserol juga digunakan untuk elektron trap untuk mencegah terjadinya rekombinan elektron hole.

Menurut Afrozi (2010) reaksi fotokatalitik dekomposisi air memiliki beberapa kendala, yaitu tingginya reaksi rekombinan elektron dan hole. Sekitar 10 % elektron tereksitasi ke permukaan fotokatalis, sedangkan 90 % sisanya mengalami rekombinan dengan hole. Hal tersebut yang menjadi kendala dalam produktifitas fotokatalis. Untuk meningkatkan produktifitas katalis, diperlukan elektron donor melalui penggunaan gliserol. Menurut Daskalaki (2008) dalam Afrozi (2010) kehadiran gliserol dalam proses fotokatalitik selain sebagai elektron donor, gliserol juga akan menambah jumlah elektron yang nantinya berfungsi sebagai pereduksi air menjadi hidrogen dan sebagai reaktan yang teroksidasi oleh hole (meminimalisir rekombinan) membentuk hidrogen. Reaksinya:



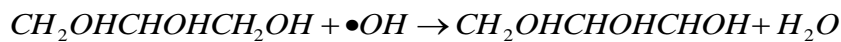
Berdasarkan penelitian yang dilakukan Daskalaki (2008), keberadaan gliserol dalam reaksi fotokatalitik juga mempunyai pengaruh dalam meningkatkan produksi gas hidrogen. Terbentuknya gas hidrogen merupakan hasil reaksi antara gliserol dan air. Dimana gliserol mempunyai tiga gugus alkohol yang dapat bereaksi secara fotokatalitik menghasilkan hidrogen. Berdasarkan reaksi diatas, terlihat bahwa 1 mol gliserol akan bereaksi menghasilkan 7 mol hidrogen. Apabila reaksi fotokatalitik berjalan tanpa penambahan gliserol sebagai *sacrificial agent* didapatkan 1 mol hidrogen setiap 1 mol air. Dilihat dari aspek termodinamika, terjadi perubahan energi gibbs antara reaksi dekomposisi air yang tidak menggunakan gliserol dengan yang menggunakan gliserol yaitu dari 228,64 kJ/mol menjadi -48,73 kJ/mol. Rendahnya energi gibbs tersebut menjadikan reaksi pembentukan hidrogen dengan bantuan gliserol akan lebih mudah terjadi dari pada tanpa adanya gliserol. Energi pembentukan gas hidrogen tanpa bantuan gliserol ($\Delta H^\circ = +127,67$ kJ/mol) lebih tinggi dari pada reaksi tanpa gliserol ($\Delta H^\circ = +238,41$ kJ/mol). Rendahnya energi pembentukan gas hidrogen dengan menggunakan gliserol memungkinkan lebih mudahnya pembentukan gas hidrogen. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Luo *et al* (2007) dalam Afrozi (2010) juga melaporkan bahwa reaksi dekomposisi air menjadi gas hidrogen dengan bantuan gliserol murni dan gliserol hasil samping biodiesel menghasilkan gas hidrogen mencapai 100% dengan selektivitas 70%. Sedangkan untuk gliserol hasil samping biodiesel hanya 70% dari yang dihasilkan oleh gliserol murni.

Reaksi fotokatalitik antara fotokatalis titanium (IV) oksida dengan bantuan energi foton sehingga terbentuknya elektron dan hole. Hole yang terbentuk akan bereaksi dengan air menghasilkan radikal bebas hidroksil. Radikal bebas hidroksil merupakan suatu oksidator kuat dan ion hidrogen. Ion hidrogen hasil reaksi antara titanium (IV) oksigen dengan air akan menghasilkan gas hidrogen, reaksinya adalah sebagai berikut

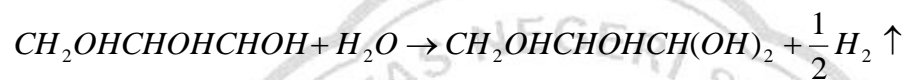


Reaksi gliserol dengan radikal bebas hidroksil hingga menjadi hidrogen adalah sebagai berikut:

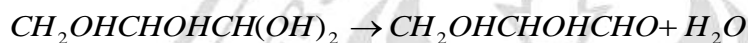
Gliserol akan bereaksi dengan radikal bebas hidroksil membentuk senyawa intermediet dan air, reaksinya



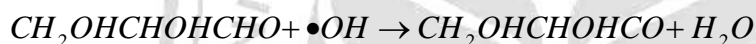
Senyawa intermediet hasil reaksi antara gliserol dan radikal bebas akan bereaksi dengan air menghasilkan $CH_2OHCHOHCHOH$ dan $\cdot H$ sehingga terbentuk hidrogen.



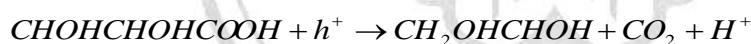
Senyawa intermediet diatas tidak stabil, sehingga akan berubah menjadi aldehid



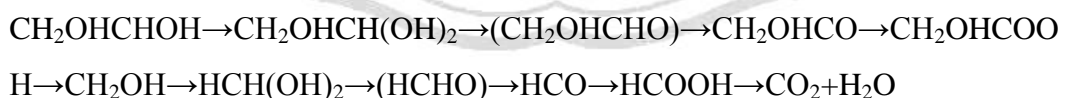
Radikal bebas hidroksil akan terus bereaksi dengan aldehid pada reaksi diatas



Gugus karboksil yang terbentuk akan teroksidasi oleh hole akan mengalami dekarboksilasi.



Hasil dekarboksilasi pada reaksi diatas akan mengulangi reaksi diatas sehingga terbentuk karbondioksida dan air.

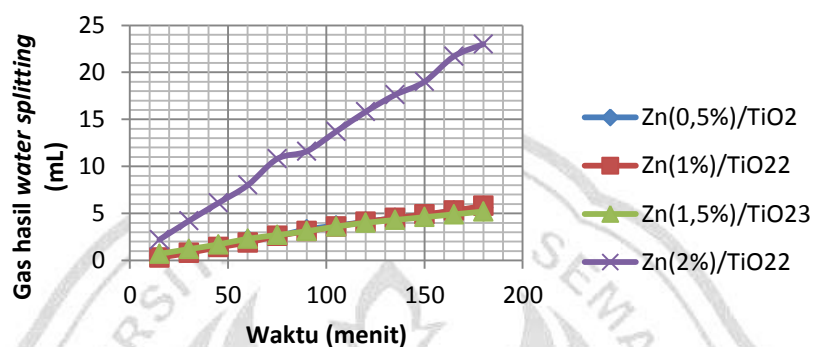


(Afrozi, 2010)

4.2.4.1. Pengaruh kadar penambahan Zn terhadap kinerja katalis

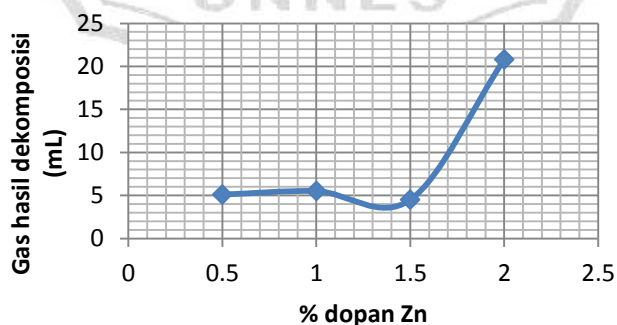
Pengaruh penambahan logam Zn dalam titanium (IV) oksida dilakukan dengan membandingkan kinerja dari fotokatalis TiO_2 dengan berbagai kadar dopan Zn terhadap TiPP dalam kemampuannya mendekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen. Selama proses dekomposisi air digunakan penambahan gliserol sebagai katalis untuk proses dekomposisi air menjadi hidrogen dan

oksigen. Setiap uji kinerja fotokatalis diperlukan katalis sebanyak 0,25 gram dengan campuran aquademin 250 mL dan gliserol 20%v. Penggunaan gliserol 20% ini merujuk pada penelitian Slamet (2011). Slamet (2011) melakukan uji kinerja fotokatalis dengan variasi gliserol. Gliserol dengan konsentrasi tertinggi yaitu 20% memiliki kinerja yang tertinggi dalam mendekomposisikan air menjadi hidrogen dan oksigen serta waktu pengujian selama 3 jam.



Gambar 4.10. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn/TiO₂ pada berbagai kadar dopan

Pengujian fotokatalis untuk dekomposisi air menjadi hidrogen dengan bantuan gliserol dengan variasi dopan Zn yang didopankan ke titanium (IV) oksida. Proses dekomposisi fotokatalis memberikan hasil yang optimum pada dopan Zn(2%)-TiO₂ yaitu menghasilkan gas hasil dekomposisi air sebesar 20,8 mL.



Gambar 4.11. Pengaruh % dopan Zn terhadap kinerja TiO₂ dalam proses dekomposisi air dengan bantuan UV 254 nm

Dari Tabel 4.11 terlihat bahwa band gap dari fotokatalis Zn(2%)-TiO₂ mengalami penurunan dibandingkan dengan TiO₂ hasil sintesis yang besarnya

3,24 eV, apalagi dibandingkan dengan TiO_2 hasil sintesis sebesar 3,42 eV. Penurunan band gap dari $\text{Zn}(2\%)/\text{TiO}_2$ menyebabkan fotokatalis ini dapat bekerja pada sinar tampak.

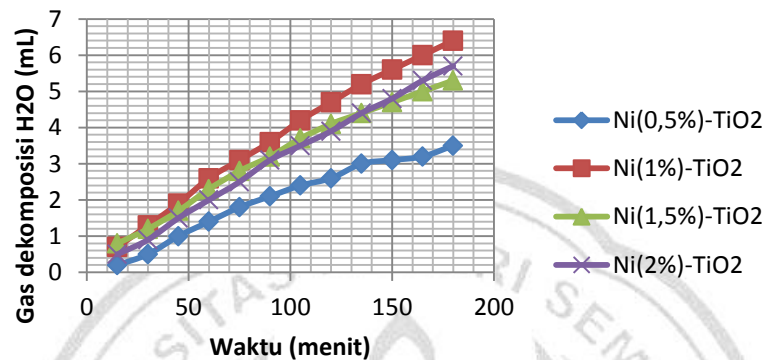
Menurut Jinlong (2010) dalam Afrozi (2010) dopan logam M mempunyai dosis optimal jika M didopan pada titanium (IV) oksida dibawah dosis optimalnya, ion yang didopankan tersebut berfungsi sebagai pusat separasi elektron-hole sehingga meningkatkan kinerja fotokatalitik dari titanium (IV) oksida. Jika logam yang didopan melebihi jumlah dosis optimalnya, maka ion dopan tersebut menjadi pusat rekombinan sehingga sangat merugikan dari segi fotokatalitik. Disimpulkan dari penelitian ini diperoleh bahwa jumlah maksimal doping berada pada doping Zn 2%.

Dari hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa ukuran kristal $\text{Zn}(2\%)/\text{TiO}_2$ mengalami penurunan besar dari 26,7 nm (sebelum didopan dengan Zn) menjadi 16,10 nm (setelah didopan dengan Zn). Perubahan ukuran partikel yang terlalu besar ini merupakan keuntungan tersendiri untuk fotokatalis Zn/TiO_2 . Hal ini sependapat dengan penelitian yang dilakukan oleh Devi, *et al* (2010) penambahan dopan Zn mampu memodifikasi struktur dari TiO_2 yang menyebabkan ukuran TiO_2 mengalami perubahan drastis. Ukuran partikel yang kecil menyebabkan rekombinan yang terjadi selama proses dekomposisi air dapat dikurangi sehingga aktifitas fotokatalis menjadi yang paling tinggi dibandingkan dengan dopan Zn 0,5%, 1%, dan 1,5%. Efek dari kecilnya fotokatalis Zn/TiO_2 juga diungkapkan oleh Liu, *et al* (2006). Menurut Liu, *et al* (2006), aktifitas fotokatalitik yang tertinggi terjadi jika ukuran dari partikel Zn/TiO_2 lebih kecil dibandingkan sebelum di dopan dengan Zn.

4.2.4.2. Pengaruh kadar penambahan Ni terhadap kinerja katalis

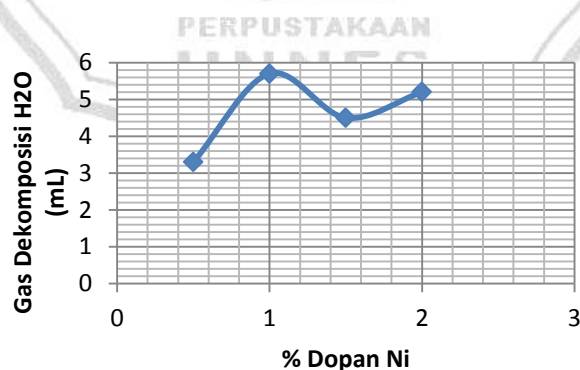
Pengaruh penambahan logam Ni dalam titanium (IV) oksida dilakukan dengan membandingkan kinerja dari fotokatalis TiO_2 dengan berbagai kadar penambahan logam Ni dalam kemampuannya mendekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen. Selama proses dekomposisi air digunakan penambahan gliserol sebagai katalis untuk proses dekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen. Setiap uji kinerja fotokatalis diperlukan katalis sebanyak 0,25 gram

dengan campuran aquademin 250mL dan gliserol 20%v. Penggunaan gliserol 20% ini mengacu pada penelitian Slamet (2011). Slamet (2011) melakukan uji kinerja fotokatalis dengan variasi gliserol. Gliserol dengan konsentrasi tertinggi yaitu 20% memiliki kinerja yang tertinggi dalam mendekomposisikan air menjadi hidrogen dan oksigen serta waktu pengujian selama 3 jam.



Gambar 4.12. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Ni/TiO₂ pada berbagai kadar dopan

Pengujian fotokatalis untuk dekomposisi air menjadi hidrogen dengan bantuan gliserol dengan berbagai kadar logam Ni yang didopankan ke kisi-kisi titanium (IV) oksida. Proses dekomposisi fotokatalis memberikan hasil yang optimum pada dopan Ni(1%)-TiO₂ yaitu menghasilkan gas hasil dekomposisi air sebesar 5,7 mL.



Gambar 4.13. Pengaruh % dopan Ni terhadap kinerja TiO₂ dalam proses dekomposisi air dengan bantuan UV 254 nm

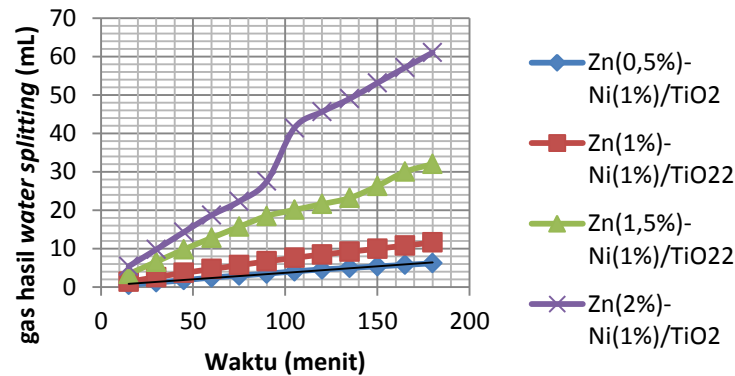
Dari Tabel 4.8 terlihat bahwa band gap dari fotokatalis Ni(1%)-TiO₂ mengalami penurunan dibandingkan dengan TiO₂ hasil sintesis yang besarnya

3,24 eV, apalagi dibandingkan dengan TiO_2 hasil sintesis sebesar 3,42 eV. Penurunan band gap dari Ni(1%)/ TiO_2 menyebabkan fotokatalis ini dapat bekerja pada sinar tampak.

Menurut Jinlong (2010) dalam Afrozi (2010) dopan logam M mempunyai dosis optimal jika M didopan pada titanium (IV) oksida dibawah dosis optimalnya, ion yang didopankan tersebut berfungsi sebagai pusat separasi elektron-hole sehingga meningkatkan kinerja fotokatalitik dari titanium. Jika logam yang didopan melebihi jumlah dosis optimalnya, maka ion dopan tersebut menjadi pusat rekombinan sehingga sangat merugikan dari segi fotokatalitik. Disimpulkan dari penelitian ini diperoleh bahwa dosis yang optimum berada pada doping Ni 1%. Hal ini berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh Afrozi (2010) yang mendapatkan konsentrasi dopan Ni yang paling optimal adalah 5%, namun katalis yang digunakan oleh Afrozi (2010) menggunakan dopan Nitrogen untuk meningkatkan fotokatalitik dari titanium (IV) oksida. hasil uji aktifitas fotokatalis dari dopan Ni dibandingkan dengan dopan Zn dan gabungan Zn-Ni menunjukkan aktifitas yang terendah. Hal ini dikarenakan Ni memiliki sifat *trapper* elektron yang jelek, sehingga aktifitas fotokatalitiknya lebih rendah daripada dopan Zn dan Zn-Ni.

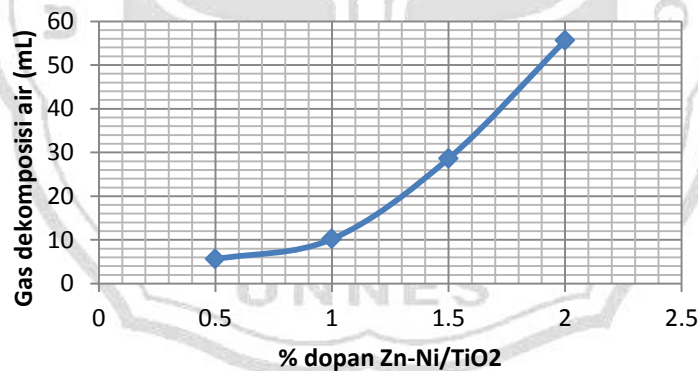
4.2.4.3. Pengaruh kadar penambahan Zn-Ni/ TiO_2 terhadap kinerja katalis

Pengaruh penambahan logam Zn dan Ni dalam titanium (IV) oksida dilakukan dengan membandingkan kinerja dari fotokatalis TiO_2 dengan berbagai kadar penambahan logam Zn dan Ni dalam kemampuannya mendekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen. Selama proses dekomposisi digunakan penambahan gliserol sebagai katalis untuk proses dekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen. Setiap uji kinerja fotokatalis diperlukan katalis sebanyak 0,25 gram dengan campuran aquademin 250 mL dan gliserol 20%v. Penggunaan gliserol 20% ini mengacu pada penelitian Slamet (2011). Slamet (2011) melakukan uji kinerja fotokatalis dengan variasi gliserol. Gliserol dengan konsentrasi tertinggi yaitu 20% memiliki kinerja yang tertinggi dalam mendekomposisikan air menjadi hidrogen dan oksigen serta waktu pengujian selama 3 jam.



Gambar 4.14. Volume gas hasil dekomposisi air oleh fotokatalis Zn-Ni/TiO₂ pada berbagai kadar dopan

Pengujian aktifitas fotokatalitik dari titanium (IV) oksida disajikan pada Tabel diatas. Pengujian ini dimaksudkan untuk menguji aktifitas fotokatalis M-TiO₂ dibawah sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Didapatkan aktifitas fotokatalis tertinggi didapatkan pada Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ dengan gas hasil dekomposisi air sebesar 55.6 mL.



Gambar 4.15. Pengaruh % dopan Zn-Ni terhadap kinerja TiO₂ dalam proses dekomposisi air dan gliserol 20% dengan bantuan UV 254 nm

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa logam Zn dan Ni terdopan dan masuk ke kisi-kisi kristal TiO₂. Terdapat empat peak lemah dimana 3 peak menunjukkan keberadaan logam Zn dan 1 peak menunjukkan keberadaan logam Ni. Terdopannya logam Zn dan Ni ke dalam kisi-kisi kristal TiO₂ menyebabkan aktifitas fotokatalitik paling besar dimiliki oleh Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ dibandingkan dopan Zn 0,5%, 1%, dan 1,5% dengan dopan Ni tetap

yaitu 1%. Aktifitas fotokatalis yang tertinggi didapatkan pada fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂. Hal ini disebabkan fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ pada proses dekomposisi air dengan bantuan gliserol merupakan hasil gabungan dari dopan Zn dan Ni. Menurut Afrozi (2010) apabila terdapat dua dopan maka aktifitas fotokatalisnya merupakan gabungan dari dua dopan tersebut. Hal ini sesuai dengan yang dilakukan pada uji aktifitas fotokatalis Zn/TiO₂, Ni/TiO₂, dan Zn-Ni/TiO₂. Hasil uji menunjukkan bahwa dopan Zn-Ni/TiO₂ memiliki aktifitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan hanya satu dopan.

4.2.5. Uji Hidrogen

Uji hidrogen dilakukan dengan uji kualitatif yaitu dengan menggunakan nyala api. Nyala api akan menjadi besar dan bunyi meletup jika dikenai api. Adanya gas hidrogen juga diamati dengan melihat tinggi rendahnya api sebelum dibuka maupun pada saat kran buret dibuka. Tetapi pada penelitian ini letupan nyala api tidak terdengar. Hal ini disebabkan terlalu kecilnya konsentrasi gas hidrogen yang dihasilkan dari dekomposisi air.



Gambar 4.16. Uji hidrogen secara kualitatif dengan menggunakan nyala api (A) Sebelum kran dibuka, (B) setelah kran dibuka

4.2.6. Uji Gliserol

Uji gliserol dilakukan untuk mengetahui penurunan massa jenis dari gliserol sebelum dan sesudah dilakukannya fotokatalitik. Gliserol digunakan pada reaksi fotokatalitik sebagai donor elektron. Hal ini disebabkan reaksi antara fotokatalitik M-TiO₂ dengan air tidak dapat terjadi karena terjadi rekombinan di permukaan fotokatalis antara elektron dan *hole*. Keberadaan *sacrificial agent* ini sangat membantu dalam proses dekomposisi air menjadi hidrogen. Peranan gliserol dalam fotokatalitik ada dua sisi. Satu sisi sebagai reaktan yang akan bereaksi membentuk hidrogen dan karbon dioksida. Sisi yang kedua bertindak sebagai

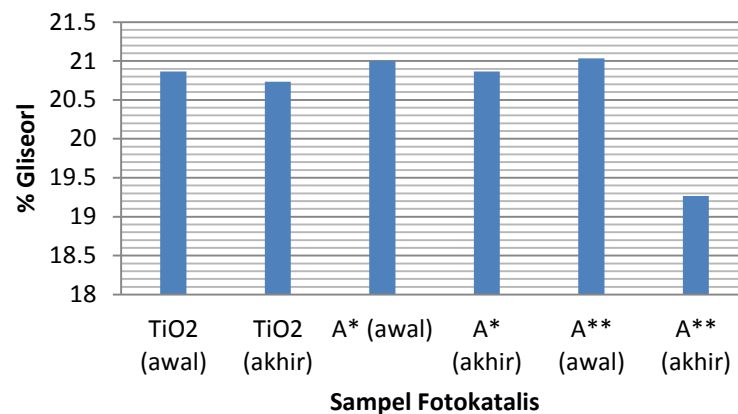
sacrificial agent. Hasil perhitungan massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air ditunjukkan pada Tabel 4.16 dibawah ini.

Tabel 4.16. Hasil penentuan massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air

Fotokatalis	Keadaan	M ₁ (gram)	M ₂ (gram)	M _{rata-rata} (gram)	M(gram)	ρ (g/mL)
TiO ₂	Awal	47,5250	47,5240	47,5245	26,7143	1,0686
	Akhir	47,5177	47,5165	47,5171	26,706	1,0682
A [*]	Awal	47,5380	47,5375	47,5378	26,7267	1,0690
	Akhir	47,5275	47,5233	47,5254	26,7143	1,0686
A ^{**}	Awal	47,5395	47,5390	47,5393	26,7282	1,0691
	Akhir	47,4069	47,4059	47,4064	26,5953	1,0638
Piknometer + air demin		46,0360	46,0355	46,0358	25,2247	1,0089
Piknometer + gliserol 99,5%		47,8067	47,8066	47,8067	26,9956	1,0798
Piknometer kosong		20,8111	20,8110	20,8111	0	0

Ket: A^{*} adalah Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂ dan A^{**} adalah Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

Berdasarkan Gambar 4.3 didapatkan persamaan linier untuk menghitung konsentrasi gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air. Massa jenis gliserol sebelum dan sesudah reaksi dekomposisi air yang disajikan pada Tabel 4.16 disubstitusikan ke persamaan linear dari Gambar 4.3 untuk mendapatkan konsentrasi gliserol sebelum dan sesudah reaksi dekomposisi. Pada Gambar 4.16 ditunjukkan grafik perubahan konsentrasi sebelum dan sesudah reaksi dekomposisi.



Gambar 4.17. Grafik konsentrasi gliserol sebelum dan sesudah proses dekomposisi air. Keterangan A* = Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂ dan A** = Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

Grafik 4.16 menunjukkan massa jenis gliserol berkurang setelah proses dekomposisi. Berkurangnya massa jenis dari gliserol merupakan indikasi bahwa gliserol bereaksi menjadi gas hidrogen selama proses reaksi. Hal ini sesuai berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Afrozi (2010). Semakin banyak jumlah molekul gliserol dalam campuran, maka hidrogen yang terproduksi juga semakin bertambah banyak. Hal ini dikarenakan di dalam campuran reaktan semakin banyak jumlah molekul gliserol yang dapat digunakan untuk bereaksi dengan air secara fotokatalitik. Selain itu, dilihat dari segi *sacrificial agent*, semakin banyak konsentrasi gliserol, maka akan menambah jumlah elektron donor yang dapat dioksidasi oleh *hole*. Pada fotokatalis Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ terjadi penurunan massa jenis gliserol yang drastis. Hal ini menandakan bahwa gliserol sebagai *sacrificial agent* dan juga sebagai elektron donor berfungsi dengan baik.

4.2.7. Hubungan antara Band Gap dengan Kinerja dari Fotokatalis M-TiO₂

Titanium (IV) oksida merupakan salah satu semikonduktor yang paling banyak digunakan sebagai fotokatalis. Titanium (IV) dioksida mempunyai energi gap yang lebar, berkisar antara 3,2 eV-3,8 eV. Lebarnya energi gap ini sangat merugikan dari segi aktifitasnya, karena jarak antara VB dan CB yang terlalu

besar sehingga loncatan elektron tidak terjadi. Lebarnya band gap ini diatasi dengan dopan logam seperti Zn dan Ni.

Berdasarkan pada Tabel 4.8, band gap dari TiO₂ sekitar 3,42 eV dan setelah di dopan dengan logam seperti Zn dan Ni, band gapnya mengalami penurunan.

Tabel 4.17 Hubungan antara band gap dengan kinerja fotokatalis

Sample	Band Gap (eV)	Gas Dekomposisi (mL)
TiO ₂	3,42	1,9
Ni(1%)/TiO ₂	3,08	5,7
Zn(2%)/TiO ₂	3,24	20,8
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	2,93	55,6

Hubungan antara uji band gap dengan kinerja fotokatalis dapat dilihat pada Tabel 4.16. Berdasarkan data diatas penambahan logam pada kisi-kisi kristal titanium (IV) oksida berhasil menurunkan band gap dari TiO₂. Hasil uji aktifitas juga menunjukkan peningkatan daripada TiO₂ dengan tidak disertai dopan logam. Hasil uji kinerja fotokatalis pada Tabel 4.17 menunjukkan bahwa TiO₂ dengan adanya dopan logam Ni (1%), Zn (2%), dan Zn(2%)-Ni(1%) mampu menghasilkan gas dengan bantuan gliserol sebagai *sacrificial agent* sebesar 3, 11, dan 28 kali dibandingkan tanpa logam. Hal ini menunjukkan bahwa band gap berpengaruh besar terhadap aktifitas fotokatalitik.

4.2.8. Hubungan antara kristalinitas dengan kinerja dari Fotokatalis M-TiO₂

Titanium (IV) oksida merupakan semikonduktor yang penting dan banyak digunakan untuk berbagai aplikasi, salah satunya adalah fotokatalis. Titanium (IV) oksida memiliki tiga bentuk kristal, yaitu brokit, rutil, dan anatase. Menurut Gyorgy *et al* (2005), fase anatase dan rutil sering ditemukan pada nano-TiO₂, yang mana aktifitas fotokatalisnya paling tinggi dan stabil secara termodinamika. Penambahan dopan seperti Zn dan Ni mempengaruhi ukuran kristal dari titanium (IV) oksida dengan menempati kisi-kisi dari struiktur oktahedral nano-TiO₂ untuk memodifikasi sifat kimia fisiknya.

Doping logam Zn dan Ni mampu menurunkan kristal titanium (IV) oksida. Tingginya fraksi anatase juga menjadi indikasi meningkatnya kristalinitas dari

titanium (IV) oksida. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Spurr-Myers fraksi anatase rutil dapat dilihat pada Tabel 4.18. Sebelum didopan dengan logam Zn dan Ni, TiO₂ memiliki fraksi kristal anatase 0,97, tetapi untuk fotokatalis Zn(2%)/TiO₂, Ni(1%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ memiliki fraksi anatase sebesar 0,96; 1,00; dan 1,00 lebih tinggi dari fraksi anatase dari TiO₂. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Tan (2011) bahwa penambahan dopan Ni dan Zn mampu mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO₂ seperti naiknya kristalinitas (ditandai tingginya fraksi dari anatase), luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil.

Berdasarkan data XRD, FWHM dari TiO₂ sebesar 0,0093 rad pada kalsinasi 500 °C hal ini menjadi bukti kristalinitas dari TiO₂ meningkat. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yu *et al* (2003), pada kalsinasi 500°C, intensitas dari peak anatase (101) mengalami peningkatan, dan lebar dari peak anatase menjadi lebih sempit. Intensitas peak meningkat dan lebar dari peak menyempit menunjukkan kristalinitasnya meningkat. Sedangkan untuk fotokatalis Zn(2%)/TiO₂, Ni(1%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ memiliki FWHM sebesar 0,014 rad, 0,013 rad, dan 0,011 rad. Bertambahnya FWHM dari TiO₂ yang telah didopan dengan logam Zn dan Ni membuktikan logam seperti Zn dan Ni telah terdopan dalam kisi TiO₂.

Kim *et al* (2007) juga mempelajari pengaruh ukuran kristal terhadap kinerja fotokatalis. Hasil penelitiannya memberikan hasil bahwa ukuran kristal yang kecil mampu meningkatkan kemampuan redoksnya. Menurut Tan *et al* (2011) aktifitas fotokatalis tertinggi dipengaruhi oleh luasnya permukaan dari fotokatalis, tingginya presentasi dari fraksi anatase, dan kristalinitasnya yang kecil. Perbandingan antara kristalinitas dengan kinerja fotokatalis ditampilkan dalam Tabel 4.18.

Tabel 4.18. Hubungan kristalinitas dan Gas hasil dekomposisi H₂O

Fotokatalis	Ukuran partikel (nm)	Fraksi Kristal		Gas Dekomposisi H ₂ O (ml)
		Rutil	Anatase	
TiO ₂	26,7	0,07	0,93	1,9
Ni(1%)/TiO ₂	21,8	0,00	1,00	5,7
Zn(2%)/TiO ₂	16,10	0,04	0,96	20,8
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	18,8	0,00	1,00	55,6

Berdasarkan Tabel 4.18 semakin kecil ukuran partikel dari M-TiO₂ dan semakin tinggi fraksi anatasanya maka jumlah gas hasil dekomposisi air dengan bantuan gliserol semakin naik aktifitasnya. Dari Tabel 4.18 dapat diketahui bahwa fotokatalis Ni(1%)/TiO₂ mempunyai ukuran partikel 21,8 nm menghasilkan gas sekitar 3 kali lebih banyak dari pada gas yang ditimbulkan dari TiO₂ tanpa doping logam. Sedangkan gas yang dihasilkan oleh Zn (2%) dan Zn(2%)-Ni(1%) sekitar 11 dan 28 kali lebih daripada TiO₂. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Devi, *et al* (2006), Kim *et al* (2007), dan Tan *et al* (2011). Jadi, semakin kecil ukuran partikel dan tingginya fraksi dari anatase maka aktifitas fotokatalisnya semakin tinggi dibandingkan dengan yang tidak menggunakan dopan logam.

4.2.9. Hubungan antara kristalinitas dengan Band Gap M-TiO₂

Berdasarkan data hasil DR UV dan data difraktogram XRD didapatkan energi gap dari M-TiO₂ dan ukuran partikel dari M-TiO₂ seperti ditampilkan pada Tabel 4.19.

Tabel 4.19. Hubungan antara kristalinitas dengan band gap dari M-TiO₂

Fotokatalis	Ukuran Partikel (nm)	Band Gap (eV)
TiO ₂	26,7	3,42
Ni(1%)/TiO ₂	21,8	3,08
Zn(2%)/TiO ₂	16,10	3,24
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	18,8	2,93

Doping logam seperti Zn dan Ni selain memperkecil energi gap dari TiO₂ juga memperkecil ukuran partikel dari fotokatalis TiO₂. Turunnya energi gap dari 3,42

menjadi 3,08 eV, 3,24 eV, dan 2,93 eV sesuai dengan turunnya ukuran partikel dari TiO₂ dari 26,7 nm menjadi 21,8 nm, 16,10, dan 18,8 nm merupakan bukti kalau semakin kecil ukuran partikel, band gap dari TiO₂ juga mengalami penurunan. Logam Ni pada difraktogram XRD untuk fotokatalis Ni(1%)/TiO₂ muncul pada $2\theta=37,5^\circ$. Masuknya logam Ni mempengaruhi kristalinitas dan energi gap dari Ni/TiO₂ yang semula sebesar 26,7 nm dan 3,42 eV menjadi 21,8 nm dan 3,02 eV. Logam Zn pada difraktogram XRD untuk fotokatalis Zn(2%)/TiO₂ muncul pada 2θ 37,9° dan 54,9° walaupun intensitasnya lemah, tetapi mampu menurunkan ukuran kristal dan energi gap yang semula sebesar 26,7 nm dan 3,42 eV menjadi 16,10 nm dan 3,24 eV. Logam Zn dan Ni pada difraktogram Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂ muncul 4 peak yang menunjukkan 3 peak dari Zn ($2\theta= 34,1^\circ$; $67,8^\circ$; dan $54,9^\circ$) dan 1 peak dari Ni ($2\theta= 44^\circ$). Adanya 3 peak Zn dan 1 peak dari Ni mampu menurunkan ukuran partikel dan energi gap dari TiO₂ yang semula berukuran 26,7 nm dan 3,42 eV menjadi 18,8 nm dan 2,93 eV. Peak-peak dari Zn dan Ni yang muncul pada difraktogram XRD berada pada daerah disekitar peak yang menunjukkan logam Zn dan Ni terdistribusi ke kisi-kisi anatase. Menurut Nagaveni *et al* (2004) struktur anatase dari titanium (IV) oksida memiliki aktifitas yang tertinggi. Hal ini sesuai dengan difraktogram dari M-TiO₂ yang menunjukkan bahwa M-TiO₂ mempunyai bentuk anatase, peak yang menunjukkan bentuk anatase adalah pada 2θ 25,3°, 37,9°, 48,1°, 54°, 54,9°, 62,6°, 69,05°, 70,1°, 75,2°, dan 82,7° yang merupakan difraksi dari bidang (101), (004), (200), (105), (211), dan (204) (Nguyen, 2011).

Menurut Tan (2011) bahwa penambahan dopan Ni dan Zn mampu mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO₂ seperti naiknya kristalinitas (ditandai tingginya fraksi dari anatase), luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil. Berdasarkan data dari XRD dan DR UV tersebut menunjukkan tidak ada hubungannya antara kristalinitas dengan band gap, tetapi hubungan antara dopan Zn dan Ni yang mempengaruhi ukuran kristal dan band gap.

BAB 5

SIMPULAN DAN SARAN

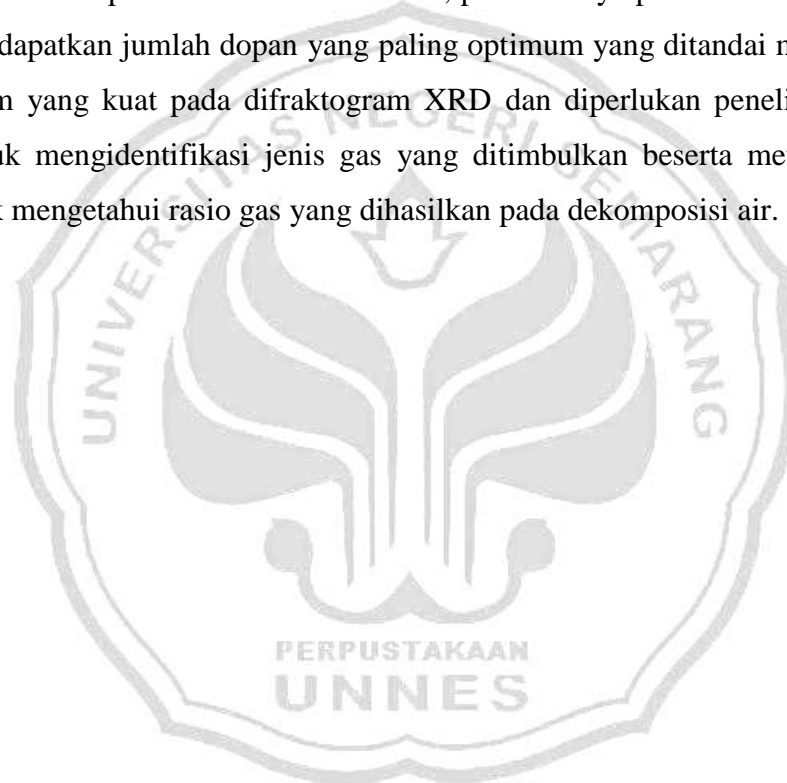
5.1. Simpulan

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

1. Besarnya band gap dipengaruhi oleh dopan Zn dan Ni pada permukaan TiO₂.
Ditandai dengan turunnya band gap setelah TiO₂ didopan dengan logam Zn dan Ni.
2. Tingginya kristalinitas dipengaruhi oleh doping Zn dan Ni pada permukaan TiO₂ ditandai dengan bertambah sempitnya lebar peak anatase dari fotokatalis Zn(2%)/TiO₂, Ni(1%)/TiO₂, dan Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂.
3. Aktifitas fotokatalitik dari TiO₂ meningkat setelah didopan dengan Zn dan Ni. Karena logam Zn dan Ni mampu meningkatkan aktifitas fotokatalitik dengan meningkatkan kristalinitas TiO₂ serta menurunkan band gap dari TiO₂.

5.2. Saran

Sintesis fotokatalis TiO_2 , Zn/TiO_2 , Ni/TiO_2 , dan Zn-Ni/TiO_2 terhadap telah berhasil dilakukan dengan metode sol gel. proses pendopanan logam dalam penelitian ini masih mengalami kendala, yakni jumlah logam yang terdopan dalam kisi-kisi TiO_2 masih menunjukkan peak yang lemah yang mengindikasikan logam yang terdopan masih sedikit dan kendala yang kedua teknik yang diperlukan dalam mengidentifikasi dan menganalisis rasio gas yang dihasilkan pada proses dekomposisi air. Oleh karena itu, perlu adanya penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan jumlah dopan yang paling optimum yang ditandai munculnya peak logam yang kuat pada difraktogram XRD dan diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mengidentifikasi jenis gas yang ditimbulkan beserta metode yang tepat untuk mengetahui rasio gas yang dihasilkan pada dekomposisi air.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Y. Virgus, Nirmin, & Khairurrijal. 2010, Sintesis Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1 No.2: 33-57
- Afrozi, A.S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Tesis*. Universitas Indonesia.
- Astuti, Z.H. 2007. Kebergantungan Ukuran Nanopartikel Terhadap Warna yang Dipancarkan pada Proses Deeksitasi (Tugas Divais Fotonim). Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- Ba-Abbad, M.M., A.A.H Kadhum, A.B. Mohamad, M.S. Takriff, & K. Sopian. 2012. Synthesis and Catalytic Activity of TiO₂ Nanoparticles for Photochemical Oxidation of Concentrated Chlorophenols Under Direct Solar Radiation. *International Journal Electrochem Sci*. 7(1): 4871-4888.
- Baur, V.W.H. 1961. Atomabstände und bindungswinkel im brookit, TiO₂. *Acta Crystallogr*. 14(1): 56-67.
- Begum, N.S., H.M.F. Ahmed, & K.R. Gunashekar. 2008. Effects of Ni doping on photocatalytic activity of TiO₂ thin films prepared by liquid phase deposition technique. *Bull. Mater. Sci*. 31(5): 747-751.
- Carp, O., C.L. Huisman, & A. Reller. 2004. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Prog in Solid State Chem*. 32(1): 33-177.
- Chen, X., & Mao S.S. 2007. Titanium dioxide nanomaterials: Synthesis, properties, modifications, and applications. *Chem Rev*. 107(7): 2891-2959.
- Cherepy, N.J., G.P. Smestad, M. Gratzel, & J.Z. Zhang. 1997. Ultrafast Electron Injection: Implication For a Photoelectrochemical Cell Utilizing an Antocyanin Dye-Sensitized TiO₂ Nanocrystalline Electrode. *J. Phys. Chem B*. 101(1): 9342-9351.
- Chiarello, G.L., E. Selli, & L. Forni. 2008. Photocatalytic Hydrogen Production Over Flame Spray Pyrolysis-synthesised TiO₂ and Au/TiO₂, *Applied Catalysis B: Environmental*. 84(5): 332-339.
- Choi, Jina. 2010. Development of visible-light-active Photocatalyst for hydrogen production and Environmental application. *Thesis*. California Institute of Technology. California.
- Choi, W., A. Termin, & M. R. Hoffmann. 1994. The Role of Metal Ion Dopants in Quantum-Sized TiO₂: Correlation between Photoreactivity and Charge Carrier Recombination Dynamics. *J. Phys. Chem*. 98(1): 13669-13679.

- Cromer, D.T & K. Herrington. 1955. The structures of anatase and rutile. *J Am Chem Soc.* 77(4): 4708-4709.
- Devi, L. G., B. N. Murthy, & S. G. Kumar. 2010. Photocatalytic activity of TiO₂ doped with Zn²⁺ and V⁵⁺ transition metal ions: influence of crystallite size and dopant electronic configuration on photocatalytic activity. *Materials Science and Engineering B.* 166(1):1-6.
- Diebold, U. 2003. The surface science of titanium dioxide. *Sur Sci Rep.* 48(4): 53-229.
- Di Paola, A., M. Bellardita, & L. Palmisano. 2013. Brookite, the Last Known TiO₂ Photocatalyst. *Catalysts.* 3(1): 36-73.
- El-Bahy, Z.M., A.A. Ismail, & R.M. Mohamed. 2008. Enhancement of Titania by Doping Rare Earth for Photodegradation of Organic Dye (Direct Blue). *Journal of Hazardous Materials.* 11(1): 138-143.
- Emsley, J. 2001. Titanium. Nature's Building Blocks: An A-Z Guide to the Element. Oxford, England, UK: Oxford University Press ISBN 0-19-850340-7
- Fujishima, A., K. Hashimoto & T. Watanabe, 1999. TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications (BKC Inc, Tokyo).
- Gyorgy, E., G. Socol, E. Axente, I. N. Mihailescu, C. Ducu, & S. Ciuca. 2005. Anatase phase TiO₂ thin films obtained by pulsed laser deposition for gas sensing applications. *Applied Surface Science.* 247(9): 429-433.
- Hashimoto, K., H. Irie, & A. Fujishima. 2005. TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview dan Future Prospects. *Jpn. J. Appl. Phys.* 44(5):8269-8285.
- Hermawan, P., H.D. Pranowo, & K. Indriana 2011. Physical Characterization of Ni (II) Doped TiO₂ Nanocrystal by Sol-Gel Process. *Indo. J. Chem.* 11(2): 135-139
- Heung, L., 2000. Separation Using Encapsulated Metal Hydride. Westinghouse Savannah River Company Aiken, SC 29808.
- Hidalgo L., M. Aguilar, M. Maicu, J.A. Navio, & G. Colon. 2007. Hydrothermal preparation of highly photoactive TiO₂ nanoparticles. *Catal Today.* 129(5): 50-58.
- Hossain, F.M., L. Sheppard, J. Nowotny, & G.E. Murch. 2008. Optical properties of anatase and rutile titanium dioxide: Ab initio calculations for pure and anion-doped material. *J Phys Chem Solids.* 69(6): 1820-1828.

- Kim, D. S., S. J. Han, & S.Y. Kwak. 2007. Synthesis and photocatalytic activity of mesoporous TiO₂ with the surface area, crystallite size, and pore size. *Journal of Colloid and Interface Science*. 316(1): 85-91.
- Kudo, A., 2007. Photocatalysis and solar Hydrogen Production. *Pure Appl. Chem*. 79(11): 1917-1927.
- Kurniawan, C., 2009. Pengenalan Analisis Kristal: XRD dan SEM. Semarang: Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang
- Kondarides, D. I., V. M. Daskalaki, A. Patsoura, & X.E. Verykios. 2008. *Catal. Lett.* 122(5): 26-32.
- Licciulli, A., & Lisi D. 2002. Self-Cleaning Glass. Universita Degli Studio Di Lecce
- Liang, H.C., X.Z. Li, & J. Nowotny. 2007. Photocatalytical Properties of TiO₂ Nanotubes. Hong Kong Polytechnic University and University of Western Sydney.
- Liao, C.H., C.W. Huang, & J.C.S. Wu. 2012. Hydrogen Production from Semiconductor based Photocatalysis via Water Splitting. *Catalysis*. 2(1):490-516.
- Linsebigler A L, Lu G, & J.T. Yates. 1995. Photocatalysis on TiO₂ surfaces: Principles, mechanisms, and selected results. *Chem Rev*. vol 95, no 3: 735-758.
- Luo, N., Z. Jiang, H. Shi, F. Cao, T. Xiao, & P.P. Edwards. 2009. Photo-catalytic conversion of oxygenated hydrocarbons to hydrogen over heteroatom-doped TiO₂ catalysts. *J Catal*. 34(1):125-129.
- Maryanti, E. 2008. Studi Pengaruh Listrik Pada Pertumbuhan Kristal ZnO. Bandung: Jurusan Kimia ITB.
- Mo, S.D., & W.Y. Ching. 1995. Electronic and optical properties of three phases of titanium dioxide: Rutile, anatase and brookite. *Phys Rev B*. 51(19): 13023-13032.
- Muscat, J., V. Swamy, & N.M. Harrison. 2002. First-principles calculations of the phase stability of TiO₂. *Phy Rev B*. 65(22): 32-45.
- Nguyen, T.B., M.J. Hwang, & K.S. Ryu. 2011. Synthesis and High Photocatalytic Activity of Zn-doped TiO₂ Nanoparticles by Sol-gel and Ammonia-Evaporation Method. *Bull. Korean Chem. Soc*. 33(1): 243-247.

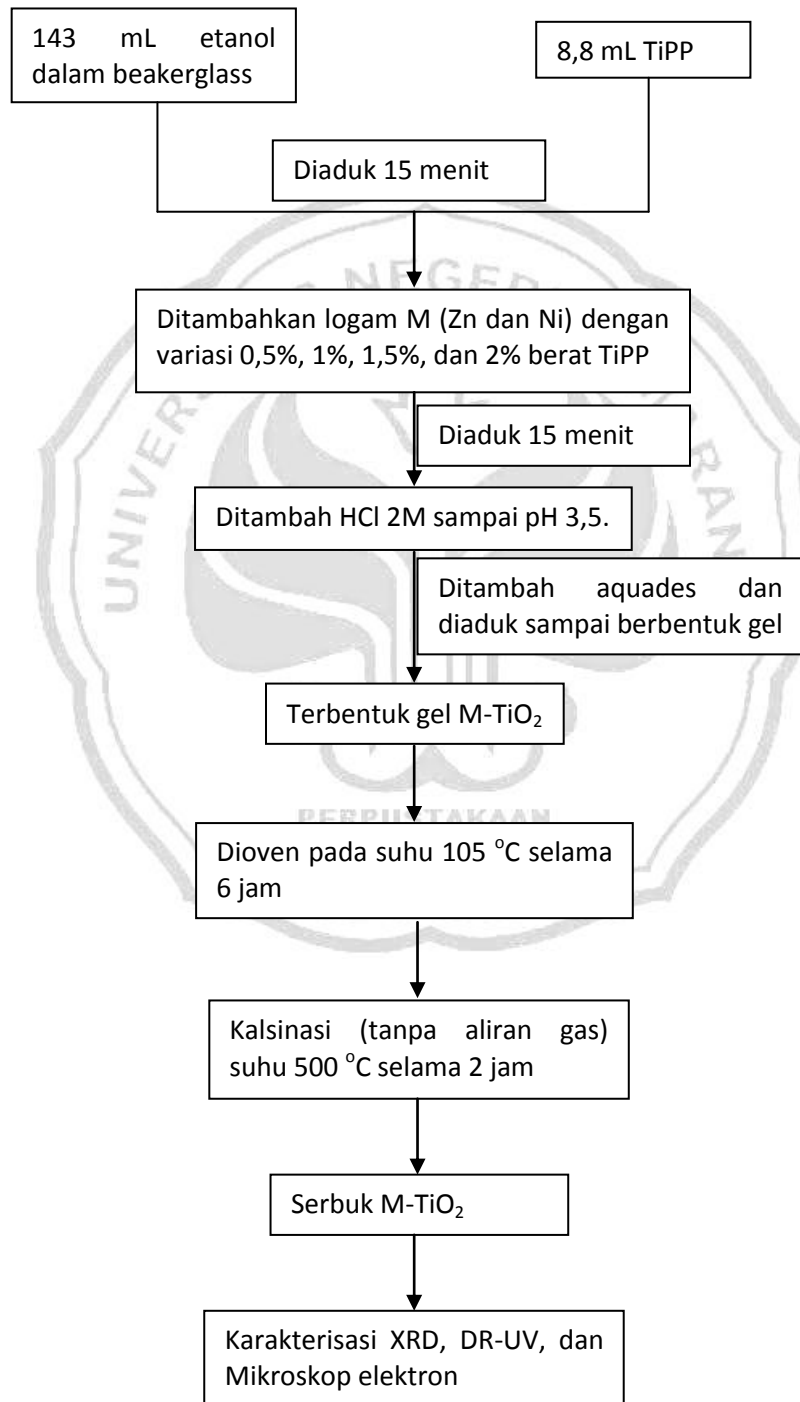
- Ni, M., M.K.H. Leung, D.Y.C. Leung, & K. Sumathy. 2007. A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO₂ for hydrogen production. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 11(3): 401-425.
- Niederberger, M., & N. Pinna. 2009. Oxide Synthesis as Cornerstone of Nanoscience. *Eur. J. Inorg. Chem.* 28(6): 825
- Quan, X., S.G. Yang, X.L.Ruan, & H.M. Zhao. 2005. *Environ. Sci. Technol.* 39(7): 3770-3775.
- Ramdhani, H.S. 2012. Pembuatan Sel Surya TiO₂ Tersensitisasi Dye Padat dengan Elektrolit Polimer. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor.
- Richardson, J.T. 1989. Principles of Catalyst Development. Plenum Press: New York
- Rilda, Y., S. Arief, A. Dharma, & A. Alif. 2010. Modifikasi dan Karakterisasi Titania (M-TiO₂) Dengan Doping Ion Logam Transisi Feni dan Cuni. *Jurnal Natur Indonesia*. 12(2): 178-185.
- Rilda, Y., A. Dharma, S. Arief, A. Alif, & B. Shaleh. 2010. Efek Doping Ni (II) Pada Aktifitas Fotokatalitik Dari TiO₂ Untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Makara, Sains*. 14(1): 7-14.
- Sagala, A.R.M.N., 2011. Meningkatkan Sifat Mekanis Tembaga Komersil Untuk Bahan Propeller Kapal Nelayan dengan Metode Accumulative Roll-Bonding. *Skripsi*. Universitas Sumatera Utara. Medan
- Sayilkan, F., M. Asilturk, H. Sayilkan, Y. Onal, M. Akarsu & E. Arpac. 2005. Characterization of TiO₂ Synthesized in Alcohol by a Sol-Gel process: The Effects of Annealing Temperature and Acid Catalyst. *Turk J. Chem.* 29(2): 697-706.
- Sclafani A, L. Palmisano, & M. Schiavello. 1990. Influence of the preparation methods of titanium dioxide on the photocatalytic degradation of phenol in aqueous dispersion. *J Phys Chem.* 94(4): 445-456.
- Sikong, L., & Damchan. 2008. Effect Of Doped SiO₂ And Calcination Temperature On Phase Transformation Of TiO₂ Photocatalyst Prepared By Sol-Gel Method. *Songklanakarin J.Sci, Technol.* 30(3): 385-391.
- Syukri. 2003. Development of a new synthetic process of metallic fine powders and films. *Disertation*, Gifu University: Japan
- Takashi, H., Y. sunagawa, S. Myagmarjav, K. Yamamoto, N. sato, & Muramatsu. 2003. Reductive Deposition of Ni-Zn Nanopartikel selectively on TiO₂ Fine Particles in the Liquid Phase. *Materials Transactions*. 44(11): 143-153.

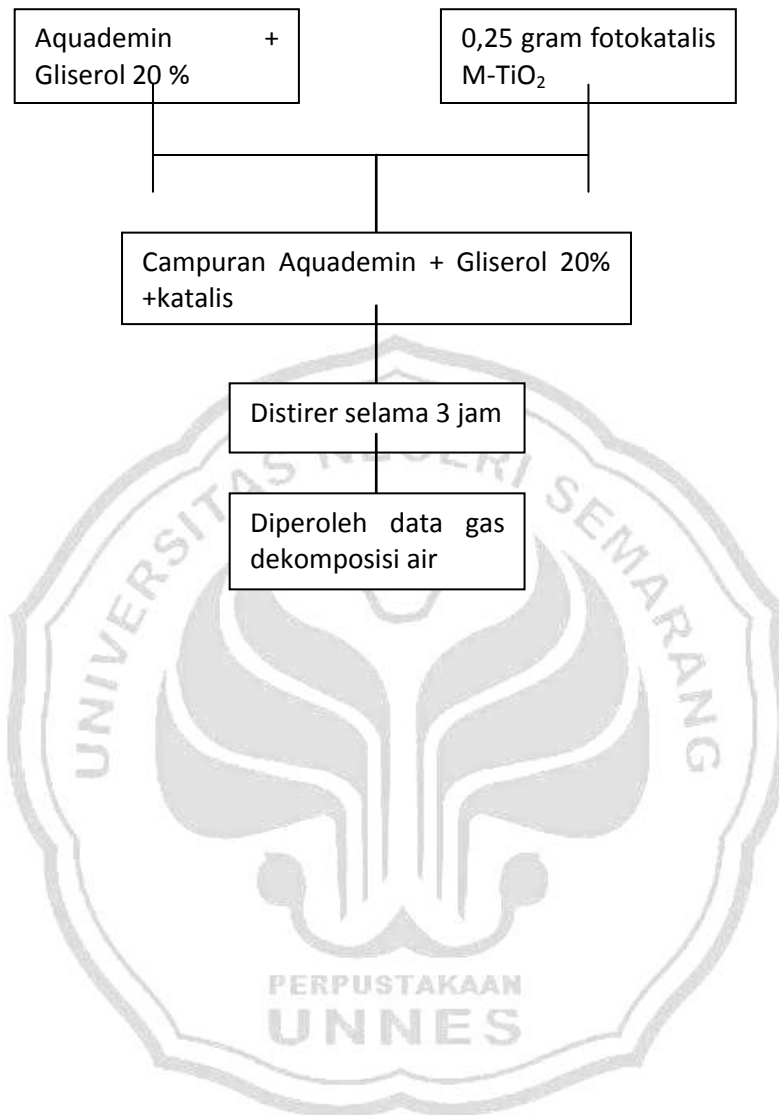
- Tan, Y.N., C.L. Wong, & A.R. Mohamed. 2011. An Overview on the Photocatalytic Activity of Nano-Doped-TiO₂ in the Degradation of Organic Pollutants. *ISRN Materials Science*. 2011(34), Article ID 261219
- Thompson, T.L., & Yates Jr J.T. 2006. Surface science studies of the photoactivation of TiO₂-New photochemical processes. *Chem Rev*. 106(10): 4428-4453.
- Valencia, S., J.M. Marin, & Gloria Restrepo. 2010. Study of The Band Gap of Synthesized Titanium Dioxide Nanoparticules Using The Sol Gel Methode and a Hydrothermal Treatment. *The Open Materials science Journal*. 4(1): 9-14.
- Vifta, R.L.,. 2012. Sintesis Lapis Tipis Berbasis Nanopartikel Titania Termodifikasi Silika Secara Sol Gel Sebagai Bahan Antifogging. *Skripsi*. Universitas Negeri Semarang
- Venkatachalam, N., M. Palanichamy & V. Murugesan.,2007.*J. Mol. Catal A*. 273(177): 354-365.
- Wang, X., M. Li, M. Wang, H. Wang, S. Li, S. Wang, & X. Ma. 2009. Thermodynamic Analysis of Glycerol Dry Reforming For Hydrogen and Synthesis Gas Production. *J. Fuel*. 88(11): 2148-2153.
- Xu, J.-C., M. Lu, X.Y. Guo, & H.L. Li. 2005. Zinc ions surfacedoped titanium dioxide nanotubes and its photocatalysis activity for degradation of methyl orange in water. *Journal of Molecular Catalysis A*. 226(1):123-127.
- Yu, J.G., H.G. Yu, B. Cheng, X.J. Zhao, J.C. Yu, & W.K. Ho. 2003. The Effect of Calcination Temperature on the Surface Microstructure and Photocatalytic Activity of TiO₂ Thin Films Prepared by Liquid Phase Deposition. *J.Phys. Chem. B*. 107(50): 13871-13879.
- Zhang, Q., L. Gao, & J. Guo. 2000. Effects of calcination on the photocatalytic properties of nanosized TiO₂ powders prepared by TiCl₄ hydrolysis. *Appl Catal B Environ*. 26(3): 207-215.

LAMPIRAN

1. Skema Kerja

1.1. Preparasi Fotokatalis Variasi kadar logam



1.2. Uji aktivitas fotokatalis M-TiO₂

2. Perhitungan Kadar Logam Zn dan Ni

Diketahui :

Mr TiPP : 284,22 gr/mol
 ρ : 0,967
 Massa TiPP : $\rho \times v$
 : $0,967 \times 8,8$
 : 8,5096 gr

2.1. Menghitung % kadar logam Zn yang diembankan (0,5%, 1%, 1,5%, dan 2%)

2.1.1. Menghitung % kadar logam Zn 0,5%

$$\frac{Zn}{TiPP + Zn} \times 100\% = 0,5\%$$

$$\frac{Zn}{8,5096 + Zn} \times 100\% = 0,5\%$$

$$100Zn = 4,2548 + 0,5Zn$$

$$99,5Zn = 4,2548$$

$$Zn = \frac{4,2548}{99,5}$$

$$Zn = 0,0428 \text{ gram}$$

$$Zn(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Zn)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Zn(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Zn)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0428 \times \frac{261,28}{65,38}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0428 \times 3,9963$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1710 \text{ gr}$$

2.1.2. Menghitung % kadar logam Zn 1%

$$\frac{Zn}{TiPP + Zn} \times 100\% = 1\%$$

$$\frac{Zn}{8,5096 + Zn} \times 100\% = 1\%$$

$$100Zn = 8,5096 + Zn$$

$$99Zn = 8,5096$$

$$Zn = 0,0860 \text{ gram}$$

$$Zn(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(\text{Zn})}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Zn(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(\text{Zn})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0860 \times \frac{261,28}{65,38}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0860 \times 3,9963$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,3437 \text{ gram}$$

2.1.3. Menghitung % kadar logam Zn 1,5 %

$$\frac{Zn}{TiPP + Zn} \times 100\% = 1,5\%$$

$$\frac{Zn}{8,5096 + Zn} \times 100\% = 1,5\%$$

$$100Zn = 12,7644 + 1,5Zn$$

$$98,5Zn = 12,7644$$

$$Zn = 0,1296 \text{ gram}$$

$$Zn(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(\text{Zn})}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Zn(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(\text{Zn})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1296 \times \frac{261,28}{65,38}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1296 \times 3,9963$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,5179 \text{ gr}$$

2.1.4. Menghitung % kadar logam Zn 2 %

$$\frac{Zn}{TiPP + Zn} \times 100\% = 2\%$$

$$\frac{Zn}{8,5096 + Zn} \times 100\% = 2\%$$

$$100Zn = 17,0192 + 2Zn$$

$$98Zn = 17,0192$$

$$Zn = 0,1737 \text{ gram}$$

$$Zn(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Zn)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Zn(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Zn)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1737 \times \frac{261,28}{65,38}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1737 \times 3,9963$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,6942 \text{ gr}$$

2.2. Menghitung % kadar logam Ni yang diembankan (0,5%, 1%, 1,5%, dan 2%)

2.2.1. Menghitung % kadar logam Ni 0,5 %

$$\frac{Ni}{TiPP + Ni} \times 100\% = 0,5\%$$

$$\frac{Ni}{8,5096 + Ni} \times 100\% = 0,5\%$$

$$100Ni = 4,2548 + 0,5Ni$$

$$99,5Ni = 4,2548$$

$$Ni = 0,0428 \text{ gram}$$

$$Ni(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Ni)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Ni(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Ni)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0428 \times \frac{290,57}{58,69}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0428 \times 4,9510$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,2119 \text{ gr}$$

2.2.2. Menghitung % kadar logam Ni 1 %

$$\frac{Ni}{TiPP + Ni} \times 100\% = 1\%$$

$$\frac{Ni}{8,5096 + Ni} \times 100\% = 1\%$$

$$100Ni = 8,5096 + Ni$$

$$99Ni = 8,5096$$

$$Ni = 0,0860 \text{ gram}$$

$$Ni(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Ni)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Ni(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Ni)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0860 \times \frac{290,57}{58,69}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,0860 \times 4,9510$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,4258 \text{ gr}$$

2.2.3. Menghitung % kadar logam Ni 1,5 %

$$\frac{Ni}{TiPP + Ni} \times 100\% = 1,5\%$$

$$\frac{Ni}{8,5096 + Ni} \times 100\% = 1,5\%$$

$$100Ni = 12,7644 + 1,5Ni$$

$$98,5Ni = 12,7644$$

$$Ni = 0,1296 \text{ gram}$$

$$Ni(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Ni)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Ni(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Ni)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1296 \times \frac{290,57}{58,69}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1296 \times 4,9509$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,6416 \text{ gr}$$

2.2.4. Menghitung % kadar logam Ni 2 %

$$\frac{Ni}{TiPP + Ni} \times 100\% = 2\%$$

$$\frac{Ni}{8,5096 + Ni} \times 100\% = 2\%$$

$$100Ni = 17,0192 + 2Ni$$

$$98Ni = 17,0192$$

$$Ni = 0,1737 \text{ gram}$$

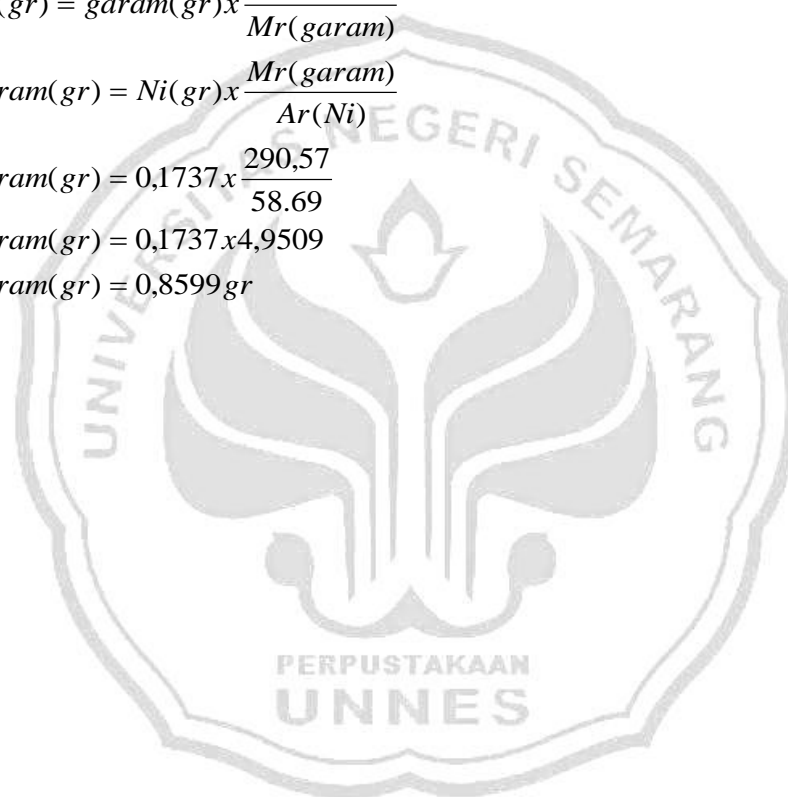
$$Ni(\text{gr}) = \text{garam}(\text{gr}) \times \frac{Ar(Ni)}{Mr(\text{garam})}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = Ni(\text{gr}) \times \frac{Mr(\text{garam})}{Ar(Ni)}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1737 \times \frac{290,57}{58,69}$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,1737 \times 4,9509$$

$$\text{garam}(\text{gr}) = 0,8599 \text{ gr}$$

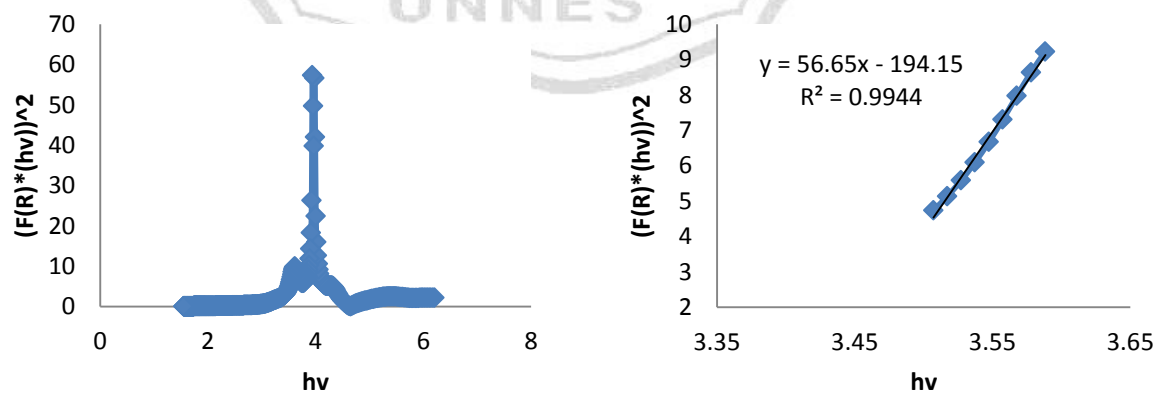


3. Hasil Karakterisasi DR-UV

Fotokatalis	Kadar Logam (%)	Band Gap
TiO ₂	-	3,42
	0,5	3,10
Ni/TiO ₂	1	3,08
	1,5	3,01
	2	3,22
	0,5	3,24
	1	3,13
Zn/TiO ₂	1,5	3,20
	2	3,24
	0,5	2,56
	1	2,82
	1,5	2,72
Zn-Ni/TiO ₂	2	2,93

3.1. Perhitungan Band gap

3.1.1. TiO₂



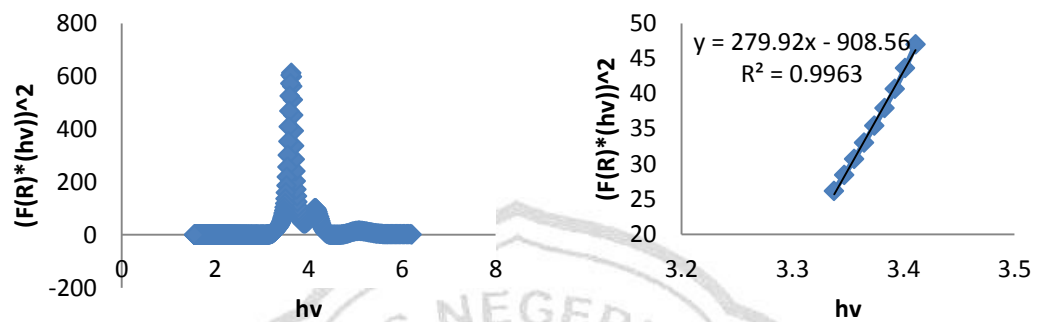
$$y = 56,65x - 194,1$$

$$0 = 56,65x - 194,1$$

$$194,1 = 56,65x$$

$x=3,42$ eV (e.g)

3.1.2. Zn(0,5%)/TiO₂



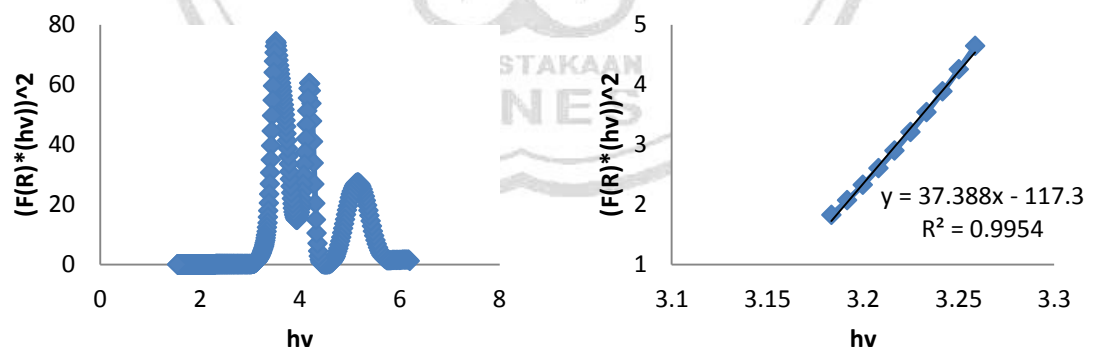
$$y = 279,9x - 908,5$$

$$0 = 279,9x - 908,5$$

$$908,5 = 279,9x$$

$$x = 3,25 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.3. Zn(1%)/TiO₂



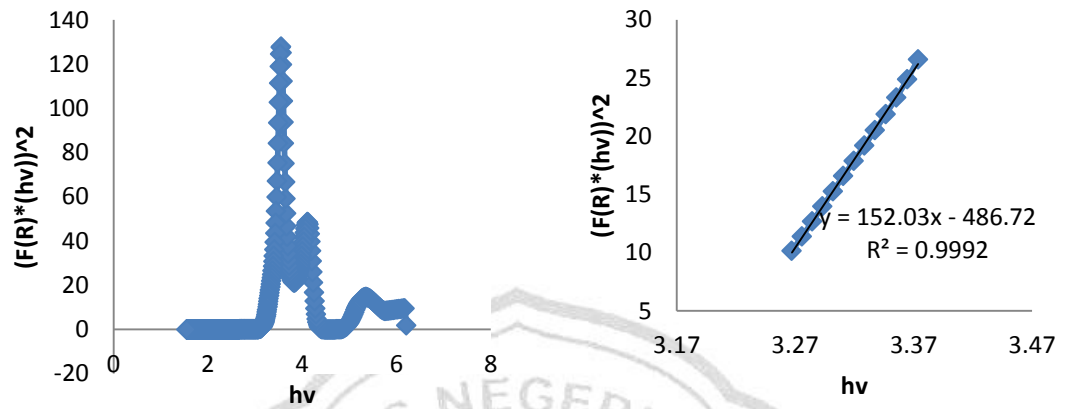
$$y = 37,38x - 117,3$$

$$0 = 37,38x - 117,3$$

$$117,3 = 37,38x$$

$$x = 3,13 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.4. Zn(1,5%)/TiO₂



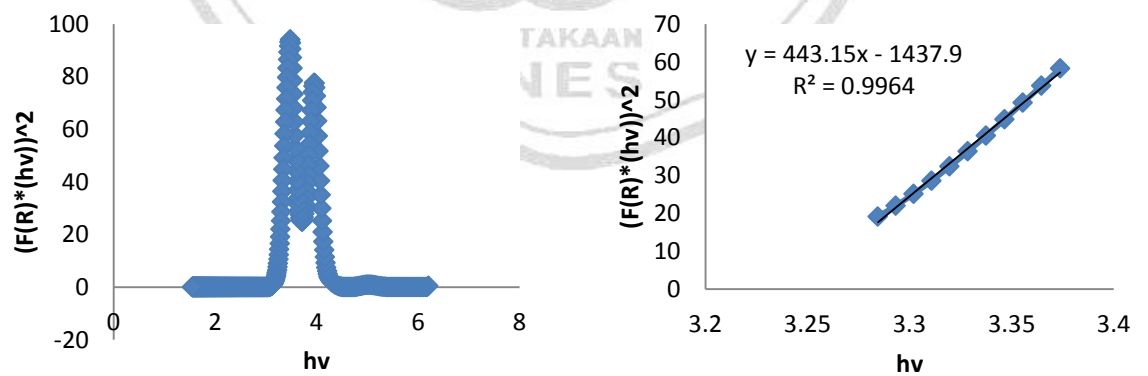
$$y = 152,0x - 486,7$$

$$0 = 152,0x - 486,7$$

$$486,7 = 152,0x$$

$$x = 3,20 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.5. Zn(2%)/TiO₂



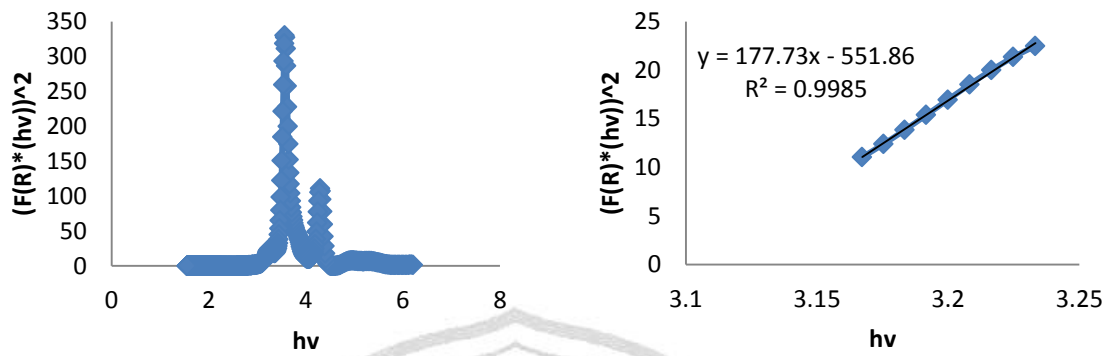
$$y = 443,1x - 1437$$

$$0 = 443,1x - 1437$$

$$443,1x = 1437$$

$$x = 3,24 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.6. Ni(0,5%)/TiO₂



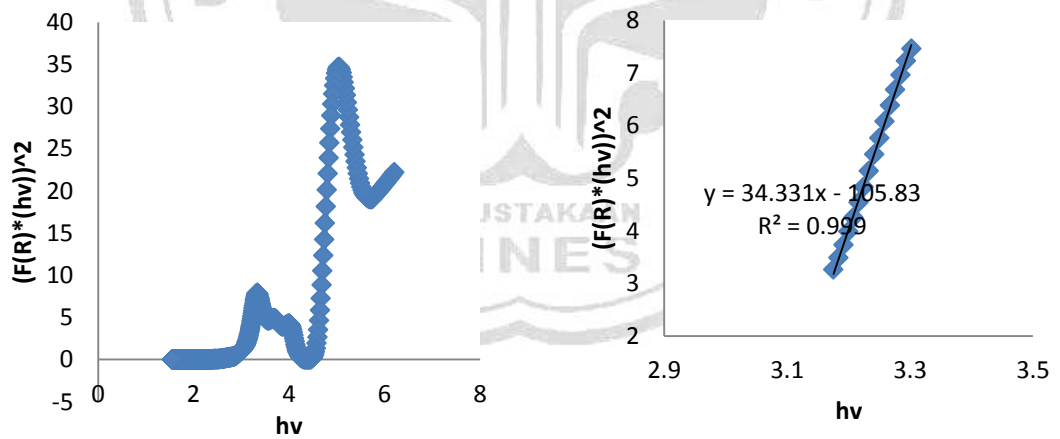
$$y = 177,7x - 551,8$$

$$0 = 177,7x - 551,8$$

$$551,8 = 177,7x$$

$$x = 3,11 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.7. Ni(1%)/TiO₂



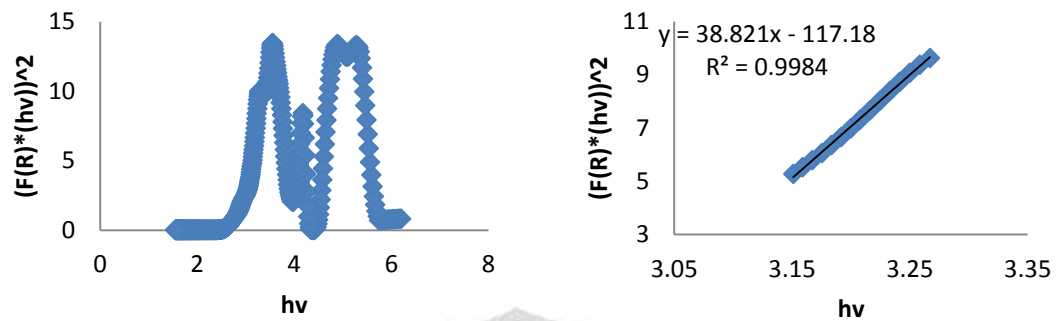
$$y = 34,33x - 105,8$$

$$0 = 34,33x - 105,8$$

$$34,33x = 105,8$$

$$x = 3,08 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.8. Ni(1,5%)/TiO₂



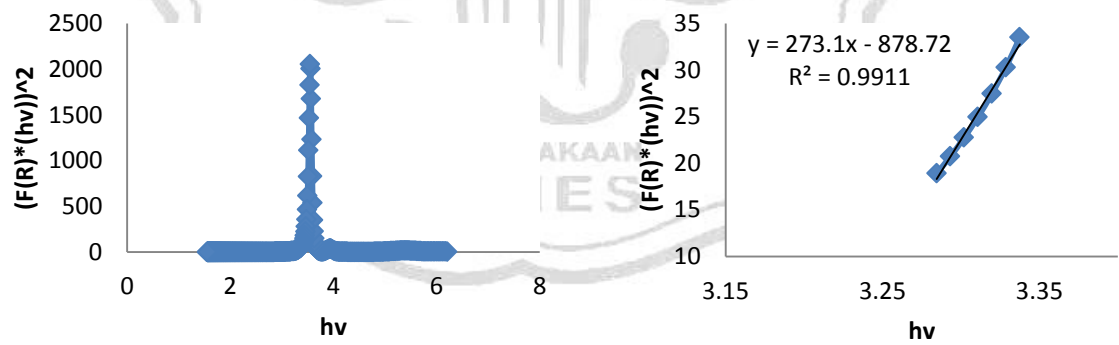
$$y = 38,82x - 117,1$$

$$0 = 38,82x - 117,1$$

$$117,1 = 38,82x$$

$$x = 3,01 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.9. Ni(2%)/TiO₂



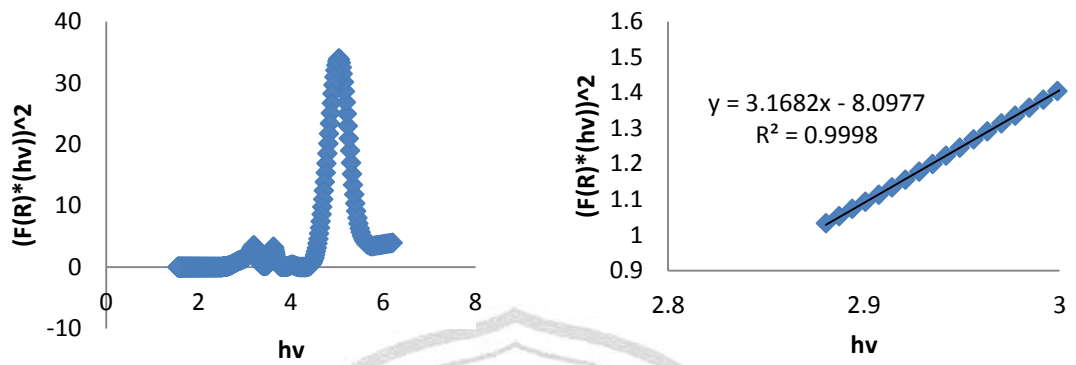
$$y = 273,1x - 878,7$$

$$0 = 273,1x - 878,7$$

$$878,7 = 273,1x$$

$$x = 3,22 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.10. Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂



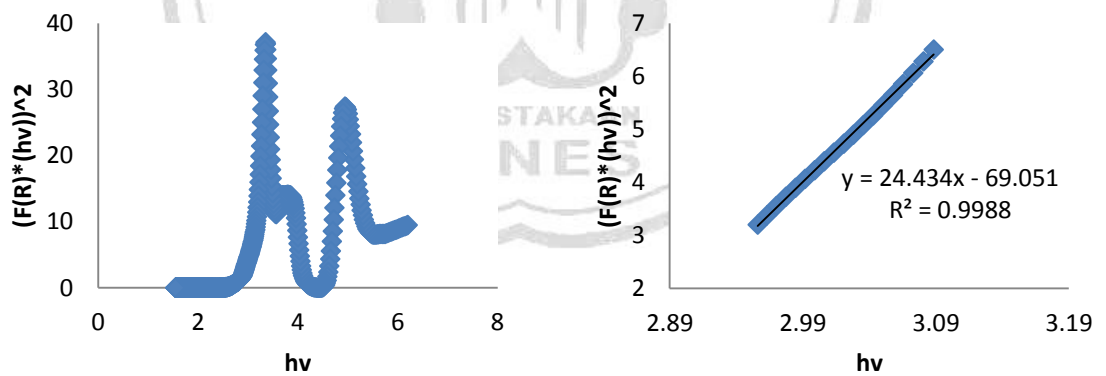
$$y = 3,168x - 8,097$$

$$0 = 3,168x - 8,097$$

$$8,097 = 3,168x$$

$$x = 2,56 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.11. Zn(1%)-Ni(1%)/TiO₂



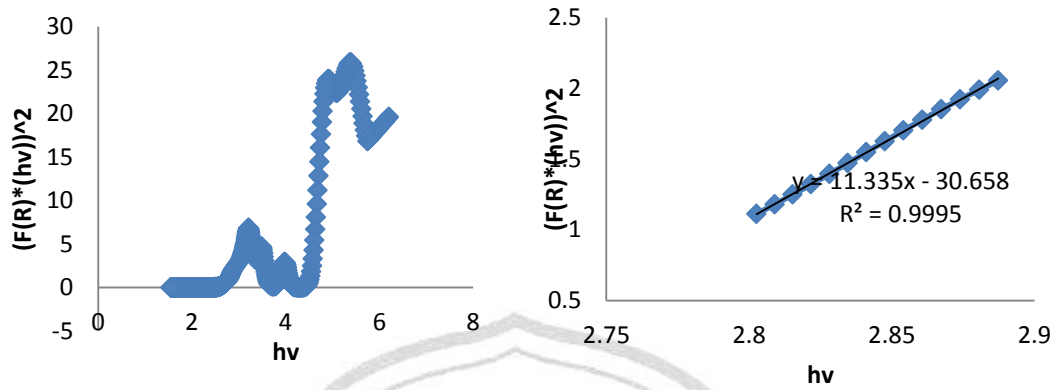
$$y = 24,43x - 69,05$$

$$0 = 24,43x - 69,05$$

$$69,05 = 24,43x$$

$$x = 2,82 \text{ eV (nilai e.g)}$$

3.1.12. Zn(1,5%)-Ni(1%)/TiO₂



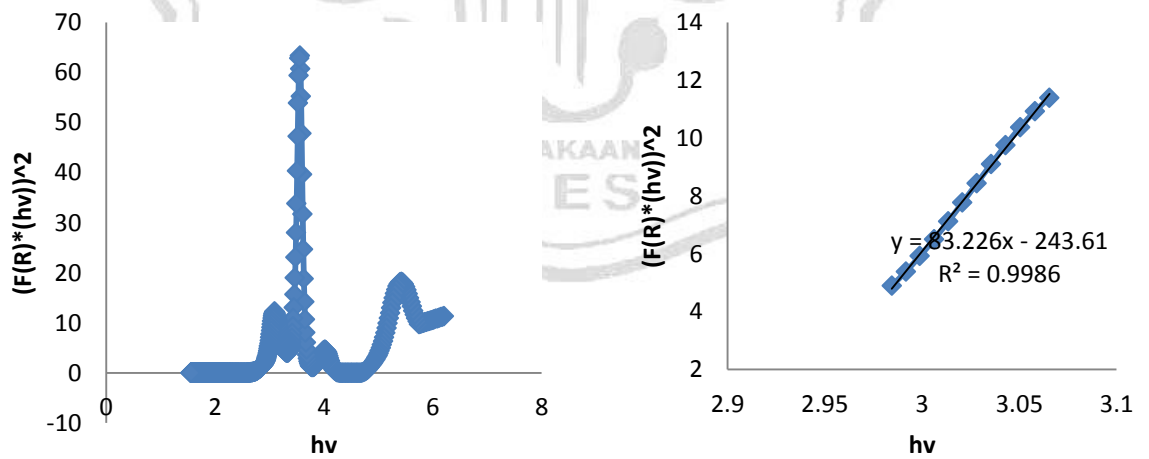
$$y = 11,33x - 30,65$$

$$0 = 11,33x - 30,65$$

$$30,65 = 11,33x$$

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

3.1.13. Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂



$$y = 83,22x - 243,6$$

$$0 = 83,22x - 243,6$$

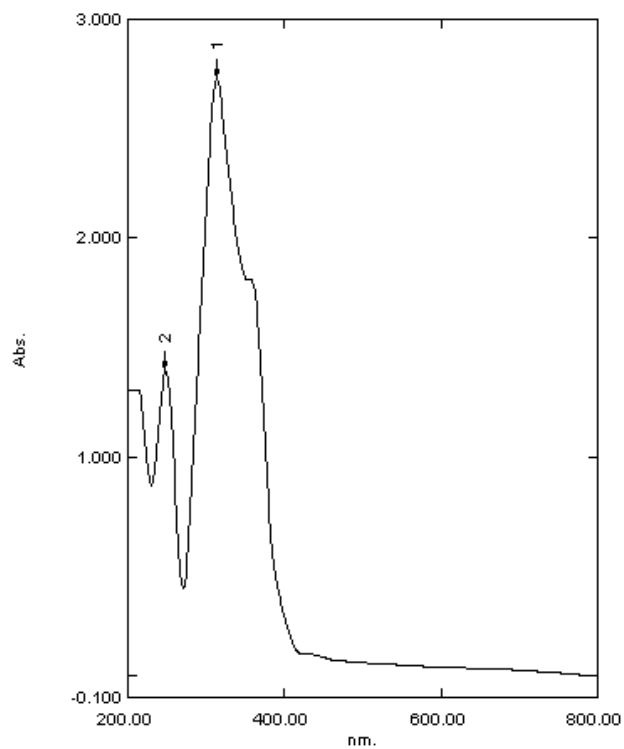
$$83,22x = 243,6$$

$$x = 2,92 \text{ eV (nilai e.g)}$$

UV 1700 PHARMASPEC UV-VIS SPECTROPHOTOMETER SPECULAR REFLECTANCE ATTACHMENT SHIMADZU CORPORATION	
Nama	SATRIO B.U.P.
NIM/NIP	435 040 8010
Dosen Pembimbing	Drs. Sigit Priatmoko, M.Si.
Prodi	Kimia
Institusi	Fak. MIPA UNNES Jateng
Tanggal	Januari 07, 2013
Waktu & Temperatur	14.00 WIB Suhu : 29⁰C

Kode Sampel : 2% Zn/TiO₂

❖ **Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800**

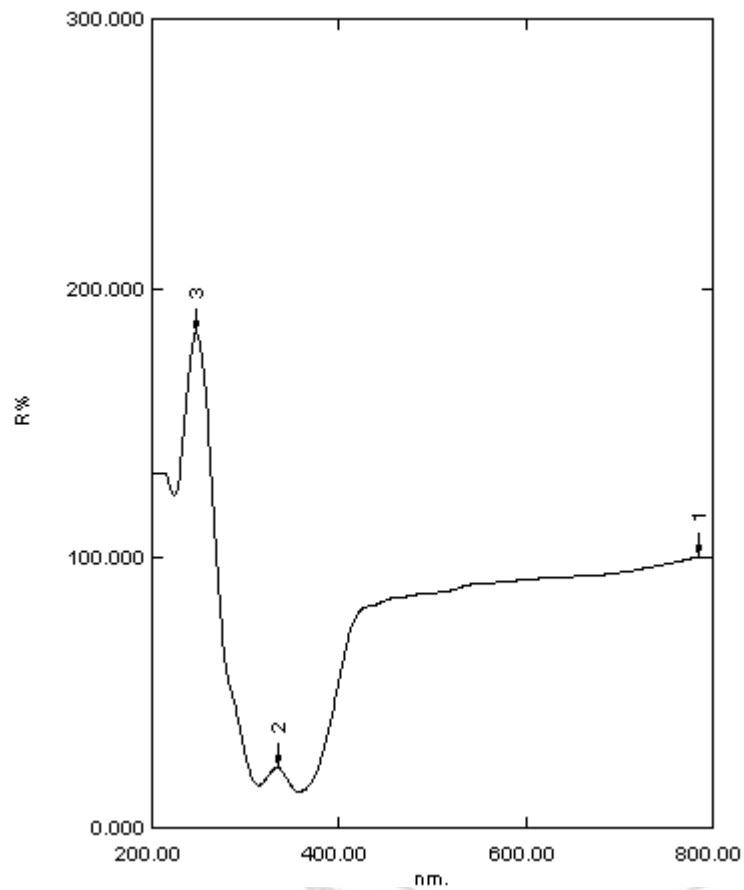


NO	nm	Abs.
1	314.00	2.725

2	248.00	1.388
---	--------	-------

Kode Sampel : 2% Zn/ TiO₂

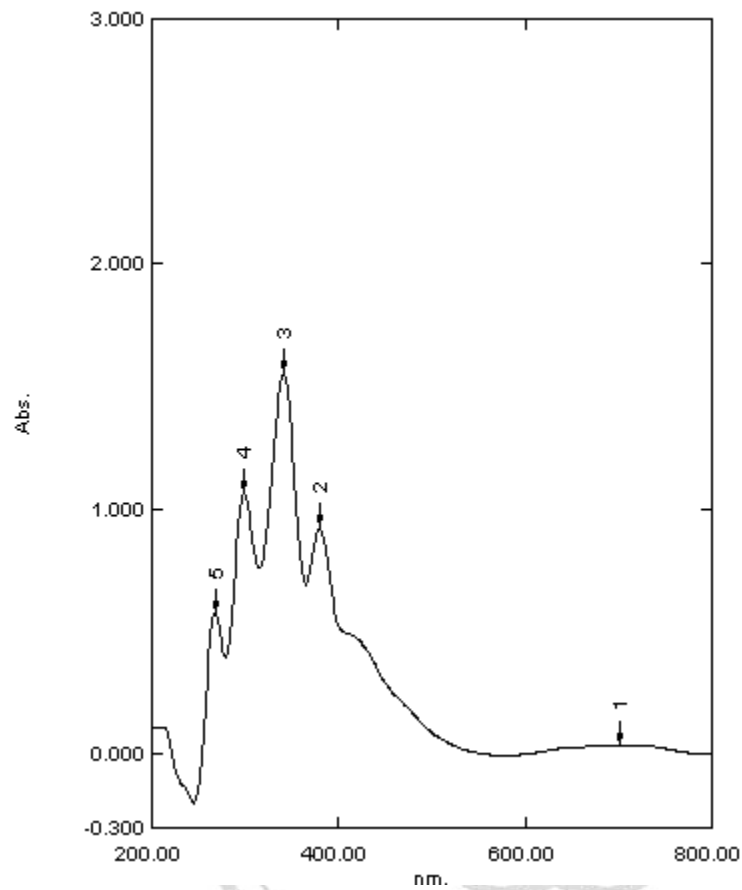
❖ Spectrum Reflectance Panjang Gelombang 200 – 800



NO	nm	R%.
1	784.00	100.312
2	334.00	22.426
3	247.00	183.764

Kode Sampel : 2% Zn – 1% Ni/ TiO₂

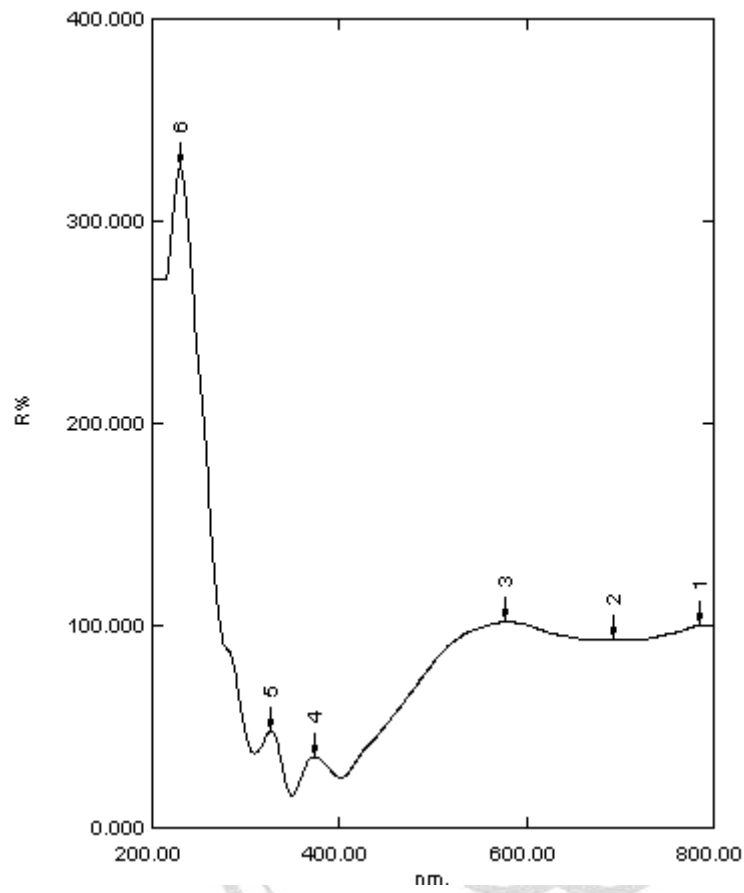
❖ **Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800**



NO	nm	Abs.
1	702.00	0.035
2	380.00	0.922
3	341.00	1.554
4	299.00	1.063
5	268.00	0.576

Kode Sampel : 2% Zn – 1% Ni/ TiO₂

❖ **Spectrum Reflectance Panjang Gelombang 200 – 800**

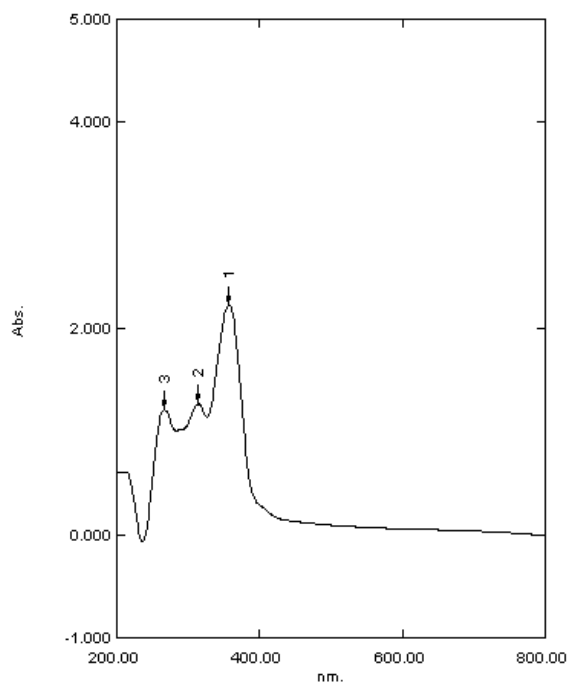


NO	nm	R%.
1	784.00	100.048
2	693.00	93.324
3	578.00	101.691
4	373.00	35.049
5	327.00	47.992
6	230.00	326.956

UV 1700 PHARMASPEC UV-VIS SPECTROPHOTOMETER SPECULAR REFLECTANCE ATTACHMENT SHIMADZU CORPORATION		
Nama	SATRIO B.U.P.	
NIM/NIP	435 040 8010	
Dosen Pembimbing	Drs. Sigit Priatmoko, M.Si.	
Prodi	Kimia	
Institusi	Fak. MIPA UNNES Jateng	
Tanggal	Januari 31, 2013	
Waktu & Temperatur	14.00 WIB	Suhu : 29 ⁰ C

KODE SAMPEL : TiO₂

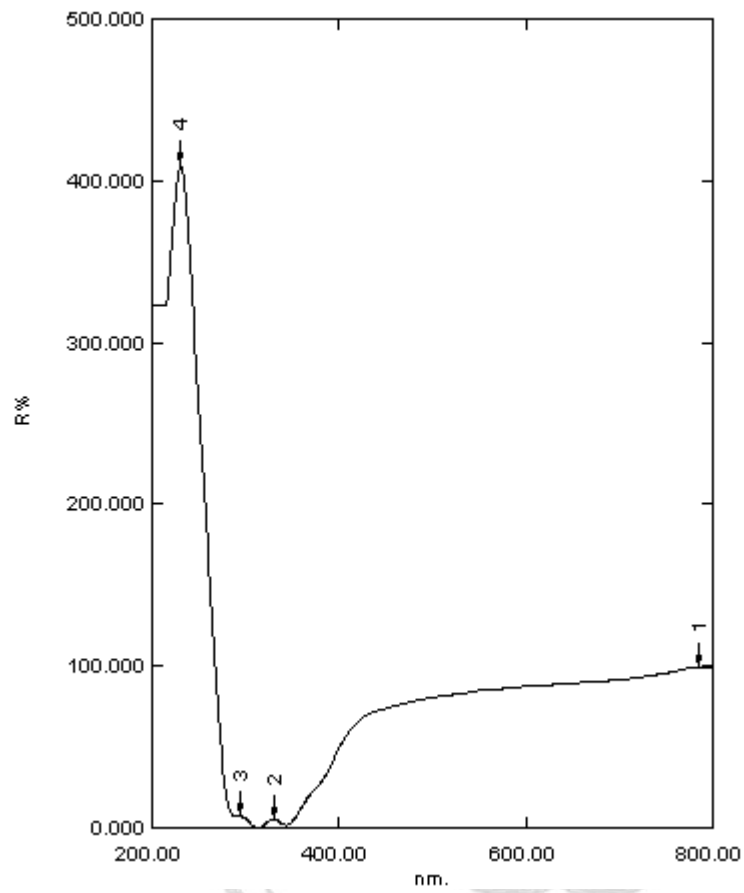
❖ Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800



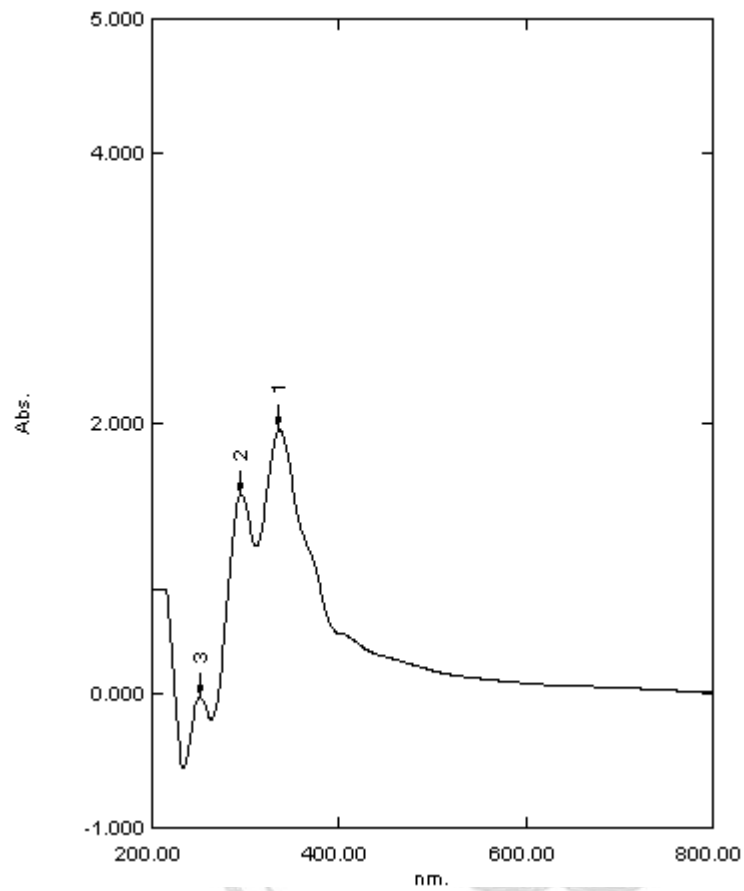
NO	nm	Abs.
1	357.00	2.229
2	314.00	1.266
3	266.00	1.208

KODE SAMPEL : TiO₂

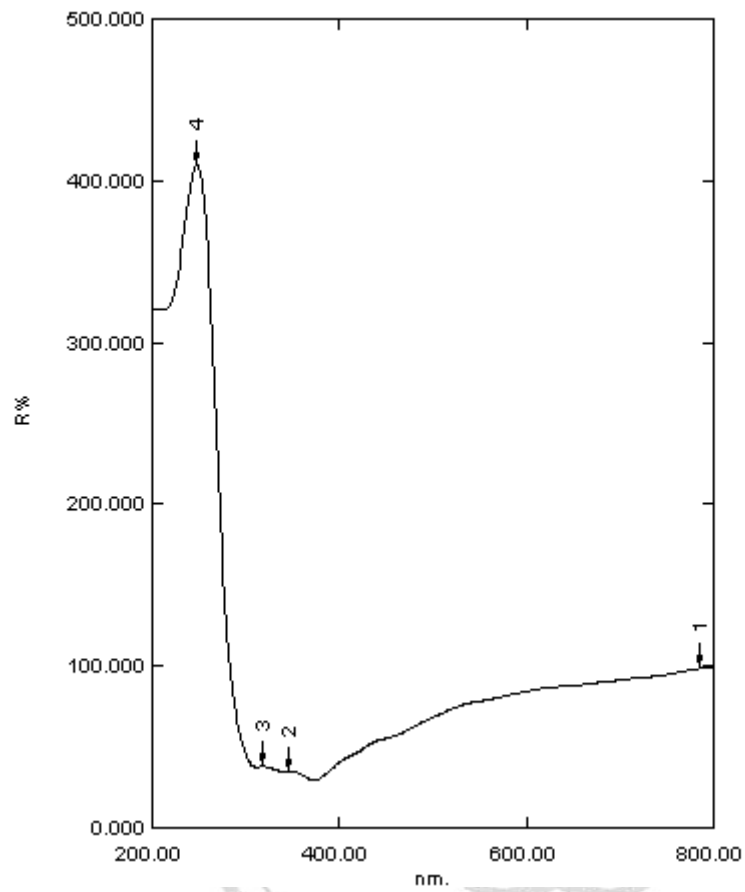
❖ Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800



NO	nm	R%.
1	784.00	99.439
2	330.00	5.040
3	294.00	7.057
4	231.00	409.789

KODE SAMPEL : 1 % Ni/ TiO₂**❖ Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800**

NO	nm	Abs.
1	336.00	1.956
2	295.00	1.472
3	251.00	-0.035

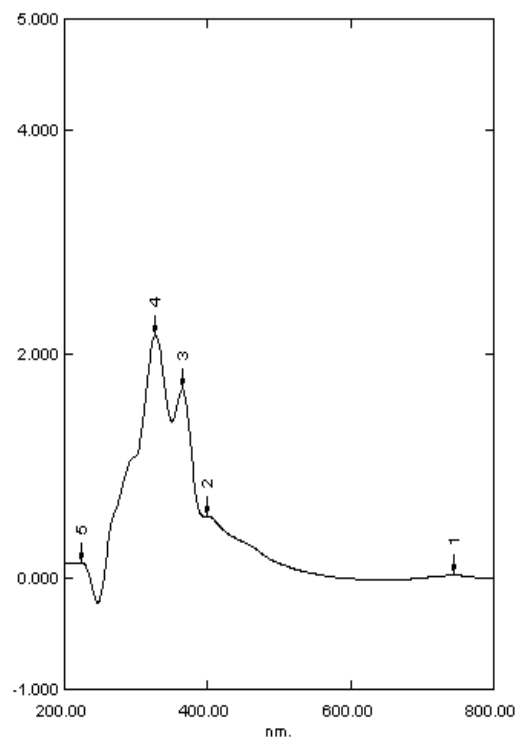
KODE SAMPEL : 1 % Ni/ TiO₂**❖ Spectrum Absorbansi Panjang Gelombang 200 – 800**

NO	nm	R%.
1	784.00	98.417
2	345.00	35.072
3	318.00	37.881
4	248.00	409.880

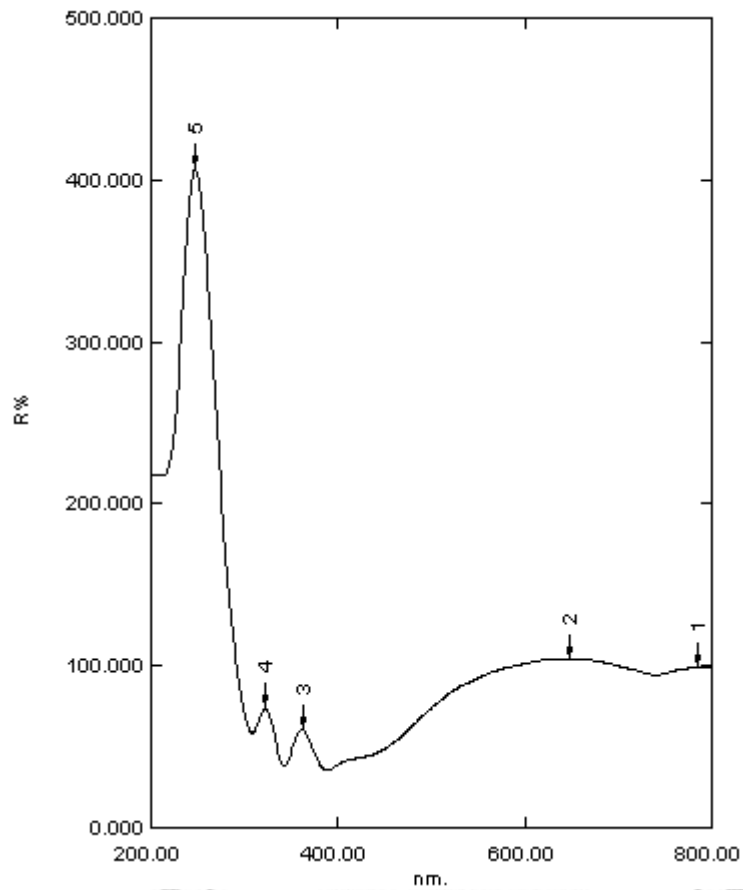
UV 1700 PHARMASPEC UV-VIS SPECTROPHOTOMETER SPECULAR REFLECTANCE ATTACHMENT SHIMADZU CORPORATION	
Nama	SATRIO B.U.P.
NIM/NIP	435 040 8010
Dosen Pembimbing	Drs. Sigit Priatmoko, M.Si.
Prodi	Kimia
Institusi	Fak. MIPA UNNES Jateng
Tanggal	Januari 31, 2013
Waktu & Temperatur	14.00 WIB Suhu : 29⁰C

❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800

KODE SAMPEL : 0.5 % Zn – 1 % Ni/TiO₂



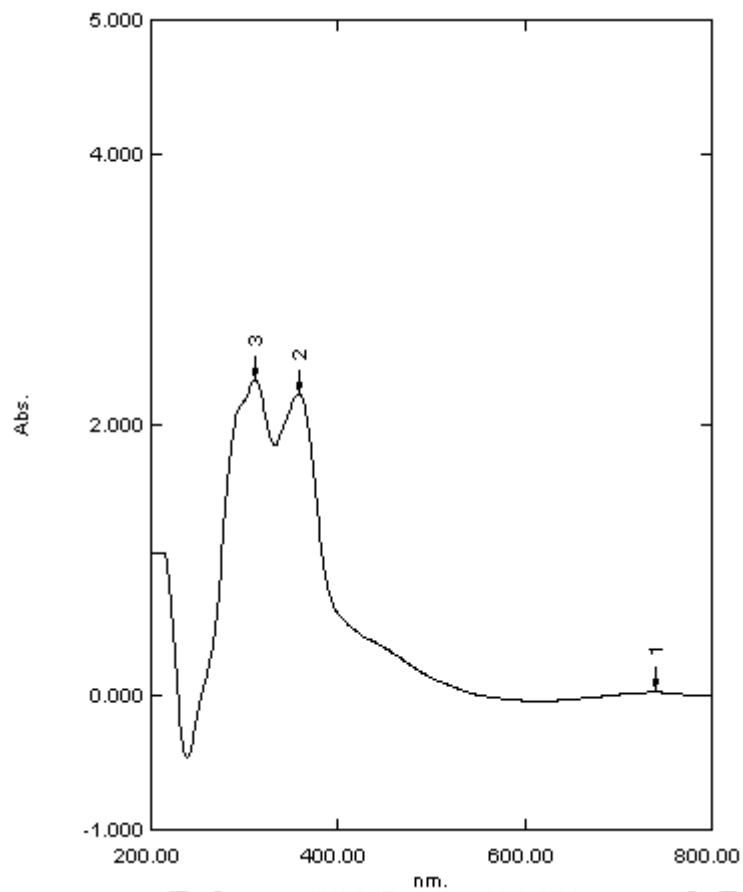
3	365.00	1.687
4	327.00	2.168
5	224.00	0.128

❖ SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**Sampel : 0.5 % Zn – 1 % Ni/TiO₂**

NO	nm	R%.
1	784.00	98.896
2	647.00	104.553
3	362.00	60.518
4	322.00	73.741
5	247.00	407.026

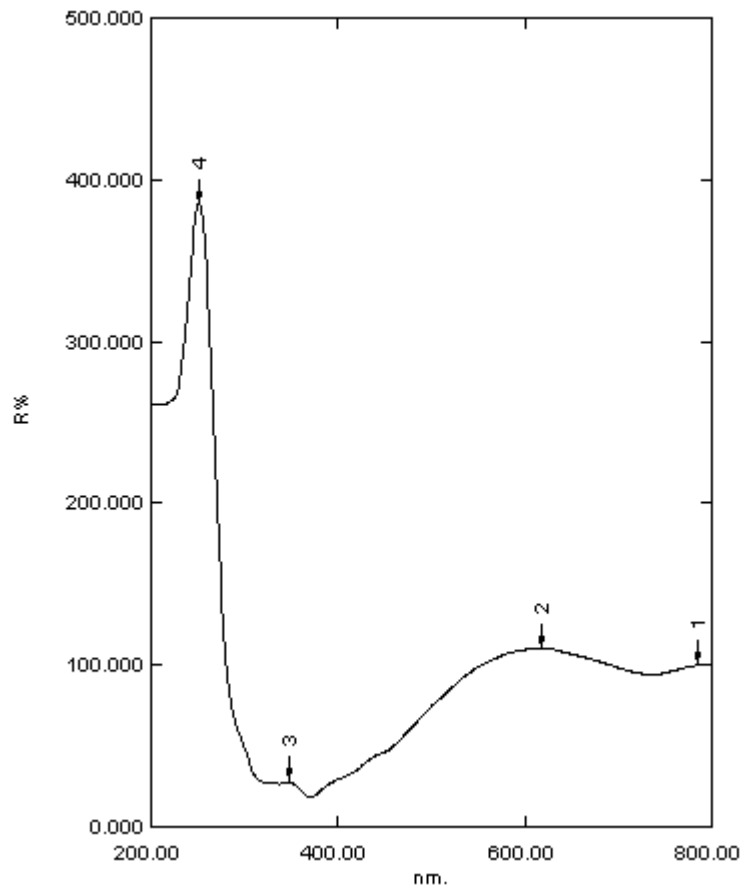
❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800**

KODE SAMPEL : 1 % Zn – 1 % Ni



NO	nm	Abs.
1	739.00	0.019
2	358.00	2.227
3	311.00	2.332

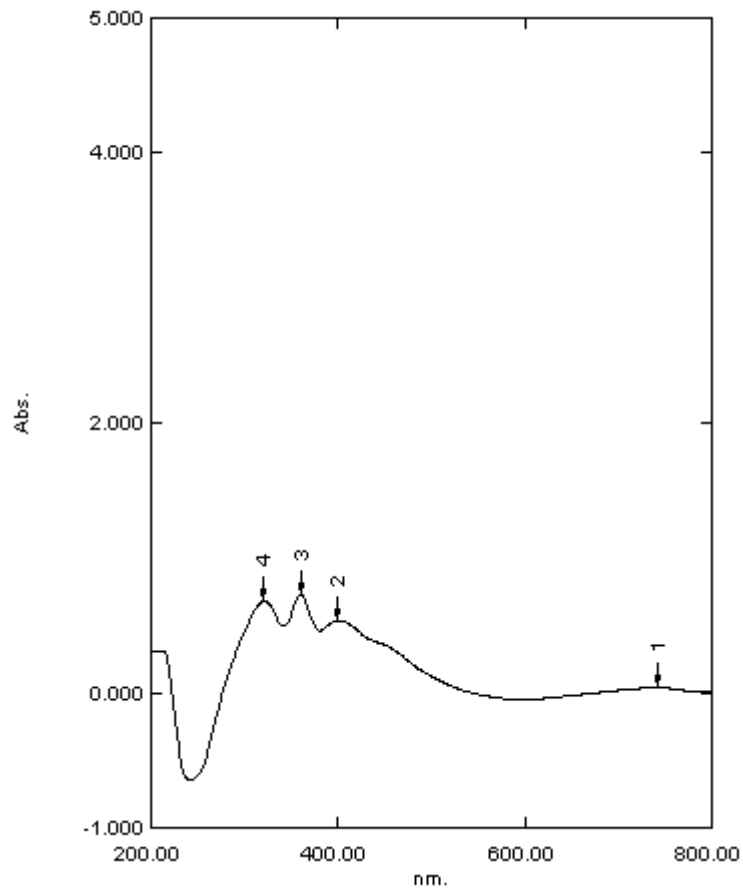
❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1 % Zn – 1 % Ni



NO	nm	R%.
1	784.00	99.794
2	618.00	110.602
3	348.00	27.849
4	251.00	385.503

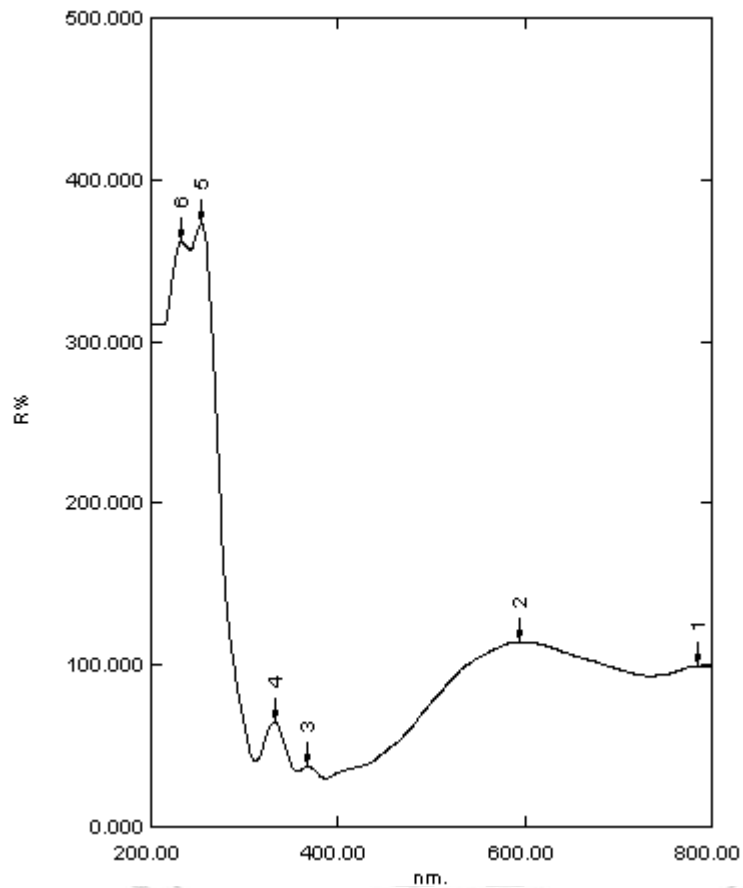
❖ SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800

KODE SAMPEL : 1.5 % Zn – 1 % Ni



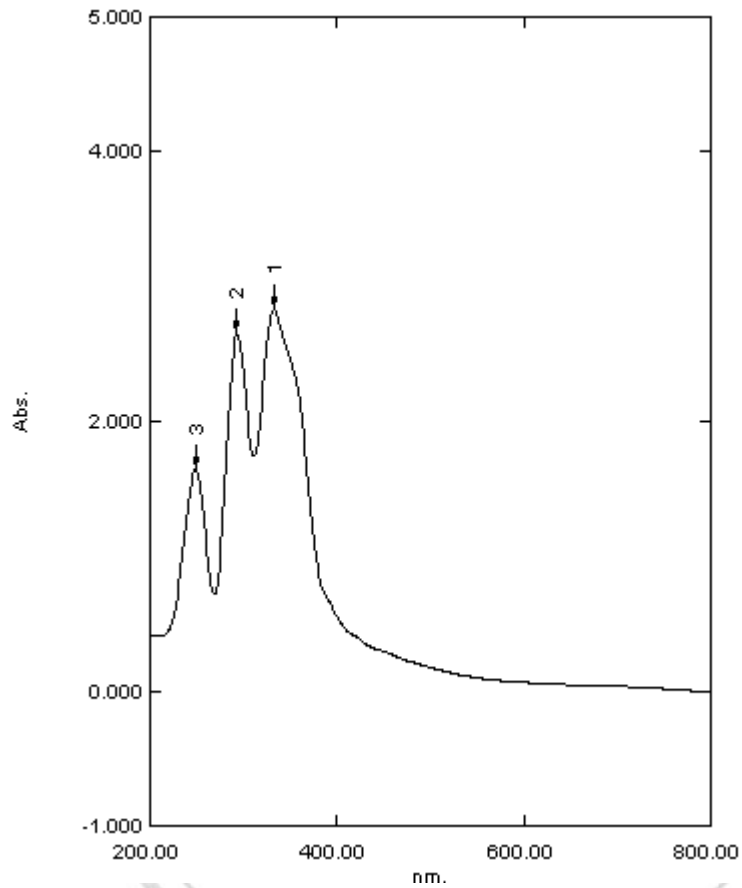
NO	nm	Abs.
1	743.00	0.039
2	400.00	0.537
3	360.00	0.723
4	321.00	0.679

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1.5 % Zn – 1 % Ni



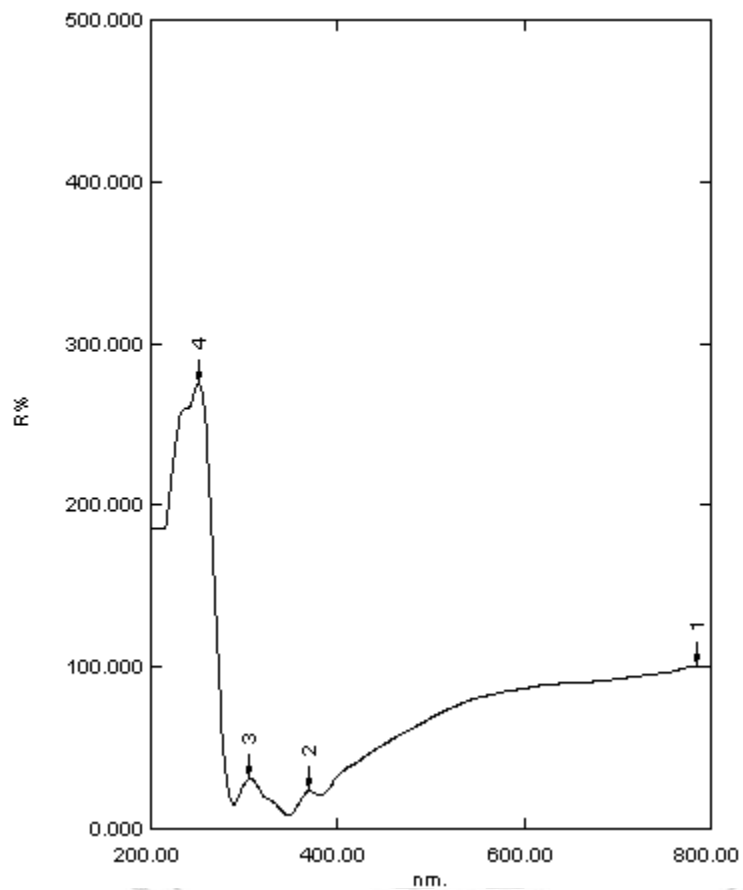
NO	nm	R%.
1	784.00	99.304
2	594.00	114.361
3	368.00	37.286
4	332.00	64.934
5	254.00	372.699
6	232.00	361.986

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800
KODE SAMPEL : 0,5 % Ni/ TiO₂**



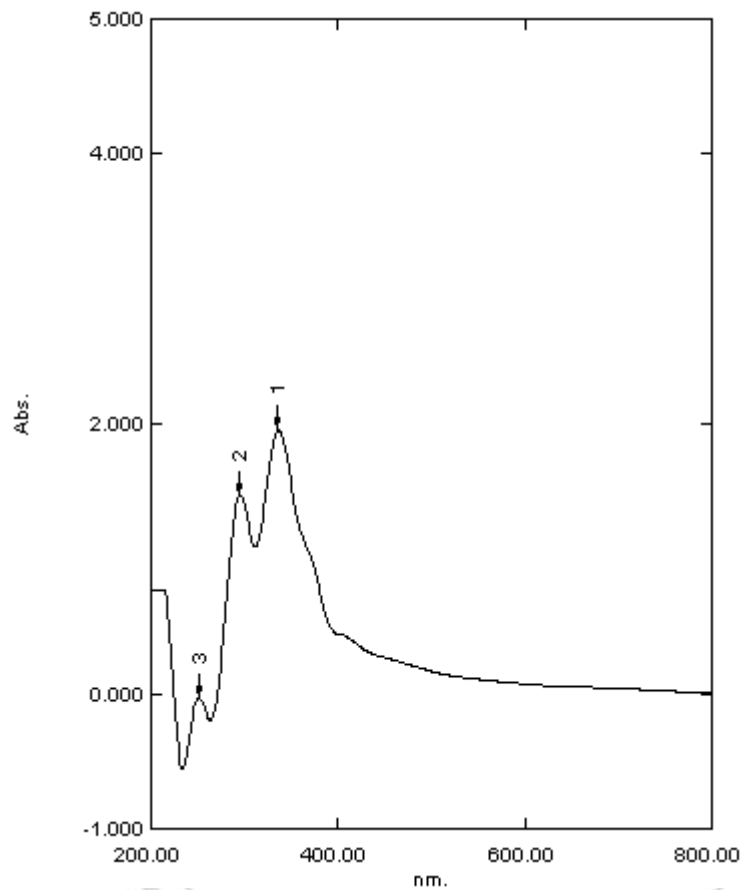
NO	nm	Abs.
1	333.00	2.827
2	293.00	2.648
3	249.00	1.641

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 0,5 % Ni



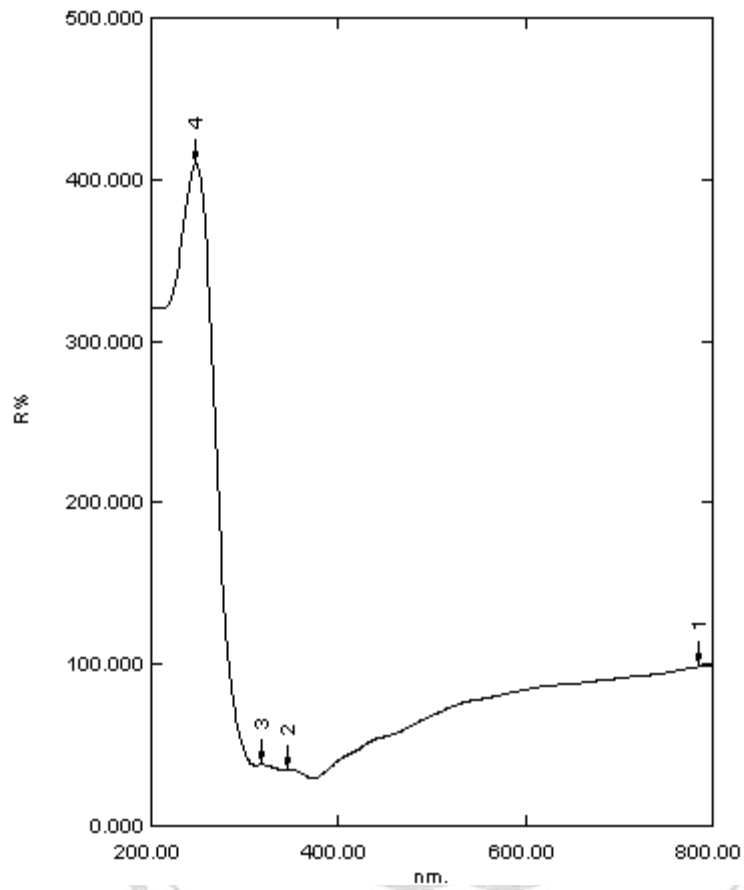
NO	nm	R%.
1	784.00	100.434
2	370.00	23.220
3	306.00	30.901
4	251.00	274.930

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800
KODE SAMPEL : 1 % Ni/ TiO₂**



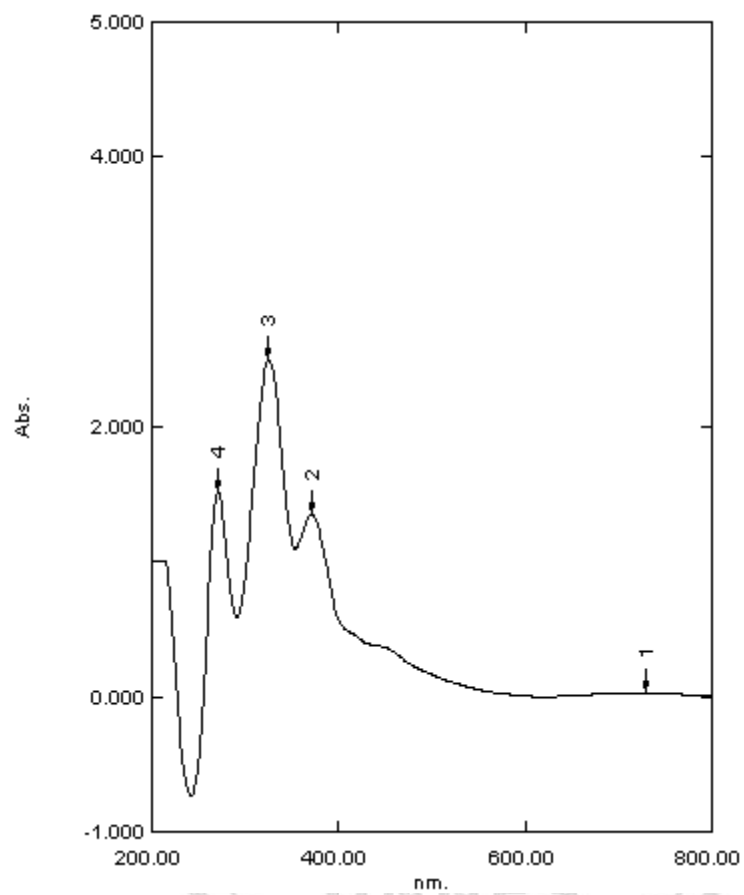
NO	nm	Abs.
1	336.00	1.956
2	295.00	1.472
3	251.00	-0.035

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1 % Ni/ TiO₂



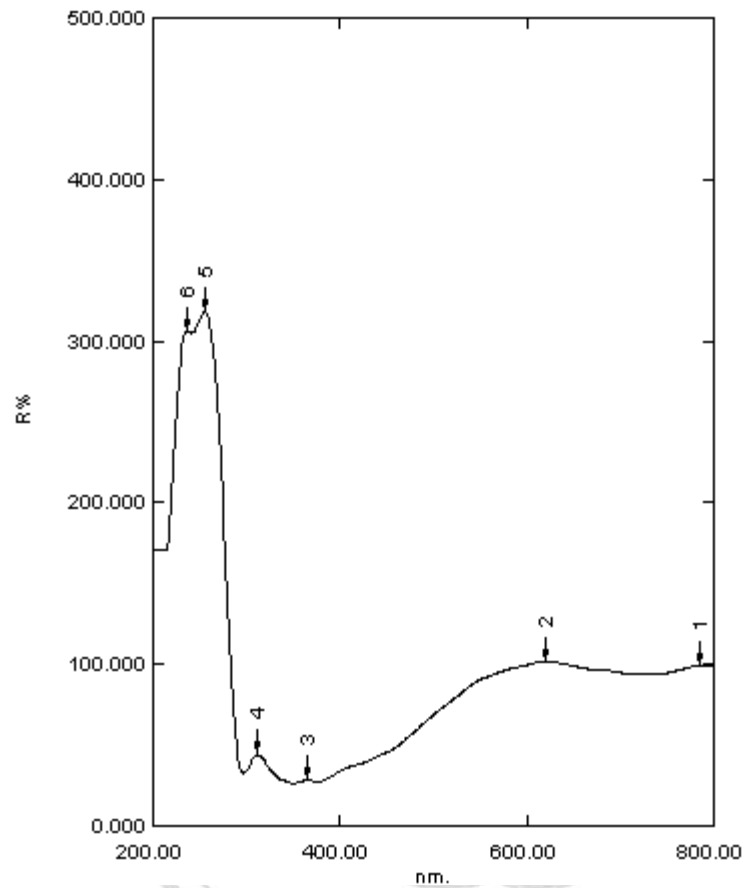
NO	nm	R%.
1	784.00	98.417
2	345.00	35.072
3	318.00	37.881
4	248.00	409.880

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
KODE SAMPEL : 1.5 % Ni



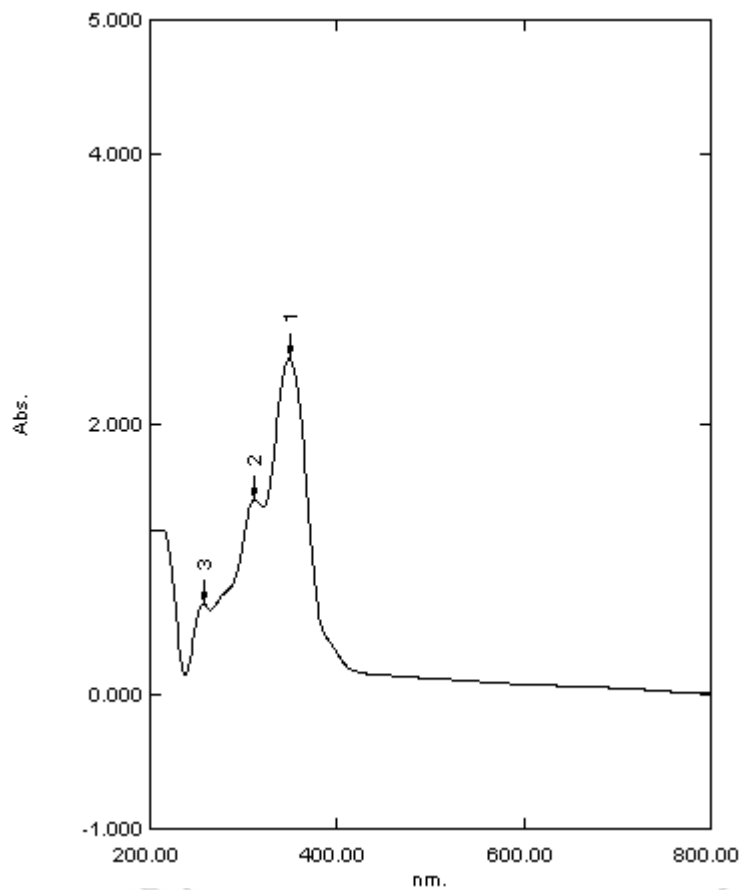
NO	nm	Abs.
1	730.00	0.031
2	371.00	1.347
3	325.00	2.496
4	271.00	1.516

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1.5 % Ni



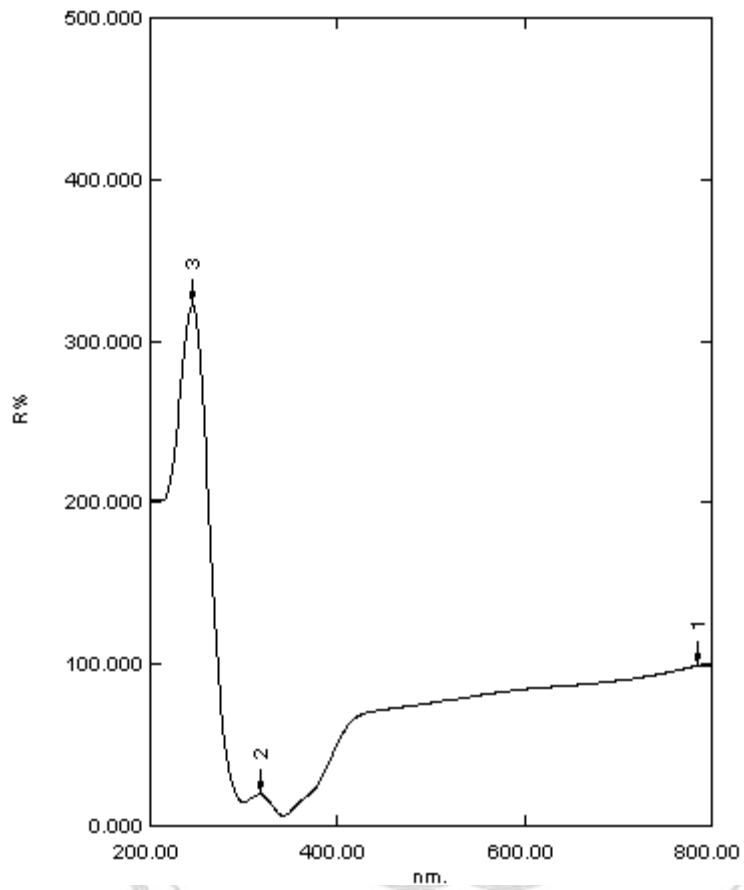
NO	nm	R%.
1	784.00	99.237
2	621.00	101.787
3	365.00	28.101
4	312.00	43.988
5	255.00	318.143
6	237.00	305.756

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800
KODE SAMPEL : 0.5 % Zn/ TiO₂**



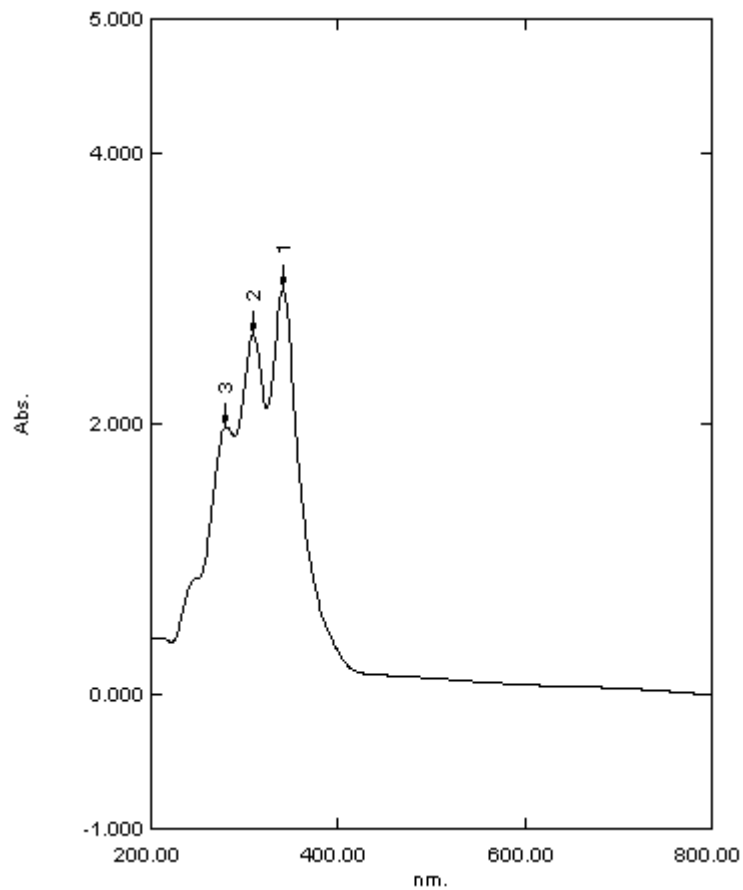
NO	nm	Abs.
1	349.00	2.487
2	312.00	1.438
3	257.00	0.668

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 0.5 % Zn/ TiO₂



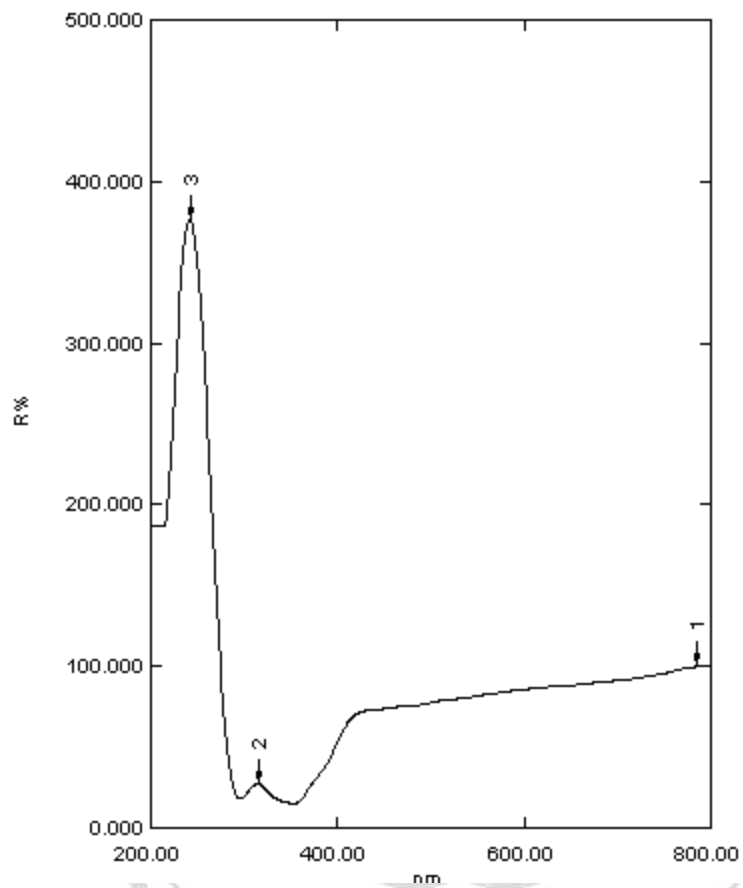
NO	nm	R%.
1	784.00	98.849
2	317.00	19.387
3	245.00	322.835

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800
KODE SAMPEL : 1 % Zn**



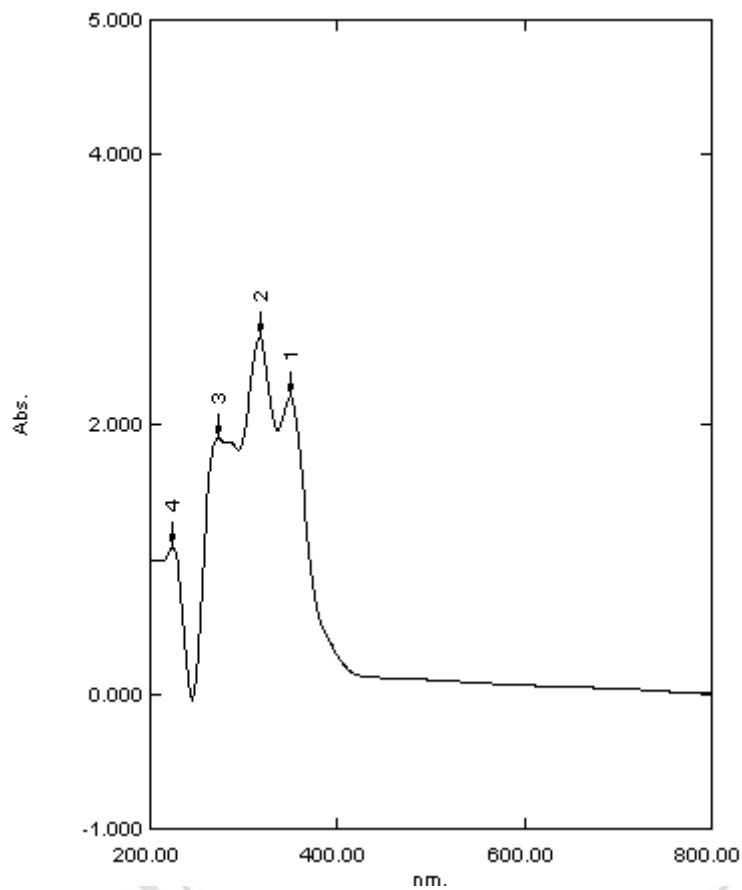
NO	nm	Abs.
1	341.00	2.991
2	309.00	2.660
3	280.00	1.975

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1 % Zn



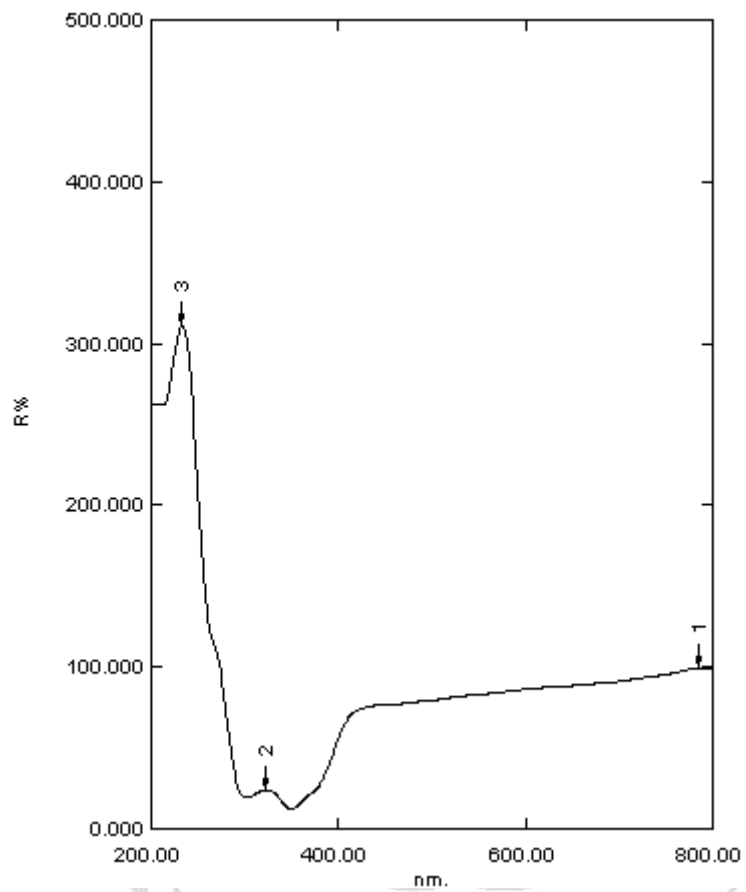
NO	nm	R%.
1	784.00	99.686
2	315.00	27.172
3	242.00	376.311

❖ **SPECTRUM ABSORBANSI PANJANG GELOMBANG 200 – 800
KODE SAMPEL : 1.5 % Zn**



NO	nm	Abs.
1	350.00	2.209
2	317.00	2.650
3	272.00	1.899
4	224.00	1.088

❖ **SPECTRUM REFLECTANCE PANJANG GELOMBANG 200 – 800**
Sampel : 1.5 % Zn

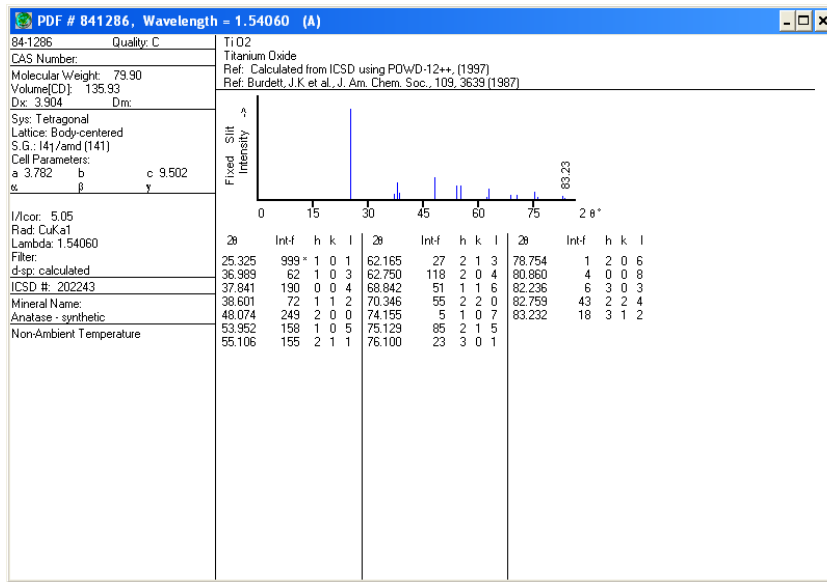


NO	nm	R%.
1	784.00	99.283
2	323.00	24.072
3	233.00	311.223

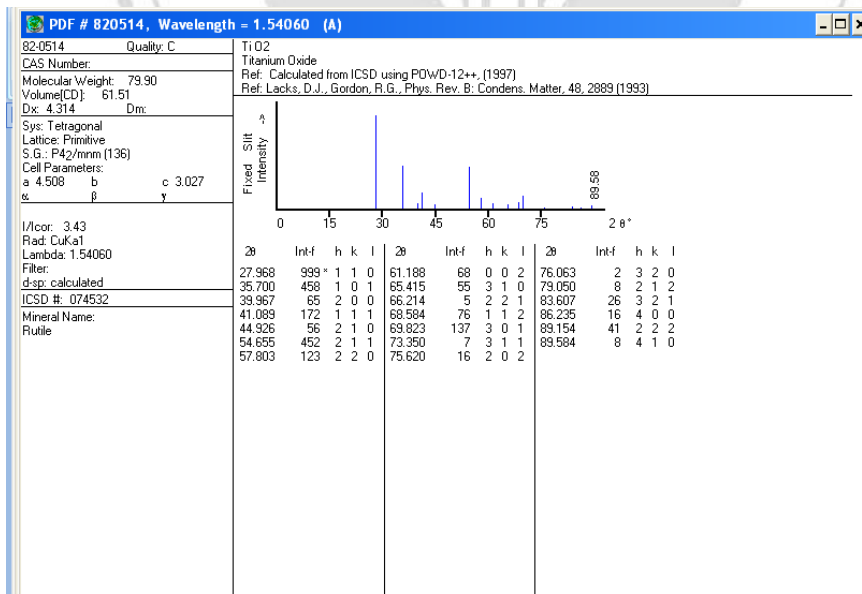
4. Karakterisasi XRD

4.1. Standar PDF Kristal

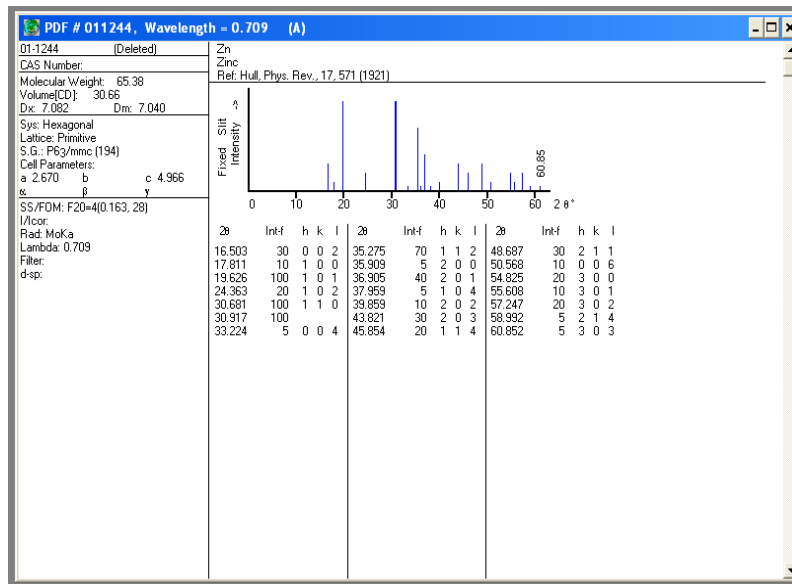
4.1.1. Difraktogram Standar Anatase



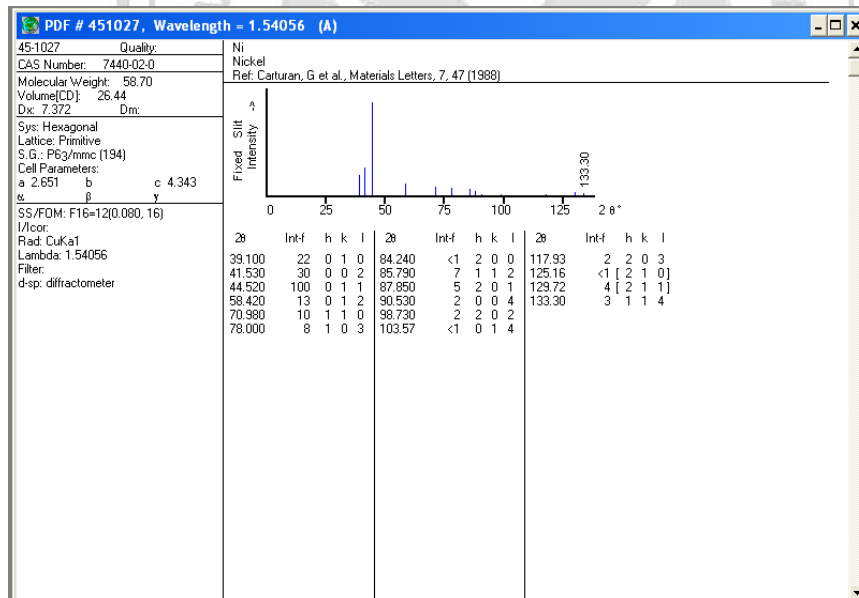
4.1.2. Difraktogram Standar Rutile



4.1.3. Difraktogram Standar Zn



4.1.4. Difraktogram standar Ni



Hasil Perhitungan Ukuran Kristal TiO₂ dan M-TiO₂

Sampel	B (FWHM)	2θ	θ	Cos θ	λ (nm)	D (nm)
TiO ₂	0,5350	25,3854	12,6927	0,9756	15,418	26,58
	0,5958	48,1646	24,0823	0,9129	15,418	25,51
	0,5053	22,9006	11,4503	0,9801	15,418	28,02
Ni(1%)/TiO ₂	0,6413	25,4153	12,7077	0,9755	15,418	22,18
	0,7650	48,2075	24,1038	0,9128	15,418	19,87
	0,6064	22,9282	11,4641	0,9800	15,418	23,35
Zn(2%)/TiO ₂	0,8531	25,3165	12,6583	0,9757	15,418	16,67
	1,0467	48,1033	24,0517	0,9132	15,418	14,52
	0,8267	22,8333	11,4167	0,9802	15,418	17,12
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	0,7580	25,3490	12,6745	0,9756	15,418	18,76
	0,8743	48,0771	24,0386	0,9133	15,418	17,38
	0,6970	22,8635	11,4318	0,9802	15,418	20,31

Hasil perhitungan penentuan fraksi anatase dan rutil

Fotokatalis	Fasa Rutile	Fasa Anatase
TiO ₂	0,04	0,96
Zn(2%)/TiO ₂	0,02	0,98
Ni(1%)/TiO ₂	0,02	0,98
Zn(2%)-Ni(1%)/TiO ₂	0,02	0,98

4.2. Perhitungan ukuran kristal:

Rumus:

$$D = \frac{0,9x\lambda}{Bx \cos \theta}$$

Keterangan :

D = ukuran kristal (nm)

λ = panjang gelombang sinar x (nm)

B = lebar setengah puncak pada difraktogram

θ = sudut difraksi

Perhitungan :

4.2.1. TiO₂

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,5350 \times 0,9756}$$

$$= 26,58 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,5958 \times 0,9129}$$

$$= 25,51 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,5053 \times 0,9801}$$

$$= 28,02 \text{ nm}$$

4.2.2. Zn(2%)/TiO₂

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,8531 \times 0,9757}$$

$$= 16,67 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{1,0467 \times 0,9132}$$

$$= 14,52 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,8267 \times 0,9802}$$

$$= 17,12 \text{ nm}$$

4.2.3. Ni(1%)/TiO₂

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,6413 \times 0,9755}$$

$$= 22,18 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,7650 \times 0,9128}$$

$$= 19,87 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,6064 \times 0,9802}$$

$$= 23,35 \text{ nm}$$

4.2.4. Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

$$D_1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,7580 \times 0,9756}$$

$$= 18,76 \text{ nm}$$

$$D_2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,8743 \times 0,9133}$$

$$= 17,38 \text{ nm}$$

$$D_3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,6970 \times 0,9802}$$

$$= 20,31 \text{ nm}$$

4.3. Perhitungan fraksi anatase dan rutil

Rumus:

$$X = \left(1 + \frac{0,8I_A}{I_B} \right)^{-1}$$

Keterangan :

I_A = Intensitas anatase (101)I_R = Intensitas rutil (110)

X = fraksi rutil

Perhitungan :

4.3.1. TiO₂

I_A = 672

I_R = 46

$$X_R = \left(1 + \frac{0,8 \times 672}{46} \right)^{-1} = \left(1 + \frac{537,6}{46} \right)^{-1} = (12,68)^{-1} = 0,07$$

X_A = 1 - 0,07 = 0,93

4.3.2. Zn(2%)/TiO₂

I_A = 384

I_R = 14

$$X_R = \left(1 + \frac{0,8 \times 384}{14} \right)^{-1} = \left(1 + \frac{307,2}{14} \right)^{-1} = (1 + 21,94)^{-1} = 0,04$$

X_A = 0,96

4.3.3. Ni(1%)/TiO₂

$$I_A = 524$$

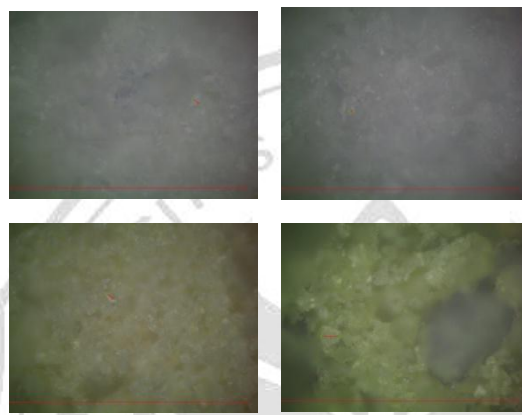
$I_R =$ tidak terdapat peak rutile pada 110

4.3.4. Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

$$I_A = 430$$

$I_R =$ tidak terdapat peak rutile pada 110

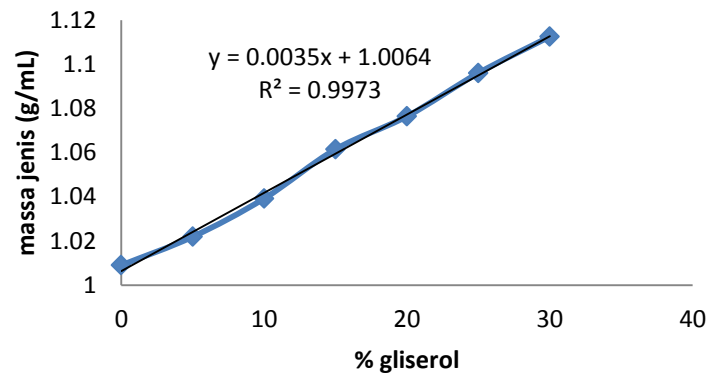
5. Mikroskop mikron



6. Uji Gliserol

Tabel 6.1. Pembuatan kurva standar larutan gliserol

Konsentrasi gliserol (%)	M_1 (gram)	M_2 (gram)	$M_{rata-rata}$ (gram)	$M_{kos rata-rata}$ (gram)	ρ (g/mL)
0	46,0337	46,0417	46,0377	20,8111	1,0091
5	46,3582	46,3611	46,3597	20,8111	1,0219
10	46,8186	46,7638	46,7912	20,8111	1,0392
15	47,1475	47,1587	47,1531	20,8111	1,0536
20	47,4992	47,4991	47,4992	20,8111	1,0675
25	47,9260	47,9298	47,9298	20,8111	1,0847
30	48,6259	48,6227	48,6243	20,8111	1,1125



Gambar 5.1. Kurva standar larutan gliserol

Tabel 6.2 Massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air

Fotokatalis	Keadaan	M ₁ (gram)	M ₂ (gram)	M _{rata-rata} (gram)	M(gram)	ρ (g/mL)
TiO ₂	Awal	47,5250	47,5240	47,5245	26,7143	1,0686
	Akhir	47,5177	47,5165	47,5171	26,706	1,0682
A [*]	Awal	47,5380	47,5375	47,5378	26,7267	1,0690
	Akhir	47,5275	47,5233	47,5254	26,7143	1,0686
A ^{**}	Awal	47,5395	47,5390	47,5393	26,7282	1,0691
	Akhir	47,4069	47,4059	47,4064	26,5953	1,0638
Piknometer + air demin		46,0360	46,0355	46,0358	25,2247	1,0089
Piknometer + gliserol 99,5%		47,8067	47,8066	47,8067	26,9956	1,0798
Piknometer kosong		20,8111	20,8110	20,8111	0	0

Tabel 6.3 Perhitungan % gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air

Fotokatalis	Keadaan	% gliserol
TiO ₂	Awal	20,86
	Akhir	20,73
A*	Awal	21
	Akhir	20,86
A**	Awal	21,03
	Akhir	19,26

6.1. Perhitungan

6.1.1. Menghitung ρ

$$\rho = \frac{M_{\text{rata-rata}} - M_{\text{kosongpiklo}}}{25}$$

Perhitungan :

$$\rho_{(0\%)} = \frac{46,0377 - 20,8111}{25} = \frac{25,2266}{25} = 1,0091 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(5\%)} = \frac{46,3597 - 20,8111}{25} = \frac{25,5486}{25} = 1,0219 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(10\%)} = \frac{46,7912 - 20,8111}{25} = \frac{25,9801}{25} = 1,0392 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(15\%)} = \frac{47,1531 - 20,8111}{25} = \frac{26,342}{25} = 1,0536 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(20\%)} = \frac{47,4992 - 20,8111}{25} = \frac{26,6881}{25} = 1,0675 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(25\%)} = \frac{47,9298 - 20,8111}{25} = \frac{27,1187}{25} = 1,0847 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(30\%)} = \frac{48,6243 - 20,8111}{25} = \frac{27,8132}{25} = 1,1125 \text{ g/mL}$$

6.1.2. Menghitung ρ gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air

6.1.2.1. Menghitung ρ gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk TiO_2

$$\rho_{(\text{awal})} = \frac{47,5245 - 20.8111}{25} = \frac{26,7143}{25} = 1,0686 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(\text{akhir})} = \frac{47,5171 - 20.8111}{25} = \frac{26,706}{25} = 1,0682 \text{ g/mL}$$

6.1.2.2. Menghitung ρ gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk $\text{Zn}(0,5\%)\text{-Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$

$$\rho_{(\text{awal})} = \frac{47,5378 - 20.8111}{25} = \frac{26,7267}{25} = 1,0690 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(\text{akhir})} = \frac{47,5254 - 20.8111}{25} = \frac{26,7143}{25} = 1,0686 \text{ g/mL}$$

6.1.2.3. Menghitung ρ gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk $\text{Zn}(2\%)\text{-Ni}(1\%)/\text{TiO}_2$

$$\rho_{(\text{awal})} = \frac{47,5393 - 20.8111}{25} = \frac{26,7282}{25} = 1,0691 \text{ g/mL}$$

$$\rho_{(\text{akhir})} = \frac{47,4064 - 20.8111}{25} = \frac{26,5953}{25} = 1,0638 \text{ g/mL}$$

6.1.3. Menghitung % gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air

6.1.3.1. Menghitung % gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk TiO_2

a. TiO_2 sebelum dekomposisi air

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0686 = 0,003x + 1,006$$

$$0,0626 = 0,003x$$

$$x = 20,86 \%$$

b. TiO_2 setelah dekomposisi air

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0682 = 0,003x + 1,006$$

$$0,0622 = 0,003x$$

$$x = 20,73 \%$$

6.1.3.2. Menghitung % gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk Zn(0,5%)-Ni(1%)/TiO₂

a. Sebelum dekomposisi

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0690 = 0,003x + 1,006$$

$$0,063 = 0,003x$$

$$x = 21 \%$$

b. Setelah dekomposisi

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0686 = 0,003x + 1,006$$

$$0,0626 = 0,003x$$

$$x = 20,86 \%$$

6.1.3.3. Menghitung % gliserol sebelum dan setelah dilakukannya dekomposisi air untuk Zn(2%)-Ni(1%)/TiO₂

a. Sebelum dekomposisi

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0691 = 0,003x + 1,006$$

$$0,0631 = 0,003x$$

$$x = 21,03 \%$$

b. Setelah dekomposisi

$$y = 0,003x + 1,006$$

$$1,0638 = 0,003x + 1,006$$

$$0,0578 = 0,003x$$

$$x = 19,26 \%$$

8. Tabel Pembacaan Space Group

Table of space groups in 3 dimensions

[edit]

#	Crystal system	Point group		Space groups (international short symbol)
		Intl	Schönflies	
1	Triclinic (2)	1	C ₁ Chiral	P1
2		$\bar{1}$	C _i	P $\bar{1}$
3-5	Monoclinic (13)	2	C ₂ Chiral	P2, P2 ₁ , C2
6-9		m	C _s	Pm, Pc, Cm, Cc
10-15		2/m	C _{2h}	P2/m, P2 ₁ /m, C2/m, P2/c, P2 ₁ /c, C2/c
16-24	Orthorhombic (59)	222	D ₂ Chiral	P222, P222 ₁ , P2 ₁ 2 ₁ 2 ₁ , P2 ₂ 2 ₁ 2 ₁ , C222 ₁ , C222, F222, I222, I2 ₁ 2 ₁ 2 ₁
25-46		mmm	C _{2v}	Pmm2, Pmc2 ₁ , Pcc2, Pma2, Pca2 ₁ , Pnc2, Pmn2 ₁ , Pba2, Pna2 ₁ , Pnn2, Cmm2, Cmc2 ₁ , Ccc2, Amm2, Aem2, Aea2, Fmm2, Fdd2, Imm2, Iba2, Ima2
47-74		mmm	D _{2h}	Pmmm, Pnnn, Pccm, Pban, Pmma, Pnna, Pcca, Pbam, Pccn, Pbcm, Pnmm, Pnmm, Pbcn, Pbcm, Pnma, Cmcn, Cmce, Cmmm, Cccn, Cmme, Ccce, Fmmm, Fddd, Immm, Ibam, Ibca, Imma
75-80		4	C ₄ Chiral	P4, P4 ₁ , P4 ₂ , P4 ₃ , I4, I4 ₁
81-82		$\bar{4}$	S ₄	P $\bar{4}$, I $\bar{4}$
83-88		4/m	C _{4h}	P4/m, P4 ₂ /m, P4/n, P4 ₂ /n, I4/m, I4 ₁ /a
89-98	Tetragonal (68)	422	D ₄ Chiral	P422, P4 ₂ 2 ₂ , P4 ₁ 22, P4 ₁ 2 ₁ 2, P4 ₂ 22, P4 ₂ 2 ₁ 2, P4 ₃ 22, P4 ₃ 2 ₁ 2, I422, I4 ₁ 22
99-110		4mm	C _{4v}	P4mm, P4bm, P4 ₂ cm, P4 ₂ nm, P4cc, P4nc, P4 ₂ mc, P4 ₂ bc, I4mm, I4cm, I4 ₁ md, I4 ₁ cd
111-122		$\bar{4}2m$	D _{2d}	P $\bar{4}2m$, P $\bar{4}2c$, P $\bar{4}2_1m$, P $\bar{4}2_1c$, P $\bar{4}m2$, P $\bar{4}c2$, P4b2, P4n2, I $\bar{4}m2$, I $\bar{4}c2$, I $\bar{4}2m$, I $\bar{4}2d$
123-142		4/mmm	D _{4h}	P4/mmm, P4/mcc, P4/nbm, P4/mnc, P4/nbm, P4/mnc, P4/nmm, P4/ncc, P4 ₂ /mnc, P4 ₂ /mcm, P4 ₂ /nbc, P4 ₂ /nmm, P4 ₂ /nbc, P4 ₂ /mnm, P4 ₂ /nmc, P4 ₂ /nnc, P4 ₂ /nmm, I4/mmm, I4/mcm, I4 ₁ /amd, I4 ₁ /acd

143–146		3	C_3 Chiral	$P3, P3_1, P3_2, R3$
147–148		$\bar{3}$	S_6	$P\bar{3}, R\bar{3}$
149–155	Trigonal (25)	32	D_3 Chiral	$P312, P321, P3_12, P3_21, P3_21, P3_21, R32$
156–161		3m	C_{3v}	$P31m, P31m, P3c1, P31c, R3m, R3c$
162–167		$\bar{3}m$	D_{3d}	$P\bar{3}1m, P\bar{3}1c, P\bar{3}m1, P\bar{3}c1, R\bar{3}m, R\bar{3}c,$
168–173		6	C_6 Chiral	$P6, P6_1, P6_6, P6_2, P6_4, P6_3$
174		$\bar{6}$	C_{3h}	$P\bar{6}$
175–176		6/m	C_{6h}	$P6/m, P6_3/m$
177–182	Hexagonal (27)	622	D_6 Chiral	$P622, P6_122, P6_622, P6_222, P6_422, P6_322$
183–186		6mm	C_{6v}	$P6mm, P6cc, P6_3cm, P6_3mc$
187–190		$\bar{6}m2$	D_{3h}	$P\bar{6}m2, P\bar{6}c2, P\bar{6}2m, P\bar{6}2c$
191–194		$\bar{6}/mmm$	D_{6h}	$P\bar{6}/mmm, P\bar{6}/mcc, P\bar{6}_3/mcm, P\bar{6}_3/mmc$
195–199		23	T Chiral	$P23, F23, I23, P2_13, I2_13$
200–206		$m\bar{3}$	T_h	$Pm\bar{3}, Pn\bar{3}, Fm\bar{3}, Fd\bar{3}, Im\bar{3}, Ia\bar{3}, Ia\bar{3}$
207–214	Cubic (36)	432	O Chiral	$P432, P4_232, F432, F4_32, I432, P4_132, P4_132, I4_132$
215–220		$\bar{4}3m$	T_d	$P\bar{4}3m, F\bar{4}3m, I\bar{4}3m, P\bar{4}3n, F\bar{4}3c, I\bar{4}3d$
221–230		$m\bar{3}m$	O_h	$Pm\bar{3}m, Pn\bar{3}n, Pm\bar{3}n, Pn\bar{3}m, Fm\bar{3}c, Fd\bar{3}m, Fd\bar{3}c, Im\bar{3}m, Ia\bar{3}d$



Tabel konversi dari tabel space group ke bentuk kristal dari TiO_2

TABLE 1. Population frequency by crystal system

Crystal system	Space-group numbers	Inor-ganic	Or-ganic	Total
Anorthic	1-2	223	434	657
Monoclinic	3-15	1, 586	2, 915	4, 501
Orthorhombic	16-74	2, 130	1, 717	3, 847
Tetragonal	75-142	1, 534	316	1, 850
Hexagonal	143-194	2, 782	369	3, 151
Cubic	195-230	3, 386	175	3, 561
Totals		11, 641	5, 926	17, 567



9. Dokumentasi



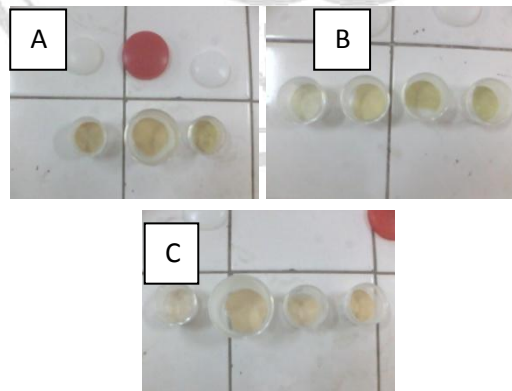
Gambar: proses pengadukan TiPP dengan Etanol



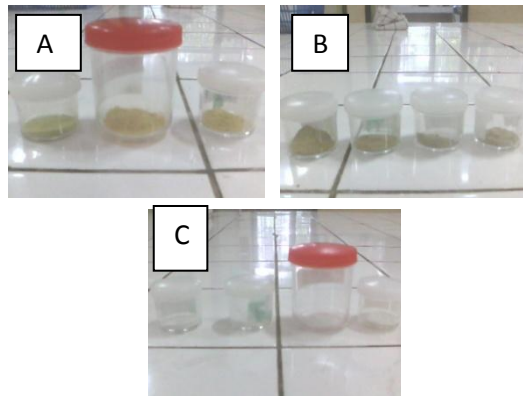
Gambar: pengadukan pada saat campuran TiPP ditambah dengan logam Zn



Gambar: Gel yang sudah jadi dan siap untuk di oven



Gambar: (A) Zn-Ni/TiO₂; (B) Ni/TiO₂; (C) Zn/TiO₂ sebelum dikalsinasi



Gambar: hasil kalsinasi 500 °C (A) Zn-Ni/TiO₂; (B) Ni/TiO₂; (C) Zn/TiO₂



Gambar: Uji Kinerja Fotokatalis