



**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS  
Ni-N-TiO<sub>2</sub> MENGGUNAKAN METODE SOL GEL  
UNTUK DEGRADASI METILEN BIRU**

Skripsi

Disusun sebagai salah satu syarat  
Untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
Program Studi Kimia

Oleh

Nailir Rohmah

4311411003

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

**2015**

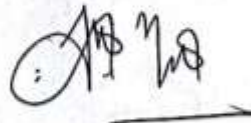
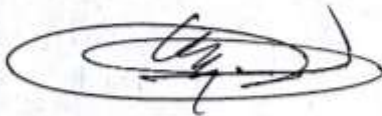
## PERSETUJUAN PEMBIMBING

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

Semarang, September 2015

Pembimbing I

Pembimbing II



Drs. Sigit Priatmoko, M.Si  
NIP. 196504291991031001

Nuni Widiarti, S.Pd, M.Si  
NIP. 197810282006042001

## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa skripsi ini bebas plagiat, dan apabila dikemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam skripsi ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai ketentuan peraturan perundang-undangan.



Semarang, September 2015

Nailir Rohmah

4311411003

## PENGESAHAN

Skripsi yang berjudul

Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sol Gel untuk Degradasi Metilen Biru

Disusun oleh

Nama : Nailir Rohmah

NIM : 4311411003

Telah dipertahankan di hadapan sidang Panitia Ujian Skripsi FMIPA UNNES

pada tanggal 21 September 2015.



Prof. Dr. Wiyanto, M.Si.  
NIP. 196310121988031001

Sekretaris

Dra. Woro Sumarni, M.Si  
NIP. 196507231993032001

Ketua Penguji

Ir. Sri Wahyuni, M. Si  
NIP. 196512281991022001

Anggota Penguji/ Pembimbing I

Drs. Sigit Priatmoko, M.Si  
NIP. 196504291991031001

Anggota Penguji/Pembimbing II

Nuni Widiarti, S.Pd, M.Si  
NIP. 197810282006042001

## **MOTTO**

- Tidak ada kata percuma selama masih terus mencoba dan meraih keberhasilan walaupun kegagalan selalu menghampiri
- Bila kau tak tahan lelahnya belajar, maka kau akan menanggung perihnya kebodohan- Imam Syafi'i
- Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan (QS. Al-Insyirah: 5)

## **PERSEMBAHAN**

Untuk kedua orang tua tercinta Ayah  
Subrono dan Ibu Mindayati

Untuk kakak dan adikku tersayang mas Faris,  
mbak Utik, mbak Widya, mas Farid, Icha,  
Una

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sol Gel untuk Degradasi Metilen Biru”.

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

1. Ayah, Ibu, Kakak dan Adik tersayang yang selalu mendukung penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi.
2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan ijin dan kemudahan dalam melakukan penelitian,
3. Ibu Dra. Woro Sumarni, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unnes yang memberikan bantuan administrasi teknis dan nonteknis dalam penelitian dan pelaporan hasil penelitian,
4. Bapak Drs. Sigit Priatmoko, M. Si selaku dosen pembimbing I yang telah memberikan bimbingan, arahan, dukungan, saran dan motivasi selama penyusunan skripsi,
5. Ibu Nuni Widiarti, S.Pd, M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingan, arahan, dukungan, saran dan motivasi selama penyusunan skripsi,
6. Ibu Ir. Sri Wahyuni, M. Si selaku dosen penguji yang telah memberikan arahan dan saran,

7. Kepala Laboratorium Kimia Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan izin kepada penulis dalam melakukan penelitian di Laboratorium Kimia,
8. Teknisi dan laboran Laboratorium Kimia yang telah memberikan izin dan membantu penulis dalam pelaksanaan penelitian di Laboratorium Kimia,
9. Okky Setyo Priambodo yang selalu membantu dan menemani ketika penelitian dan penulisan,
10. Keluarga besar mahasiswa prodi Kimia angkatan 2011 yang selalu membantu penulis,
11. Semua pihak yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

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

Semarang, September 2015

Penulis

## ABSTRAK

Rohmah, N. 2015. *Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> menggunakan Metode Sol Gel untuk Degradasi Metilen biru*. Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Pembimbing Utama: Drs. Sigit Priatmoko, M. Si, Pembimbing Pendamping : Nuni Widiarti, S. Pd, M. Si.

Kata kunci : Ni-N-TiO<sub>2</sub>, doping, *band gap*

Penelitian tentang sintesis dan karakterisasi material fotokatalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol gel bertujuan untuk mengetahui pengaruh doping Ni dan N terhadap TiO<sub>2</sub> dengan prekursor Ti-butoksida yang akan digunakan untuk degradasi metilen biru. Sintesis dilakukan dengan memvariasi suhu kalsinasi, persen mol Ni dan persen mol N. Variasi suhu kalsinasi dilakukan pada suhu 400°C; 500°C dan 600°C, variasi persen mol Ni dan persen mol N adalah 2,5%; 5% dan 10%. Tujuan dilakukan variasi suhu kalsinasi untuk mengetahui kondisi optimum yang ditandai dengan besarnya persentase fasa anatas. TiO<sub>2</sub> tanpa doping dan terdoping Ni dan N dikarakterisasi menggunakan XRD, DR-UV, FTIR, SEM-EDX dan dilakukan uji aktivitas degradasi metilen biru menggunakan spektrofotometer UV-Vis. TiO<sub>2</sub> disintesis dengan variasi suhu kalsinasi 400, 500 dan 600 menunjukkan fasa anatas pada suhu 400 pada puncak 25,35°; 38,62°; 48,09°; 55,12°; 62,75°. Perhitungan ukuran partikel masing-masing 8,48 nm; 12,1 nm dan 14,18 nm. Ni-N-TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen mol Ni:N=2,5%:2,5%; 2,5%:5%; 2,5%:10%; 5%:2,5% dan 10%:2,5% ukuran partikelnya 19,09; 23,75; 17,23; 33,30 dan 23,75 nm Karakterisasi DR-UV Ni-TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen mol 2,5%; 5%; 10% nilai *band gap*nya 3,080 eV; 3,182 eV; 3,192 eV. N-TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen mol 2,5%; 5% dan 10% nilai *band gap*nya 3,093 eV; 3,132 eV; 3,151 eV. Ni-N-TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen mol Ni:N=2,5%:2,5%; 2,5%:5%; 2,5%:10% memiliki *band gap* 3,087; 3,089; 3,141; eV sedangkan Ni-N-TiO<sub>2</sub> dengan variasi persen mol N:Ni=2,5%:2,5%; 2,5%:5%; 2,5%:10% memiliki *band gap* 3,087; 3,111; 3,149 eV. Ni-N-TiO<sub>2</sub> dikarakterisasi dengan SEM-EDX menunjukkan permukaan berpori, morfologi permukaan yang kasar membentuk bongkahan batu. Ni-N-TiO<sub>2</sub> dikarakterisasi dengan FTIR menunjukkan serapan utama pada daerah 500-900 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur Ti-O pada TiO<sub>2</sub>, 3448 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi ulur O-H milik ikatan Ti-OH, dan serapan pada daerah 1635 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi tekuk O-H milik H<sub>2</sub>O Spektrum 407,63 dan 147362 mmerupakan spektrum dari Ti-N dan N-O. Uji aktivitas katalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> menunjukkan waktu optimum degradasi pada menit ke 60 dengan persentase deradasi 60,15%.



## ABSTRACT

Rohmah, N. 2015. *Synthesis and Characterization of Photocatalyst Photocatalyst Ni-N-TiO<sub>2</sub> using Sol Gel Method for Degradation of Methylene Blue*. Undergraduate Thesis, Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Semarang State University. Primary Supervisor: Drs. Sigit Priatmoko, M. Si, Supervising Companion: Nuni Widiarti, S. Pd, M. Si.

Keyword : Ni-N-TiO<sub>2</sub>, doping, *band gap*

The research about synthesis and characterization of photocatalytic Ni-N-TiO<sub>2</sub> using sol-gel method to determine the effect of Ni and N doping TiO<sub>2</sub> with Ti-butoxide precursor to be used for the degradation of methylene blue. Synthesis is done by varying the calcination temperature, mol percent Ni and N. The variation of temperature calcination of 400 °C; 500 °C and 600 °C, variations mol percent Ni and mol percent N is 2.5%; 5% and 10%. The purpose of the calcination temperature variations to determine the optimum condition that is characterized by the percentage of anatase phase. TiO<sub>2</sub> without doping and doped Ni and N were characterized using XRD, DR-UV, FTIR, SEM-EDX and test aktivitas degradation of methylene blue using a UV-Vis spectrophotometer. TiO<sub>2</sub> synthesis various calcination temperature 400, 500 and 600 showed anatase phase at temperatur of 400 at peak 25,35°; 38,62°; 48,09°. Particle size of each 8,48 ; 12,1 and 14,18 nm. Ni-N-TiO<sub>2</sub> various percent mole Ni:N=2,5%:2,5%; 2,5%:5%; 2,5%:10%; 5%:2,5% and 10%:2,5% Particle size of each 19,09; 23,75; 17,23; 33,30 and 23,75 nm. Characterization using DR-UV Ni-TiO<sub>2</sub> and N-TiO<sub>2</sub> with various 2,5%; 5%; 10% has band gap 3,080; 3,182; 3,192eV and 3,093; 3,132; 3,151 eV. Ni-N-TiO<sub>2</sub> with various percent mole Ni:N=2,5%:2,5%; 2,5%:5%; 2,5%:10%; 5%:2,5%; 10%:2,5% has band gap 3,087; 3,089; 3,141; 3,111; 3,149 eV. Ni-N-TiO<sub>2</sub> characterized by SEM-EDX show the crystal morphology is rough as rocks. Characterization using FTIR showed absorption in the 500-900 cm<sup>-1</sup> is a Ti-O stretching vibration in TiO<sub>2</sub>, 3448 cm<sup>-1</sup> is stretching vibration OH owned Ti-OH bonds, and absorption at 1635 cm<sup>-1</sup> stretching vibration owned H<sub>2</sub>O bending vibration spectrum and the area of 407,63 and 147362 a spectrum of Ti-N and N-O. Activity test the Ni-N-TiO<sub>2</sub> showed optimum degradation time 60 mi with a percentage degradation of 60,15%.

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL.....	i
PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....	iii
PENGESAHAN .....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN .....	v
KATA PENGANTAR .....	vi
ABSTRAK .....	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan .....	4
1.4 Manfaat .....	4
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1 Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	5
2.2 Nikel (Ni).....	9
2.3 Nitrogen (N) .....	11
2.4 Doping Ganda Ni dan N .....	12
2.5 Metode Sol Gel .....	14
2.6 Fotodegradasi.....	15
2.7 Metilen Biru .....	17
2.8 Instrumentasi .....	18
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	25
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian .....	25
3.2 Variabel Penelitian .....	25

3.3	Alat dan Bahan .....	26
3.4	Cara Kerja .....	26
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....		30
4.1	Hasil Penelitian .....	30
4.1.1	Sintesis TiO <sub>2</sub> , Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	30
4.1.2	Karakterisasi .....	31
4.1.2.1	XRD.....	31
4.1.2.2	DR-UV .....	32
4.1.2.3	FTIR .....	34
4.1.2.4	SEM .....	34
4.1.2.5	Spektrofotometer UV-Vis .....	35
4.2	Pembahasan Hasil Penelitian .....	36
4.2.1	Pengaruh Dopan Ni pada TiO <sub>2</sub> .....	39
4.2.2	Pengaruh Dopan N pada TiO <sub>2</sub> .....	42
4.2.3	Pengaruh Dopan Ganda Ni dan N pada TiO <sub>2</sub> .....	44
4.2.4	Analisis Morfologi Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> , Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	49
4.2.5	Analisis Gugus Fungsi Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> , Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	51
4.2.6	Uji Aktivitas Ni-N-TiO <sub>2</sub> untuk Degradasi MB.....	53
BAB 5 PENUTUP .....		57
5.1	Simpulan .....	57
5.2	Saran .....	58
DAFTAR PUSTAKA .....		59
LAMPIRAN.....		63

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
4.1 TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis dengan Variasi Temperatur Kalsinasi.....	30
4.2 Ni-TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis dengan Variasi Persen Mol Ni.....	30
4.3 N-TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis dengan Variasi Persen Mol N.....	31
4.4 Hasil Uji Aktivitas Degradasi <i>Methylene Blue</i> .....	35
4.5 Data Ukuran Rerata Kristal TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis .....	39
4.6 Nilai $\lambda$ serta <i>band gap</i> Ni-TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis .....	41
4.7 Nilai $\lambda$ serta <i>band gap</i> N-TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis .....	43
4.8 Perhitungan Ukuran Kristal Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	47
4.9 Nilai $\lambda$ dan <i>band gap</i> Ni-N-TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis.....	49

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> .....	6
2.2 Mekanisme Fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	6
2.3 Struktur Molekul Metilen Biru .....	18
2.4 Contoh Hasil Analisis XRD dari Sampel Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	19
2.5 Contoh Hasil Analisis DR-UV dari Sampel Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	21
2.6 Contoh Hasil SEM TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> , Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	22
4.1 Difraktogram TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis Variasi Suhu.....	32
4.2 Hasil DR-UV Ni-TiO <sub>2</sub> dengan Variasi Persen Mol Ni.....	32
4.3 Hasil DR-UV Ni-TiO <sub>2</sub> dengan Variasi Persen Mol N .....	33
4.4 Hasil DR-UV Doping Ganda Ni dan N .....	33
4.5 Hasil Karakterisasi FTIR Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> dan Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	34
4.6 SEM TiO <sub>2</sub> , Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> dan Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	35
4.7 Kurva Hubungan antara hv dengan Khv <sup>2</sup> untuk Sampel Ni-TiO <sub>2</sub> .....	40
4.8 Kurva Hubungan antara hv dengan Khv <sup>2</sup> untuk Sampel N-TiO <sub>2</sub> .....	43
4.9 Difraktogram Ni-N-TiO <sub>2</sub> dengan Komposisi N Tetap dan Variasi Ni .....	45
4.10 Difraktogram Ni-N-TiO <sub>2</sub> dengan Komposisi Ni Tetap dan Variasi N.....	46
4.11 Kurva Hubungan antara hv dengan Khv <sup>2</sup> untuk Sampel Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	48
4.12 Kurva Hubungan antara Konsentrasi dengan Absorbansi MB .....	54
4.13 Hubungan Katalis Ni-N-TiO <sub>2</sub> terhadap Persen Degradasi .....	55

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Diagram Alir Penelitian .....	63
2. Perhitungan Bahan .....	69
3. Dokumentasi Penelitian .....	77
4. Data JCPDS TiO <sub>2</sub> .....	78
5. Perhitungan <i>Band gap</i> Ni-TiO <sub>2</sub> dan N-TiO <sub>2</sub> .....	80
6. Data Hasil Analisis XRD .....	81
7. Perhitungan Ukuran Kristal Kristal .....	87
8. FTIR Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> , Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	94
9. SEM EDX TiO <sub>2</sub> , Ni-TiO <sub>2</sub> , N-TiO <sub>2</sub> , Ni-N-TiO <sub>2</sub> .....	97
10. Grafik Hubungan antara $h\nu$ dengan $Kh\nu^2$ .....	101
11. Hasil Absorbansi dan Persentase Degradasi MB .....	103

# BAB 1

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Ketersediaan sinar matahari di Indonesia sangat melimpah. Sinar matahari sebagian besar adalah sinar tampak, sedangkan sinar UV hanya terdapat sekitar 3-4 % saja (Effendi, 2012). Pemanfaatan fotokatalis saat ini dikembangkan untuk mendapatkan material fotokatalis yang aktif pada sinar tampak sehingga bisa menggunakan sinar matahari yang sudah tersedia di alam sebagai sumber energinya.

Material zat padat terbagi menjadi tiga jenis berdasarkan sifat konduktivitas elektrik. Material dengan sifat konduktivitas listrik yang sangat tinggi disebut konduktor, material dengan sifat konduktivitas listrik yang rendah disebut insulator, dan material yang sifat konduktivitasnya diantara dua zat tersebut disebut semikonduktor (Hakim, 2013).

Fotokatalisis didefinisikan sebagai kombinasi proses fotokimia dan katalis, yaitu proses transformasi kimia yang menggunakan foton sebagai sumber energi dan katalis sebagai pemercepat laju transformasi. Proses tersebut didasarkan pada kemampuan ganda suatu material semikonduktor (seperti  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{ZnS}$ ) untuk menyerap foton dan melakukan reaksi transformasi antar muka material secara simultan (Slamet, 2012). Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  merupakan semikonduktor yang memiliki berbagai keunggulan antara lain, memiliki kestabilan yang tinggi, ketahanan terhadap korosi, ketersediaan yang melimpah di alam, dan harga yang relatif murah (Radecka, 2008)

Titanium dioksida atau *titania* ( $\text{TiO}_2$ ) merupakan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebar (3,2 eV-3,8 eV) sehingga hanya memiliki efisiensi fotokatalitik sebesar 5% dari energi matahari (Effendi, 2012). Agar penggunaan energi matahari dapat efektif, maka perlu dilakukan usaha untuk memperkecil energi celah pita dengan cara memodifikasi permukaan  $\text{TiO}_2$ .

Upaya untuk merekayasa  $\text{TiO}_2$  menjadi lebih baik adalah dengan memodifikasi  $\text{TiO}_2$  melalui metode doping dan impregnasi. Metode impregnasi merupakan metode penyisipan dopan pada struktur kristal  $\text{TiO}_2$  yang telah terbentuk dilakukan dengan cara mengganti sebagian atom Ti yang terdapat pada struktur  $\text{TiO}_2$  dengan atom lain. Metode *doping* tidak dilakukan dengan cara menyisipkan dopan pada  $\text{TiO}_2$  yang telah terbentuk, namun dengan cara menyisipkan dopan pada struktur  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dari awal. Metode ini lebih dipilih dibandingkan metode impreg karena distribusi dopan pada struktur  $\text{TiO}_2$  dapat lebih merata dan homogen. Penyisipan dopan pada struktur  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dari awal ini dimungkinkan akan menghasilkan struktur kristal yang lebih tertata sehingga memiliki sifat kristal yang lebih baik (Rilda, 2008)

Doping non logam yang umumnya ditambahkan pada  $\text{TiO}_2$  adalah N, C, S, P dan F. Dari berbagai unsur non logam tersebut, nitrogen adalah dopan yang cukup efektif karena ukurannya yang tidak jauh berbeda dengan oksigen dan energi ionisasinya yang kecil. Selain itu, nitrogen juga dapat menurunkan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  sehingga dapat meningkatkan kualitas lapisan tipis  $\text{TiO}_2$  (Yin *et al.*, 2010).

Logam-logam yang sering digunakan sebagai dopan pada  $\text{TiO}_2$  diantaranya platina, nikel, molibdenum dan paladium, karena logam-logam ini



mempunyai aktivitas fotokatalitik yang baik. Namun karena harga platina, molibdenum dan paladium yang mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Yao, 2010). Pada penelitian Takashi *et al.* (2003), logam nikel telah diuji sebagai dopan untuk menaikkan efisiensi fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada daerah sinar tampak serta mengurangi *band gap* pada TiO<sub>2</sub>.

Doping logam akan berfungsi sebagai perangkap elektron dan doping non logam akan bertindak sebagai perangkap *hole*. Sun *et al.*, (2010) mengkaji penggunaan doping ganda ke dalam TiO<sub>2</sub> dengan metode sol gel. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan doping ganda mampu menggeser aktivitas ke sinar tampak. Penggunaan doping ganda meningkatkan produksi hidrogen 10 kali lipat lebih banyak dibanding doping tunggal, dan 90 kali lebih banyak dibandingkan TiO<sub>2</sub> murni. Penggunaan dopan logam-non logam telah lama dikembangkan.

Metode untuk memasukkan logam Ni ke dalam TiO<sub>2</sub> dapat dilakukan dengan berbagai cara antara lain metode kopresipitasi, metode hidrotermal dan metode sol gel. Dibandingkan dengan metode kopresipitasi dan metode hidrotermal, para peneliti lebih senang menggunakan metode sol gel karena metode sol gel dapat diaplikasikan untuk preparasi nanopartikel karena dapat mengontrol ukuran partikel dan homogenitasnya (Liqun *et al.*, 2005).

Oleh karena itu penelitian ini akan dikembangkan penggunaan unsur Ni dan N yang disisipkan ke dalam TiO<sub>2</sub> menggunakan metode sol gel untuk menurunkan celah pita energi fotokatalis agar dapat menyerap panjang gelombang sinar tampak.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut maka diperoleh beberapa rumusan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh pemberian dopan tunggal Ni dan N terhadap *band gap* material Ni-TiO<sub>2</sub> dan N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan metode sol gel?
2. Bagaimana pengaruh pemberian dopan ganda Ni dan N terhadap *band gap* material Ni-N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan metode sol gel?
3. Bagaimana uji aktivitas Ni-N-TiO<sub>2</sub> dalam mendegradasi metilen biru?

## 1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh pemberian dopan tunggal Ni dan N terhadap *band gap* material Ni-TiO<sub>2</sub> dan N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan metode sol gel
2. Mengetahui pengaruh pemberian dopan ganda Ni dan N terhadap *band gap* material Ni-N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis menggunakan metode sol gel
3. Mengetahui uji aktivitas Ni-N-TiO<sub>2</sub> dalam mendegradasi metilen biru.

## 1.4 Manfaat

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah :

1. Mengembangkan proses pembuatan material fotokatalis berbasis TiO<sub>2</sub> yang mampu aktif bekerja di bawah sinar tampak.
2. Memberikan kontribusi dalam pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi tentang material fotokatalis yang diharapkan mampu diaplikasikan dalam bidang lingkungan dan energi terbarukan.

## BAB 2

### TINJAUAN PUSTAKA

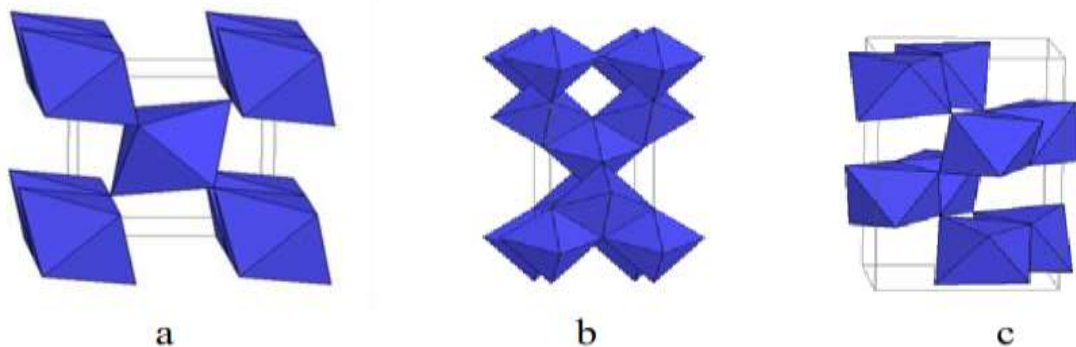
#### 2.1 Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)

TiO<sub>2</sub> merupakan senyawa yang tersusun atas Ti (IV) dan molekul O<sub>2</sub> dalam konfigurasi oktahedron. Oksida TiO<sub>2</sub> merupakan padatan berwarna putih dengan berat molekul 79,90 dengan titik lebur 1885°C. Senyawa ini tidak larut dalam air, asam klorida dan asam nitrat, tetapi larut dalam asam sulfat pekat (Cotton *et al.*, 1999).

TiO<sub>2</sub> mempunyai tiga jenis bentuk kristal diantaranya rutil (tetragonal), anatas (tetragonal), brokit (ortorombik). Diantara ketiganya, TiO<sub>2</sub> kebanyakan berada dalam bentuk rutil dan anatas yang keduanya mempunyai struktur tetragonal. Secara termodinamik kristal anatas lebih stabil dibandingkan rutil (Fujishima, 2005). Berdasarkan ukurannya, anatas secara termodinamika stabil pada ukuran kristal kurang dari 11 nm, brokit antara 11-35 nm dan rutil lebih dari 35 nm. Rutil mempunyai stabilitas fase pada suhu tinggi dan mempunyai *band gap* sebesar 3,0 eV (415 nm), sedangkan anatas yang terbentuk pada suhu rendah memiliki *band gap* sebesar 3,2 eV (380 nm) (Licciuli, 2002).

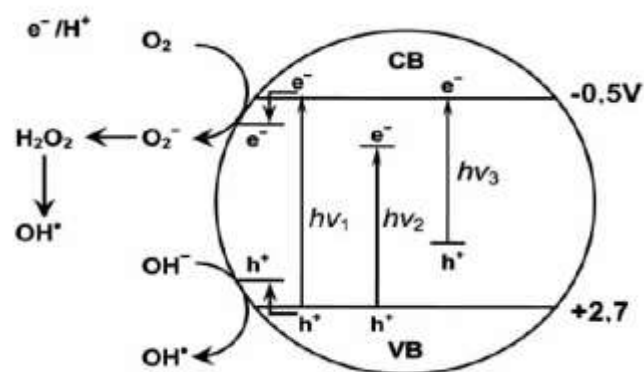
Diantara ketiga bentuk tersebut, rutil dan anatas yang mudah diamati dan mempunyai peran penting dalam aktivitas fotokatalitik di alam sedangkan brokit sulit diamati karena tidak stabil (Fujishima, 2005). Anatas dan rutil memiliki perbedaan dalam massa jenis yaitu 3,9 g/mL untuk massa jenis anatas dan massa jenis rutil 4,2 g/L. Peranan TiO<sub>2</sub> dalam bidang industri sebagai pigmen, adsorben, pendukung katalitik dan semikonduktor. Senyawa ini banyak digunakan dalam

industri karena mempunyai banyak kelebihan yaitu non toksik, stabil, non korosif, tidak larut dalam air dan ramah lingkungan (Ahmed, 2010). Bentuk fase  $\text{TiO}_2$  rutil, anatas dan brukit dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  a) *Rutil*; b) *Anatas* c) *Brukite* (Gnanasekar *et al.*, 2002)

Energi celah pita (*band gap*) adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Ketika suatu semikonduktor dikenai energi yang sesuai dengan energi celah pita, maka elektron akan tereksitasi ke pita konduksi sehingga meninggalkan muatan positif yang disebut *hole*. *Hole* yang dominan sebagai pembawa disebut semikonduktor tipe-p, sedangkan elektron yang dominan sebagai pembawa disebut semikonduktor tipe-n (Zsolt, 2011).



Gambar 2.2 Mekanisme fotokatalis  $\text{TiO}_2$  ( $h\nu_1 = \text{TiO}_2$  murni,  $h\nu_2 = \text{TiO}_2$  dengan doping ion logam,  $h\nu_3 = \text{TiO}_2$  dengan doping non logam) (Zaleska, 2008)

Gambar 2.2 menunjukkan mekanisme penambahan ion logam dan non logam ke dalam semikonduktor  $\text{TiO}_2$  yang dapat memperbaiki aktivitas fotokatalitik. Pada Gambar 2, tampak bahwa setelah foton dengan energi yang sesuai atau melebihi celah energi  $\text{TiO}_2$  menghasilkan pasangan elektron-hole di permukaan, elektron kemudian dieksitasi ke pita konduksi, sedangkan hole terbentuk di pita valensi. Elektron yang tereksitasi ini dapat bergabung kembali dengan hole dengan melepaskan panas, terperangkap dalam kondisi stabil di permukaan atau bereaksi dengan donor elektron dan akseptor elektron teradsorpsi di permukaan semikonduktor atau di sekitar lapisan ganda listrik partikel yang bermuatan (Zaleska, 2008).

Aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  yang didoping dengan logam tertentu dapat dijelaskan dengan adanya tingkat energi baru  $\text{TiO}_2$  akibat dispersi logam yang dimasukkan dalam matriks  $\text{TiO}_2$ . Elektron tereksitasi dari pita valensi ke tingkat energi tertentu di bawah pita konduksi  $\text{TiO}_2$  akibat mengabsorpsi cahaya dengan energi  $h\nu$ . Keuntungan adanya penambahan logam transisi ke dalam matriks  $\text{TiO}_2$  adalah pemerangkapan elektron diperbaiki sehingga rekombinasi hole-elektron dapat diperkecil selama iradiasi. Selain menghasilkan band gap yang baru, doping logam khususnya Ni sekaligus dapat menjadi ko-katalis yang bekerja mempercepat aktivitas fotokatalis (Zaleska, 2008).

Doping non logam seperti halnya nitrogen ada beberapa pendapat mengenai mekanismenya. Kendatipun demikian, secara umum dapat disimpulkan bahwa akibat substitusi N ke dalam struktur  $\text{TiO}_2$  menghasilkan tingkat energi tak murni di atas pita valensi. Iradiasi oleh cahaya UV mengeksitasi elektron dalam pita valensi maupun tingkat energi tak murni. Iradiasi oleh cahaya tampak hanya

mengeksitasi elektron di tingkat energi tak murni. Adanya situs-situs yang kekurangan oksigen dalam  $\text{TiO}_2$  menghasilkan aktivitas fotokatalitik dalam daerah cahaya tampak. Doping N ke dalam matriks  $\text{TiO}_2$  untuk menciptakan situs yang kekurangan oksigen adalah hal penting untuk menghentikan terjadinya reoksidasi (Zaleska, 2008).

Anatas merupakan tipe yang paling aktif karena memiliki *band gap* (celah pita energi yang menggambarkan energi cahaya minimum yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron) sebesar 3,2 eV (lebih dekat ke sinar UV, panjang gelombang maksimum 388 nm), sedangkan rutil 3,0 eV (lebih dekat ke sinar tampak, panjang gelombang maksimum 413 nm). Perbedaan ini membuat letak *conduction band* (CB : tingkat energi hasil hibridisasi yang berasal dari kulit 3d titanium) dari anatas lebih tinggi daripada rutil, sedangkan *valence band* (VB : tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p oksigen) anatas dan rutil sama yang membuat anatas mampu mereduksi oksigen molekular menjadi superoksida serta mereduksi air menjadi hidrogen (Linsebigler, 1995). Semakin kecil *band gap*, semakin mudah pula fotokatalis menyerap foton dengan tingkat energi lebih kecil namun kemungkinan *hole* dan elektron untuk berekombinasi juga semakin besar. Oleh karenanya, kedua aspek ini perlu dipertimbangkan dalam pemilihan fasa semikonduktor  $\text{TiO}_2$ .  $\text{TiO}_2$  anatas bersifat metastabil dan cenderung bertransformasi menjadi rutil pada suhu tinggi (sekitar  $915^\circ\text{C}$ ). Fase rutil  $\text{TiO}_2$  menunjukkan fotoaktivitas yang lebih rendah dari fase anatas.

Faktor yang mempengaruhi transformasi anatas-rutil, antara lain (Cristallo, 2001):

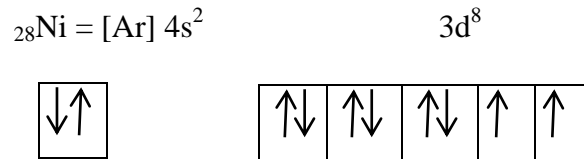
- 1) Dimensi rata-rata partikel dan kristal
- 2) Adanya *impurities* pada bagian dalam dan permukaan  $\text{TiO}_2$  meningkatkan transformasi anatas-rutil sedangkan keberadaan  $\text{SO}_4^{2-}$  dan  $\text{SiO}_2$  menurunkan kinetika reaksi)
- 3) Komposisi gas di sekitar katalis selama reaksi katalitik

## 2.2 Nikel (Ni)

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

Logam-logam seperti platina, nikel, molibdenum, dan paladium merupakan jenis katalis yang sering digunakan untuk reaksi katalitik. Namun karena harga platina dan paladium yang sangat mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Yao, 2010).

Nikel mempunyai orbital 3d yang belum penuh. Sesuai dengan aturan hund, pada orbital 3d ini terdapat dua elektron tak berpasangan. Keadaan inilah yang menentukan sifat-sifat nikel. Oleh karena itu, logam nikel mudah membentuk ikatan kovalen koordinat sehingga pembentukan zat antara pada permukaan katalis menjadi lebih mudah (Mulyaningsih, 2012). Dalam mekanisme reaksi yang menggunakan katalis padatan terjadi peristiwa absorpsi molekul-molekul reaktan pada permukaan padatan logam yang memiliki elektron tak berpasangan dalam orbital d. Konfigurasi atom nikel adalah sebagai berikut :



Logam nikel ini telah diuji Takashi *et al.* (2003) sebagai dopan untuk menaikkan efisiensi fotokatalis TiO di daerah sinar tampak. Menurut Ibram *et al.* (2011) ukuran kristalin TiO<sub>2</sub> sebelum didoping dengan Ni 17,82 nm dan luas area 23,25 m<sup>2</sup>/g setelah didoping menggunakan Ni ukuran kristal menjadi 16,03 nm dan luas area 40,71 m<sup>2</sup>/g. Motahari *et al.*, (2013) mengatakan bahwa TiO<sub>2</sub> murni memiliki diameter rata-rata sekitar 19,92 nm, dan ketika didoping dengan NiO diameter rata-rata NiO/TiO<sub>2</sub> menjadi sekitar 14,33 nm. Ketika TiO<sub>2</sub> didoping dengan Ni ataupun NiO maka pertumbuhan kristal TiO<sub>2</sub> menjadi terhambat hal ini menyebabkan ukuran kristal menjadi sempit sehingga aktivitas fotokatalis menjadi meningkat. Semakin kecil ukuran partikel maka celah pita energi semakin lebar. Persamaan sederhana yang menghubungkan lebar celah pita dan ukuran partikel telah diturunkan oleh *Brush* dengan menggunakan aproksimasi massa efektif, yaitu  $E_r(R) = E_g(\infty) + \frac{\pi^2}{2R^2} \left( \frac{1}{m_e} + \frac{1}{m_h} \right) - \frac{1,8e^2}{4\pi\epsilon_0 kR}$

Menurut Chen (2008) ketika permukaan TiO<sub>2</sub> terkena sinar UV maka akan terbentuk *hole* dan elektron yang akan berinteraksi dengan donor. Dengan adanya pergerakan pasangan *hole*-elektron, doping Ni ketika dikenai sinar akan terjadi eksitasi elektron dari pita valensi ke tingkat energi tertentu di bawah pita konduksi TiO<sub>2</sub> yang akan menghasilkan *band gap* baru. menurunnya energi *gap*. Doping Ni ke dalam TiO<sub>2</sub> berfungsi sebagai pemerangkapan elektron sehingga rekombinasi hole-elektron dapat diperkecil selama iradiasi.



TiO<sub>2</sub> merupakan material logam semikonduktor yang digunakan untuk fotokatalis. Hasil penelitian Hu *et al.*, (2010) telah membuktikan bahwa TiO<sub>2</sub> menunjukkan aktivitas dan stabilitasnya terhadap sinar tampak ketika didoping dengan ko-katalis NiO. Dari hasil sintesis menggunakan metode sol gel dengan perbandingan berat 0,2%, 0,7%, 3%, dan 15%, katalis NiO 3% yang aktif paling pada daerah sinar tampak. Kehadiran ion Ti<sup>3+</sup> biasanya menginduksi kekurangan oksigen, yang ditandai dengan warna gelap. Warna gelap ini yang menyebabkan struktur dapat menyerap semua panjang gelombang dan tidak dapat menyerap cahaya di celah pita. TiO<sub>2</sub> yang memiliki pita konduksi 0,51 eV sedangkan Ni-TiO 0.33 eV (Dolat *et al.*, 2014).

### **2.3 Nitrogen (N)**

Gas nitrogen (N<sub>2</sub>) terkandung sebanyak 78,1% di udara. Nitrogen mempunyai nomor atom 7 dengan konfigurasi elektron 1s<sup>2</sup> 2s<sup>2</sup> 2p<sup>3</sup>. Ketiga elektron yang berada pada subkulit 2p digunakan untuk membentuk ikatan kovalen rangkap 3 dengan atom nitrogen yang lain. Ikatan rangkap 3 pada nitrogen sangat pendek yaitu 0,070 nm sehingga ikatan ini sangat kuat (Rahayu, 2012).

Nitrogen dapat disisipkan ke dalam material TiO<sub>2</sub> karena jari-jari ionik dari nitrogen dan oksigen tidak jauh berbeda. Selain itu, orbital 2p dari nitrogen dekat dengan orbital 2p dari oksigen sehingga mampu membentuk level energi baru di atas pita valensi TiO<sub>2</sub> sehingga energi *gap* dari TiO<sub>2</sub> dapat dipersempit sehingga aktivitasnya bisa bergeser ke daerah sinar tampak serta meningkatkan efisiensi fotokatalis TiO<sub>2</sub> (Ran *et al.*, 2006).

Strategi menurunkan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan doping nonlogam, khususnya menggunakan nitrogen paling banyak digunakan. Untuk mengembangkan fotokatalis yang respon terhadap cahaya tampak karena efektivitasnya dalam menghasilkan penyempitan celah pita. Doping nitrogen dapat mengubah baik struktur permukaan  $\text{TiO}_2$ , yang menentukan respon terhadap cahaya tampak dan transfer pembawa ke permukaan fotokatalis. Pergeseran maksimum pita valensi mengindikasikan adanya peningkatan daya oksidasi *hole* pada material N-  $\text{TiO}_2$  (Liu *et al.*, 2009)

Cheng *et al.* (2012) melakukan penelitian sintesis nanopartikel N- $\text{TiO}_2$  anatas dengan menggunakan metode sol gel untuk degradasi fenol. Material N- $\text{TiO}_2$  anatas memiliki energi celah pita sebesar 1,95 eV dimana energi celah pita  $\text{TiO}_2$  murni sebesar 3,10 eV. Persen degradasi fenol juga mengalami peningkatan ketika menggunakan fotokatalis nanopartikel N- $\text{TiO}_2$  yaitu sebesar 69,3%, dimana persen degradasi menggunakan fenol tanpa doping sebesar 24%. Peningkatan persen degradasi fenol dengan menggunakan N- $\text{TiO}_2$  dikarenakan fase anatas dan turunnya energi celah pita.

Gurkan *et al.*, (2012) telah melakukan sintesis N- $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan metode impregnasi  $\text{TiO}_2$  P25 degusa dengan urea sebagai sumber nitrogen untuk degradasi sefazolin. Material N-  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis memiliki energi celah pita sebesar 2,90; 2,88 dan 2,79 eV untuk kadar nitrogen 0,10; 0,25 dan 0,50 b/b. Keberadaan dopan nitrogen tidak hanya menurunkan energi celah pita, tetapi juga meningkatkan efisiensi reaksi fotodegradasi sefazolin jika dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan.

## 2.4 Doping Ganda Ni dan N

Penggunaan dopan ganda ion logam transisi dan unsur non logam mampu menurunkan energi celah pita karena adanya efek sinergis dari kedua jenis dopan, yaitu terbentuknya level energi diatas pita valensi dan dibawah pita konduksi. Penggunaan dopan ganda ini selain menyebabkan penurunan energi celah pita juga mampu meningkatkan pemisahan antara *hole* dan elektron. Ion logam transisi mampu bertindak sebagai mediator untuk transfer muatan pada permukaan katalis. Pemisahan *hole* dan elektron ini dapat meningkatkan efisiensi aktivitas fotokatalis karena proses rekombinasi dapat diminimalkan. Penambahan dopan ganda berupa Ni dan N ke material TiO<sub>2</sub> menyebabkan terjadinya penurunan energi celah pita. Hal ini dikarenakan terbentuknya level energi baru diantara celah pita. Dopan Ni menghasilkan level energi baru di bawah pita konduksi dan dopan N menghasilkan level energi baru di atas pita valensi sehingga akan menyebabkan terjadinya penurunan energi celah pita. Adanya Ni dan N menyebabkan terjadinya peningkatan serapan material TiO<sub>2</sub> di daerah sinar tampak (Hakim, 2013).

Dolat *et al.* (2014) mengkaji aktivitas fotokatalis Ni dan N yang didepositkan ke dalam matriks TiO<sub>2</sub> dengan menggunakan metode impregnasi untuk fotodegradasi asam asetat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa terjadi penurunan energi *gap* karena terbentuknya level energi baru dibawah pita konduksi dan diatas pita valensi. Penelitian yang dilakukan Dolat *et al.*, (2014) menghasilkan material Ni-N-TiO<sub>2</sub> yang memiliki energi *gap* sebesar 2,16 eV, sedangkan TiO<sub>2</sub> sebesar 3,0 eV. Penurunan energi celah pita pada TiO<sub>2</sub> terdoping ganda terjadi karena adanya efek sinergis dari Ni dan N. Kehadiran dopan logam transisi dan dopan nonlogam menyebabkan terbentuknya beberapa level energi

baru di antara celah pita  $\text{TiO}_2$ . Daya serap  $\text{TiO}_2$  murni  $0,008 \mu\text{mol}\cdot\text{min}^{-1}$ , Ni-N- $\text{TiO}_2$   $0,028 \mu\text{mol}\cdot\text{min}^{-1}$ . Kehadiran dopan ganda juga dapat menyebabkan peningkatan penyerapan di daerah sinar tampak yang disebabkan karena adanya formasi level energi dopan Ni di celah pita  $\text{TiO}_2$  (Dolat *et al.*, 2014)

Selain menggeser aktivitas  $\text{TiO}_2$  ke daerah sinar tampak, doping logam nonlogam juga mampu meningkatkan efisiensi fotokatalitik. Hal ini dikarenakan kemampuan meminimalkan terjadinya proses rekombinan antara *hole* dan elektron.  $\text{TiO}_2$  yang didoping dengan Ni akan membentuk tingkat energi baru  $\text{TiO}_2$ . Elektron tereksitasi dari pita valensi ke tingkat energi tertentu di bawah pita konduksi  $\text{TiO}_2$  akibat mengabsorpsi cahaya dengan energi *gap*. Doping nitrogen ke dalam struktur  $\text{TiO}_2$  menghasilkan tingkat energi tak murni di atas pita valensi (Zaleska, 2008). Dengan adanya doping Ni dan N akan menurunkan band gap  $\text{TiO}_2$ . Penggunaan doping logam nonlogam dikaji oleh Sun *et al.* (2010). Mereka mengkaji penggunaan doping Ce dan N ke dalam matriks  $\text{TiO}_2$  dengan menggunakan metode sol gel. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan doping ganda mengakibatkan pergeseran aktivitas ke sinar tampak. Penggunaan doping ganda ini juga dapat meningkatkan produksi gas hydrogen 10 kali lipat lebih banyak dibanding doping tunggal. Li *et al.* (2012) juga mengkaji aktivitas fotodegradasi metilen biru dengan menggunakan Fe dan N. Hasilnya menunjukkan bahwa penggunaan doping ganda menghasilkan energi celah pita lebih kecil dibandingkan doping tunggal dan tanpa doping sehingga lebih aktif di daerah sinar tampak. Aktivitas fotodegradasi metilen biru paling tinggi ketika menggunakan doping ganda yaitu 57,42% ketika menggunakan Fe- $\text{TiO}_2$  dan N- $\text{TiO}_2$  hanya 47% dan 45%.

## 2.5 Metode Sol Gel

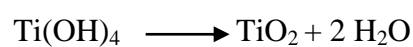
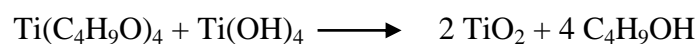
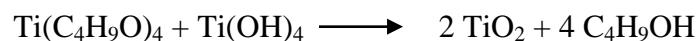
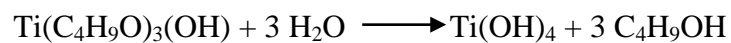
Sol merupakan sistem koloid yang padatnya tersuspensi dalam cairan, bentuknya cair tetapi berwarna keruh karena banyaknya padatan. Partikel yang diperoleh berdiameter berkisar antara 1-100 nm. Gel merupakan sistem koloid yang cairannya sudah bercampur dengan padatan, bentuknya padat tapi mengandung air.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

Metode sol gel merupakan salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana. Proses sol gel diawali dengan pembentukan koloid yang memiliki padatan tersuspensi di dalam larutannya. Sol ini kemudian akan mengalami perubahan fase menjadi gel, yaitu koloid yang memiliki fraksi solid yang lebih besar daripada sol. Gel ini akan mengalami kekakuan dan dapat dipanaskan untuk membentuk kerak (Dawnay, 1997).

Menurut Brinker dan Scherer (1990) proses sol-gel dikendalikan oleh:

- a. Hidrolisis, pada tahap ini prekursor yang digunakan akan dilarutkan dalam alkohol dan akan terhidrolisis dengan penambahan air. Semakin banyak air yang ditambahkan akan mengakibatkan proses hidrolisis semakin cepat sehingga proses gelasi juga akan menjadi lebih cepat.

Reaksi hidrolisis menurut Su (2004) adalah :

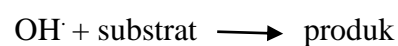


- b. Kondensasi, pada tahap ini akan terjadi transisi dari sol menjadi gel. Molekul-molekul yang telah mengalami kondensasi akan saling bergabung sehingga menghasilkan molekul gel yang mempunyai kerapatan massa yang besar dan akan menghasilkan kristal logam oksida.
- c. *Aging* merupakan tahap pematangan dari gel yang telah terbentuk dari proses kondensasi. Proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan.
- d. Tahap terakhir ialah proses penguapan pelarut yang digunakan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi.

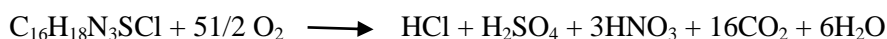
## 2.6 Fotodegradasi

Fotodegradasi adalah reaksi pemecahan senyawa oleh adanya cahaya. Proses fotodegradasi memerlukan suatu fotokatalis, yang umumnya merupakan bahan semikonduktor. Prinsip fotodegradasi adalah adanya loncatan elektron dari pita valensi ke pita konduksi pada loga semikonduktor yang dikenai foton. Loncatan elektron ini menyebabkan timbulnya *hole* yang dapat berinteraksi dengan pelarut (air) membentuk radikal OH. Radikal bersifat aktif dan dapat berlanjut untuk menguraikan senyawa organik.

Proses fotodegradasi akan diawali dengan oksidasi ion OH<sup>-</sup> dari H<sub>2</sub>O membentuk radikal, setelah suatu semikonduktor (TiO<sub>2</sub>) menyerap cahaya membentuk *hole*. Mekanisme reaksinya sebagai berikut:



Sedangkan reaksi fotodegradasi metilen biru dapat ditulis sebagai berikut:



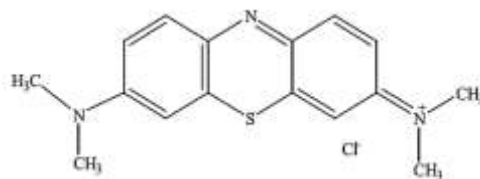
Diantara beberapa logam fotokatalis, oksida Ti dilaporkan memiliki aktivitas yang cukup besar dan efektif selain murah dan non toksik. Dalam reaksi fotokatalis dengan  $\text{TiO}_2$  dalam bentuk rutil kurang menunjukkan aktivitasnya.

## 2.7 Metilen Biru (MB)

Metilen biru (MB) merupakan salah satu zat warna yang digunakan pada bakteriologi, indikator redoks, antiseptik, desinfektan dan bahan pencelup kertas. Kebanyakan zat warna organik merupakan senyawa *non-biodegradable* yang mengandung senyawa azo dan bersifat karsinogen (Kuo *et al.*, 2001). Oleh karena zat warna organik merupakan bahan sintetik lingkungan alami tidak mampu mendegradasi senyawa tersebut sehingga dapat terakumulasi di alam. Jika jumlahnya melebihi konsentrasi maksimum akan menimbulkan masalah lingkungan yang baru. Untuk mengatasinya berbagai metoda telah dikembangkan diantaranya metoda konvensional seperti klorinasi, pengendapan, dan penyerapan karbon aktif. Metoda tersebut membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal sehingga kurang efektif untuk diterapkan di Indonesia. Salah satu metoda yang relatif murah dan mudah diterapkan di Indonesia, yaitu fotodegradasi. Prinsipnya menggunakan fotokatalis yang berasal dari bahan semikonduktor  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{CdS}$  (Ali, 2010).

Dari berbagai bahan semikonduktor yang ada, semikonduktor  $\text{TiO}_2$  dianggap cukup efektif karena memiliki berbagai keunggulan antara lain, memiliki kestabilan yang tinggi, ketahanan terhadap korosi, ketersediaan yang melimpah di alam, dan harga yang relatif murah (Radecka, 2008).

Metilen biru (MB) merupakan senyawa kimia aromatik heterosiklik dengan rumus molekul  $C_{16}H_{18}ClN_3S$ . MB memiliki massa molekul relative 319,85 g/mol dan titik leleh  $100^{\circ}C$ . Pada suhu ruang, MB berbentuk serbuk berwarna merah, tidak berbau dan menjadi berwarna biru ketika dilarutkan di dalam air. Struktur metilen biru ditunjukkan Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur Molekul Metilen Biru

## 2.8 Instrumentasi

Nanopartikel  $TiO_2$  murni maupun  $TiO_2$  yang telah dimodifikasi dengan nitrogen dan nikel, kemudian dikarakterisasi untuk menentukan struktur dan ukuran kristal, *band gap*, persentase logam Ni yang terdopan. Uji yang dilakukan untuk mengkarakterisasi fotokatalis  $TiO_2$ , Ni- $TiO_2$ , N- $TiO_2$  dan Ni-N- $TiO_2$  adalah XRD, DR-UV, SEM, FTIR dan Spektro fotometer UV-Vis.

### 2.8.1 Spektrofotometer *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan dalam karakterisasi material tentang struktur dan ukuran padatan kristalin yang telah disintesis. Sampel dianalisis untuk mengetahui struktur kristal yang diketahui dari peak-peak yang terbentuk pada difaktogram

Apabila semua puncak difraksi sinar-X hasil penelitian cocok dengan puncak-puncak difraksi pada pola difraksi sinar-X standar  $TiO_2$ , maka senyawa yang terbentuk murni  $TiO_2$  tanpa terbentuk senyawa lain (pengotor).

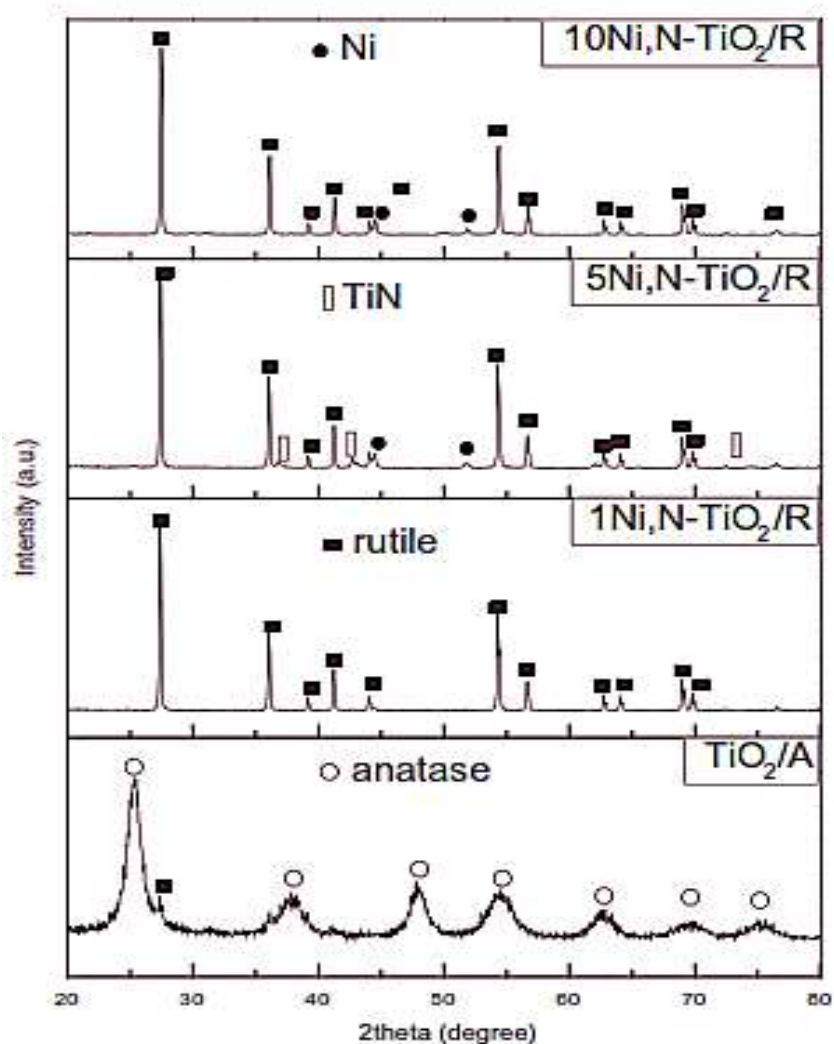


Hasil pola difraksi sinar-X juga dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristalit senyawa yang terbentuk. Untuk menentukan ukuran kristalit dapat digunakan persamaan Deybe-Scherrer (Becheri *et al.*, 2008):

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

D = ketebalan kristal yang juga dapat dianggap sebagai ukuran Kristal (nm), K = konstanta material yang nilainya kurang dari satu, nilai yang umum dipakai untuk K adalah (0,9),  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X yang digunakan pada waktu pengukuran (nm), B = lebar setengah puncak pada difraktogram,  $\theta$  = berasal dari data grafik  $2\theta$  pada difraktogram (Becheri *et al.*, 2008).

Berikut ini adalah contoh hasil analisis XRD dari sampel Ni-N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan metode impregnasi (Dolat *et al.*, 2014).



Gambar 2.4 Contoh Hasil Analisis XRD Sampel Ni-N-TiO<sub>2</sub> (Dolat *et al.*, 2014)

### 2.8.2 UV-Vis Diffuse Reflektansi

Spektrofotometri UV-Vis Diffuse Reflektansi merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui besarnya *band gap* hasil sintesis. Metode ini didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Reflektansi yang terukur dihitung menggunakan persamaan Tauc (persamaan 3.2)

$$(h\nu\alpha)^{1/n} = A (h\nu - E_g) \quad (3.2)$$

Nilai  $\alpha$  pada persamaan 3.2 dapat disubstitusikan dengan fungsi reflektansi  $F(R_\infty)$ , menjadi persamaan 3.3

$$(hv\alpha(R_\infty))^{1/n} = A (hv - E_g) \quad (3.3)$$

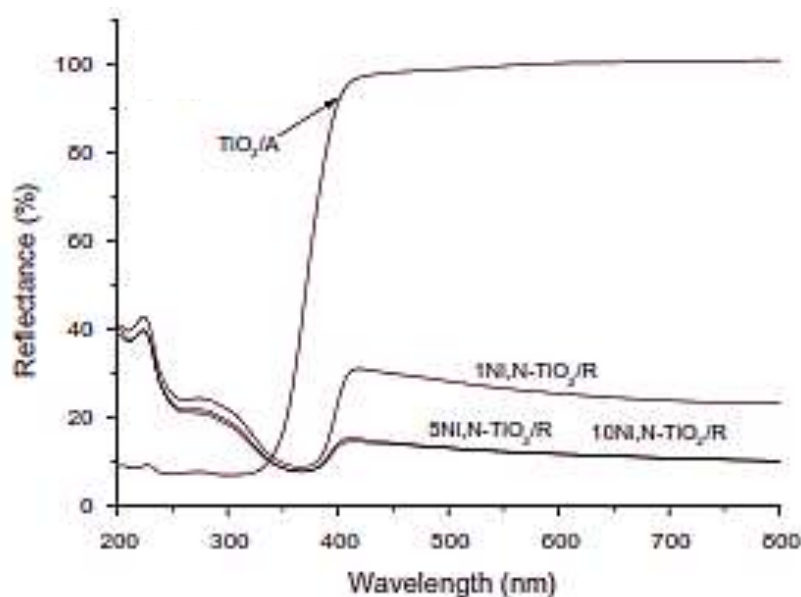
Fungsi reflektansi dapat disubstitusikan dengan koefisien Kubelka-Munk (Persamaan 3.4):

$$K = \frac{(1 - R)^2}{2R} \quad (3.4)$$

Sehingga persamaan Tauc menjadi persamaan 3.5

$$(Khv)^{1/n} = A (hv - E_g) \quad (3.5)$$

Spektrum UV-Vis Difusi Reflektansi berupa kurva hubungan antara  $(Khv)^2$  melawan  $hv$ . Berikut ini adalah contoh hasil analisis DR-UV dari sampel Ni-N-TiO<sub>2</sub> yang disintesis dengan metode impregnasi (Dolat *et al.*, 2014)

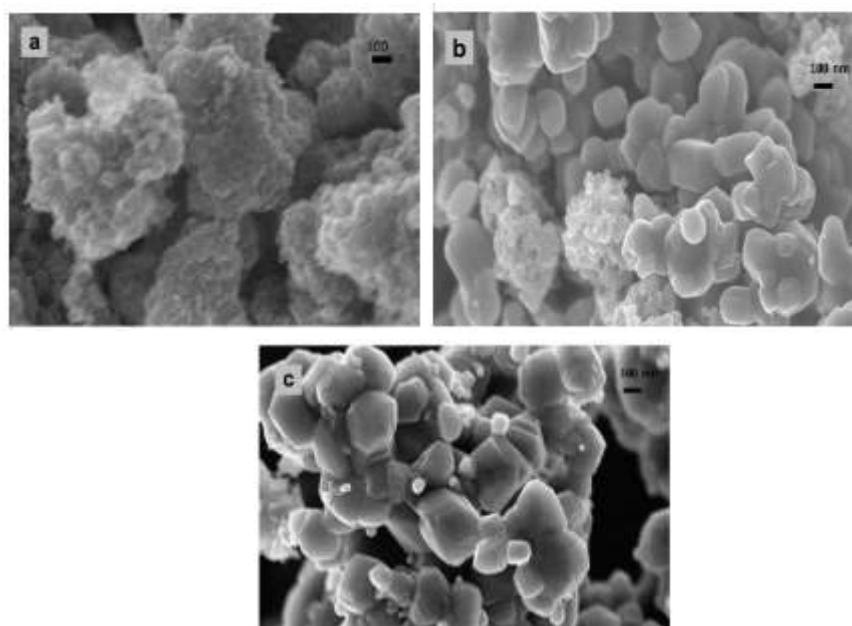


Gambar 2.5 Contoh Hasil Analisis DR-UV Ni-N-TiO<sub>2</sub> (Dolat *et al.*, 2014)

### 2.8.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM adalah suatu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah

menembakkan permukaan benda dengan berkas elektron berenergi tinggi. SEM memiliki kemampuan yang unik untuk menganalisis permukaan suatu bahan dengan perbesaran yang sangat tinggi. Dengan SEM maka tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel dari bahan dapat diamati dengan baik. Hasil karakterisasi SEM berupa pencitraan material dengan menggunakan prinsip mikroskopi, namun menggunakan elektron sebagai sumber pencitraan dan medan elektromagnetik. Syarat agar SEM dapat menghasilkan citra permukaan yang tajam adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron.



Gambar 2.6 Contoh hasil SEM a)TiO<sub>2</sub> b) N-TiO c) Ni-N-TiO<sub>2</sub> (Dolat *et al.*, 2014)

#### 2.8.4 Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Spektrofotometer FTIR adalah alat untuk mengenal struktur molekul khususnya gugus fungsional. Daerah inframerah meliputi inframerah dekat (*near infrared*, NIR) antara 20.000-4000 cm<sup>-1</sup>, IR tengah 4000-400 cm<sup>-1</sup> dan IR jauh (*far infrared*, FIR) antara 4000-40 cm<sup>-1</sup>.

*infrared*, FIR) berada pada  $400-10\text{ cm}^{-1}$  (Sastrohamidjojo, 2003). Gugus fungsional dari suatu molekul dapat dilihat pada daerah-daerah yang spesifik menggunakan harga frekuensi gugus fungsional.

Pada dasarnya spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) sama dengan spektrofotometer IR dispersi, yang membedakannya adalah pengembangan pada sistem optiknya sebelum berkas sinar infra merah melewati contoh (Lathifah, 2008). Spektrofotometer IR dispersi menggunakan prisma (*grating*) sebagai pengisolasi radiasi, sedangkan spektrofotometer FTIR menggunakan interferometer yang dikontrol secara otomatis dengan komputer. Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif (Hayati, 2007).

Secara keseluruhan, analisis menggunakan spektrofotometer FTIR memiliki dua kelebihan utama dibandingkan dengan dispersi, yaitu (Sastrohamdjojo, 2003):

1. Spektrofotometer FTIR dapat digunakan pada semua frekuensi dari sumber cahaya secara simultan sehingga analisis dapat dilakukan lebih cepat daripada menggunakan cara sekuensial atau *scanning*.
2. Sensitifitas dari metode spektrofotometer FTIR lebih besar daripada cara dispersi, sebab radiasi yang masuk ke sistem detektor lebih banyak karena tanpa harus melalui celah (*slitless*).

#### **2.8.5 Spektrofotometer UV-Vis (*ultraviolet-visible*)**

Spektrofotometer UV-Vis (*ultraviolet-visible*) adalah alat analisis sampel menggunakan prinsip-prinsip absorpsi radiasi gelombang elektromagnetik oleh material dalam rentang panjang gelombang ultraviolet (mulai sekitar 200 nm)

hingga mencakup semua panjang gelombang cahaya tampak (sampai sekitar 700 nm).

Analisis spektrofotometri merupakan analisis kimia yang didasarkan pada pengukuran intensitas warna larutan yang akan ditentukan konsentrasinya dibandingkan dengan larutan standar, yaitu larutan yang telah diketahui konsentrasinya. Penentuan konsentrasi didasarkan pada absorpsimetri, yaitu metode analisa kimia yang didasarkan pada pengukuran absorpsi (serapan) radiasi gelombang elektromagnetik.

Jika seberkas cahaya dilewatkan pada suatu material transparan maka intensitas cahaya yang ditransmisikan makin lama makin berkurang. Intensitas cahaya yang ditransmisikan memenuhi persamaan hukum *Lambert-Beer* :

$$I(\omega) = I_0 e^{-\tau d} \quad (3.6)$$

Dalam hal ini,  $I_0$  adalah intensitas cahaya yang masuk ke material,  $I(\omega)$  adalah intensitas cahaya setelah melewati material setebal  $d$  dan  $\tau$  adalah turbiditas.

Jika mekanisme yang bertanggung jawab pada penurunan intensitas cahaya yang menembus material hanyalah absorpsi maka persamaan *Lambert-Beer* menjadi:

$$I(\omega) = I_0 e^{-ad} \quad (3.7)$$

Dalam hal ini  $A$  adalah koefisien absorpsi.

Semikonduktor diradiasi dengan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi  $\omega$  dan intensitas  $I(\omega)$ . Sebagian energi gelombang diabsorpsi oleh material dan sebagian ditransmisikan. Intensitas cahaya yang ditransmisikan memenuhi persamaan 3.8 yang dapat ditulis ulang sebagai fungsi frekuensi sebagai berikut:

$$I_T(\omega) = I_0(\omega) \exp[-\alpha(\omega)d] \quad (3.8)$$

Persamaan dapat ditulis ulang sebagai

$$\ln \left[ \frac{I_T(\omega)}{I_0(\omega)} \right] = -\alpha(\omega)d \quad (3.9)$$

Atau

$$\alpha(\omega) = -\frac{1}{d} \ln \left[ \frac{I_T(\omega)}{I_0(\omega)} \right] = -\frac{1}{d} T(\omega) \quad (4.0)$$

Dalam hal ini  $T(\omega)$  disebut transmitans

## BAB 3

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisika Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang untuk preparasi dan aplikasi TiO<sub>2</sub>, Ni-TiO<sub>2</sub>, N-TiO<sub>2</sub> dan Ni-N-TiO<sub>2</sub>. Uji karakterisasi XRD, SEM-EDX dan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Gajah Mada. DR-UV dilakukan di Laboratorium Kimia Departemen FMIPA Universitas Indonesia. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari-Agustus 2015.

#### 3.2. Variabel Penelitian

##### 3.2.1. Variabel Bebas

Variabel bebas yaitu variabel yang mempengaruhi reaksi. Variabel bebas dalam penelitian ini adalah persen mol Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dan persen mol CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> yaitu 2,5%; 5%; 10% suhu kalsinasi dan waktu penyinaran.

##### 3.2.2. Variabel Terikat

Variabel terikat yaitu variabel akibat atau variabel tergantung pada variabel bebas. Variabel terikat dalam penelitian ini adalah struktur dan ukuran kristalinitas, *band gap*, gugus fungsi, persentase Ni dan N yang terdopan.

##### 3.2.3. Variabel Terkendali

Variabel yang dibuat tetap sehingga tidak menyebabkan terjadinya perubahan variabel terikat. Variabel terkontrol dalam penelitian ini adalah kecepatan pengadukan pada saat sintesis, waktu *aging*, waktu dan suhu kalsinasi, intensitas sinar yang digunakan.



### 3.3. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : *Magnetic stirrer*, alat-alat gelas (Pyrex), pipet tetes, pipet volume (Pyrex), spatula, cawan porselin, desikator, oven (Memmert), *furnace* (Barnstead Thermolyne), neraca analitik (Tipe AB104 merek Mettler Toledo), *sentrifuge*, *X-Ray Diffraction* (Siemens D-5000), DR-UV (UV 1700 pharماسpec), Spektrofotometer UV-Vis, SEM EDX.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : titanium butoxida 97% (Aldrich), isopropil alkohol 99,7% (E.Merck), asetil aseton 99,5% (E.Merck), aquademin, HNO<sub>3</sub> 65% (E. Merck), urea (CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>) (E.Merck), nikel nitrat heksahidrat (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) 99% (E.Merck), metilen biru.

### 3.4. Cara Kerja

#### 3.3.1. Sintesis TiO<sub>2</sub>

TiO<sub>2</sub> disintesis dengan cara mencampurkan 14,5 mL isopropil alkohol, 0,08 mL asetil aseton dan 8,25 mL Ti-butoxida, kemudian ditambah 97,5 mL aquademin tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar selama 2 jam. Selanjutnya *diaging* selama 24 jam. Setelah 24 jam, dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C. Hasilnya dikalsinasi pada temperatur 400, 500, 600°C selama 2,5 jam. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD.

#### 3.3.2. Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub>

Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O 2,5% mol disintesis dengan cara mencampurkan 14,27 mL isopropil alkohol, 0,08 mL asetil aseton dan 8,1 mL Ti-butoxida, kemudian ditambah 97,5 mL aquademin tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar selama 2 jam. Setelah diaduk selama 2 jam, ditambah campuran 5 mL asam nitrat

2M dengan 0,1831 gram  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  sambil distirer selama 30 menit. Selanjutnya *diaging* selama 24 jam. Setelah 24 jam, dikeringkan dalam oven pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ . Hasilnya dikalsinasi menggunakan furnace pada temperatur yang diperoleh dari sintesis  $\text{TiO}_2$  selama 2,5 jam.

Melakukan langkah yang sama untuk 5% mol  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan komposisi Ti-butoxida 7,94 mL; isopropil alkohol 18,78 mL; asetil aseton 0,084 mL; aquademin 95 mL dan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,3687 gram. Dan untuk 10% mol  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan komposisi Ti-butoxida 7,62 mL; isopropil alkohol 18,03 mL; asetil aseton 0,081 mL; aquademin 90 mL dan  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  0,7475 gram. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan DR-UV, hasil *band gap* terkecil kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDX.

### 3.3.3. Sintesis N-TiO<sub>2</sub>

$\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  2,5% mol disintesis dengan cara mencampurkan 14,47 mL isopropil alkohol, 0,087 mL asetil aseton dan 8,21 mL Ti-butoxida, kemudian ditambah 97,5 mL aquademin tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar selama 2 jam. Setelah diaduk selama 2 jam, ditambah campuran 5 mL asam nitrat 2M dengan 0,0191 gram  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  sambil distirer selama 30 menit. Selanjutnya *diaging* selama 24 jam. Setelah 24 jam, dikeringkan dalam oven pada temperatur  $100^\circ\text{C}$ . Hasilnya dikalsinasi menggunakan furnace pada temperatur yang diperoleh pada sintesis  $\text{TiO}_2$  selama 2,5 jam.

Melakukan langkah yang sama untuk 5% mol  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  dengan komposisi Ti-butoxida 8,21 mL; isopropil alkohol 19,41 mL; asetil aseton 0,087 mL; aquademin 95 mL dan  $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$  0,0196 gram. Selanjutnya dikarakterisasi

menggunakan DR-UV, hasil *band gap* terkecil kemudian dianalisis menggunakan SEM-EDX.

### 3.3.4. Sintesis Ni-N-TiO<sub>2</sub>

Ni-N-TiO<sub>2</sub> disintesis dengan komposisi perbandingan persen mol antara Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> yaitu 2,5%:2,5% (A), 2,5%:5% (B), 2,5%:10% (C), 5%:2,5% (D), 10%:2,5% (E). Komposisi 2,5%:2,5% (A) disintesis dengan cara mencampurkan 14,07 mL isopropil alkohol, 0,085 mL asetil aseton dan 8,059 mL Ti-butoxida, kemudian ditambah 95 mL aquademin tetes demi tetes sambil diaduk pada suhu kamar selama 2 jam. Setelah diaduk selama 2 jam, ditambah campuran 5 mL asam nitrat 2M, 0,187 gram Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, dan 0,0192 gram CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> sambil distirer selama 30 menit. Selanjutnya *diaging* selama 24 jam. Setelah 24 jam, dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C. Hasilnya dikalsinasi menggunakan furnace pada temperatur yang diperoleh dari sintesis TiO<sub>2</sub> selama 2,5 jam.

Melakukan sintesis B,C,D dan E dengan komposisi B yaitu Ti-butoxida 8,01 mL; isopropil alkohol 18,95 mL; asetil aseton 0,085 mL; aquademin 92,5 mL, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,1910 gram dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 0,0394 gram. Komposisi C yaitu Ti-butoxida 7,9 mL; isopropil alkohol 18,67 mL; asetil aseton 0,083 mL; aquademin 92,5 mL, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,3766 gram dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 0,0194 gram. Komposisi D yaitu Ti-butoxida 7,85 mL; isopropil alkohol 18,56 mL; asetil aseton 0,083 mL; aquademin 90 mL, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,384 gram dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 0,0397 gram. Komposisi E yaitu Ti-butoxida 7,93 mL; isopropil alkohol 18,74 mL; asetil aseton 0,08 mL; aquademin 87,5 mL, Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 0,1997 gram dan CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> 0,0824

gram. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan DR-UV kemudian dilanjutkan dengan uji aktivitas untuk degradasi metilen biru.

### **3.3.5. Aplikasi untuk Degradasi *Metilen Biru (MB)***

#### *3.3.5.1 Pembuatan Larutan Induk 25 ppm*

Larutan induk zat warna MB dibuat dengan melarutkan 6,25 mg MB dalam 250 ml aquades. Larutan induk ini kemudian digunakan setiap pembuatan zat warna.

#### *3.3.5.2 Penentuan Panjang Gelombang Optimum*

Larutan MB dengan konsentrasi 5 ppm diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan rentang panjang gelombang 500-700 nm. Kemudian menentukan panjang gelombang maksimumnya.

#### *3.3.5.3 Penentuan Kurva Standar*

Dibuat larutan standar 0 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm dan 5 ppm 50 mL dari pengenceran larutan standar. Kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang yang telah ditentukan. Membuat kurva standar menggunakan *Microsoft excel* dan mencari persamaannya.

#### *3.3.5.4 Uji Aktivitas untuk Degradasi Metilen biru*

Ditimbang 0,0300 gram sampel material hasil sintesis. Ditambahkan 25 mL larutan MB 5 ppm. Campuran larutan dan sampel distirrer sambil disinari lampu xenon 6000K dengan jarak 20 cm dari sampel selama 60 menit, setiap 15 menit diambil 2,5 ml larutan. Setelah disinari kemudian disentrifuge untuk

memisahkan larutan dengan padatan kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis

## BAB 5

### SIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Simpulan

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

1. Pengaruh pemberian dopan tunggal Ni dan N dapat menurunkan *band gap* TiO<sub>2</sub> murni. Dalam penelitian ini, semakin meningkatnya persen mol Ni dan N yang ditambahkan (2,5%; 5%; 10%) pada saat sintesis, semakin kecil penurunan *band gap* yang dihasilkan. *Band gap* optimum pada penambahan dopan Ni dan N sebesar 2,5% dengan nilai band gap Ni-TiO<sub>2</sub> sebesar 3,080 eV dan Ni-TiO<sub>2</sub> sebesar 3,093 eV.
2. Pengaruh pemberian dopan ganda Ni dan N dapat menurunkan *band gap* TiO<sub>2</sub> murni. Dengan komposisi Ni tetap (2,5%) dan komposisi N divariasikan 2,5%; 5%; 10% terjadi kenaikan *band gap* seiring meningkatnya penambahan dopan N sedangkan dengan komposisi N tetap (2,5%) dan komposisi Ni divariasikan 2,5%; 5%; 10% terjadi kenaikan *band gap* seiring meningkatnya penambahan dopan Ni. *Band gap* optimum pada komposisi penambahan dopan Ni:N=2,5%:5% dengan nilai band gap Ni-N-TiO<sub>2</sub> sebesar 3,087 eV.
3. Uji aktivitas fotokatalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> untuk degradasi metilen biru semakin meningkat seiring peningkatan waktu penyinaran dengan waktu efektif 60 menit. Persentase degradasi optimum pada penambahan katalis Ni-N-TiO<sub>2</sub> dengan komposisi Ni:N=2,5%:5% sebesar 73,203%.

## 5.2 **Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis dapat memberi saran antara lain:

1. Perlu dilakukan uji terhadap temperatur optimum untuk fase anatas antara 400-500°C.
2. Perlu dilakukan uji terhadap konsentrasi optimum metilen biru dan massa katalis untuk degradasi metilen biru.

## DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, Agus Salim. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air*. FMIPA Universitas Indonesia, Depok
- Ahmed S., M.G. Rasul, W.N. Martens, R. Brown and M. A. Hashib. 2010. *Advances in Heterogeneous Photocatalytic Degradation of Phenols and Dyes in Wastewater: A Review*, Water Air Soil Pollut
- Alfina, Bulan Tahta. 2015. *Sintesis TiO<sub>2</sub>-N/Zeolit untuk Degradasi Methylene Biru*. Kimia Studen Journal., Vol 1, NO 1, pp. 599-605
- Brinker, and Scherer. 1990. *Chem.Mater.*, 12, 434 – 441
- Cheng. 2012. *Enhanced Photocatalytic Activity of Nitrogen Doped TiO<sub>2</sub> Anatas Nano-Particle under Smulated Sunlight Irradiation*, *Energi Procedia*, 16, 598-605
- Choi, Jina, Hyunwoong Park and michael R. 2010. *Effects of single Metal-Ion Doping on the Visible-Light Photoreactivity of TiO<sub>2</sub>*. *J. Phys. Chem* 114, 783-792
- Cotton, F.A., Wilkinson, G., and Gaus, P.L., 1999. *Basic Inorganic Chemistry*, John Wille and Sons, Inc., New York.
- Cristallo G., Roncari E., Rinaldo A., Trifirò F. 2001. *Study of anatas–rutil transition phase in monolithic catalyst V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> and V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>*. *Applied Catal. A General.*, Volume 209, 249–256
- Dawnay, E.J.C., and Yeatman. 1997. *Doped Sol-Gel Film for Silica-on-Silcon Photonic Components*, *J. sol-gel Sci. Tech*, 8. 1007-1011
- Dolat. 2014. *Preparation, Characterization and Charge Transfer Studies of Nickel-Modified and Nickel, Nitrogen co-modified Rutil Titanium Dioxide for Photocatalytic Aplication*. *Chemical Engineering Journal* 239 (2014) 149-157
- Effendi, Mukhtar. 2012. *Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis TiO<sub>2</sub> Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating*. *Prosiding Pertemuan Ilmiah*. ISSN : 0853-0823
- Fujishima, A., Kazuhito, H., Hiroshi, I., 2005. *TiO<sub>2</sub> Photocatalysis A Historical Overview and Future Prospects*. *Japanese Journal of Applied Phisics* Vol. 44, No. 12



- Ghamsari, Sasami. 2013. *Room Temperature Synthesis of Highly Crystalline TiO<sub>2</sub> Nanoparticles*. Journal Materials Letters 92 287-290
- Gokakakar, S. D. dan Salker, A. V., 2009, Solar Assisted Photocatalytic Degradation of Methyl Orange Over Synthesized Copper, Silver, and Tin Metalloporphyrins, *Indian Journal of Chemical Technology* , 16, pp. 492-498.
- Gurkan, Y.Y., Turken, N., Cinar, Z. 2012. *Photocatalytic Degradation of Cefazolin over N-doped TiO<sub>2</sub> under UV and Sunlight Irradiation : Prediction of the Reaction Paths Via Conceptual DFT*, Chem. Eng. J. 184. 113-124
- Hakim, Arief. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Fe- TiO<sub>2</sub>, N- TiO<sub>2</sub> dan Fe-N- TiO<sub>2</sub>. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada*
- Hu, Che-Cian dan Hsisheng Teng. 2010. *Structural Feature of p-type Semiconducting NiO as a co-Catalyst for Photocatalytic Water Splitting*. Journal of Catalysis 272
- Ibram. 2011. *Preparation and Characterization of Ni-Doped TiO<sub>2</sub> Material for Photocurrent and Photocatalytic Applications*. Research Article Volume 2012
- Kisch, Horst and Radim Beranek. 2000. *Tuning the Optical and Photoelectrochemical Properties of Surface-Modified TiO<sub>2</sub>*. Egerlandstr.1, D-91058
- Krysa, Keppert, Jirkovsky, Stengl dan Subrt. 2004. *The Effect of Thermal Treatment on The Properties of TiO<sub>2</sub> Photocatalyst*. Materials Chemistry and Physics. (86): 333-339
- Kuo W.S and P.H. Ho. 2001. *Solar Photocatalytic Decolorization of Metilen biru in Water*. J. Chemosphere, 45:77-83
- Langmuir, Nagaveni, Hedge. 2004. *Synthesis and Structure of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> with Lower Band Gap Showing High Photocatalytic Activity*. American Chemical Society 20, 2900-2907
- Lestari, Mastuti Widi. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Nanokatalis CuO/TiO<sub>2</sub> yang Diaplikasikan pada Proses Degradasi Limbah Fenol*. Indo. J. Chem 2
- Li. 2011. *Preparation of N, Fe co-doped TiO<sub>2</sub> with Visible Light Response*, Powder Technol., 207, 165-169
- Licciulli A., Lisi D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce

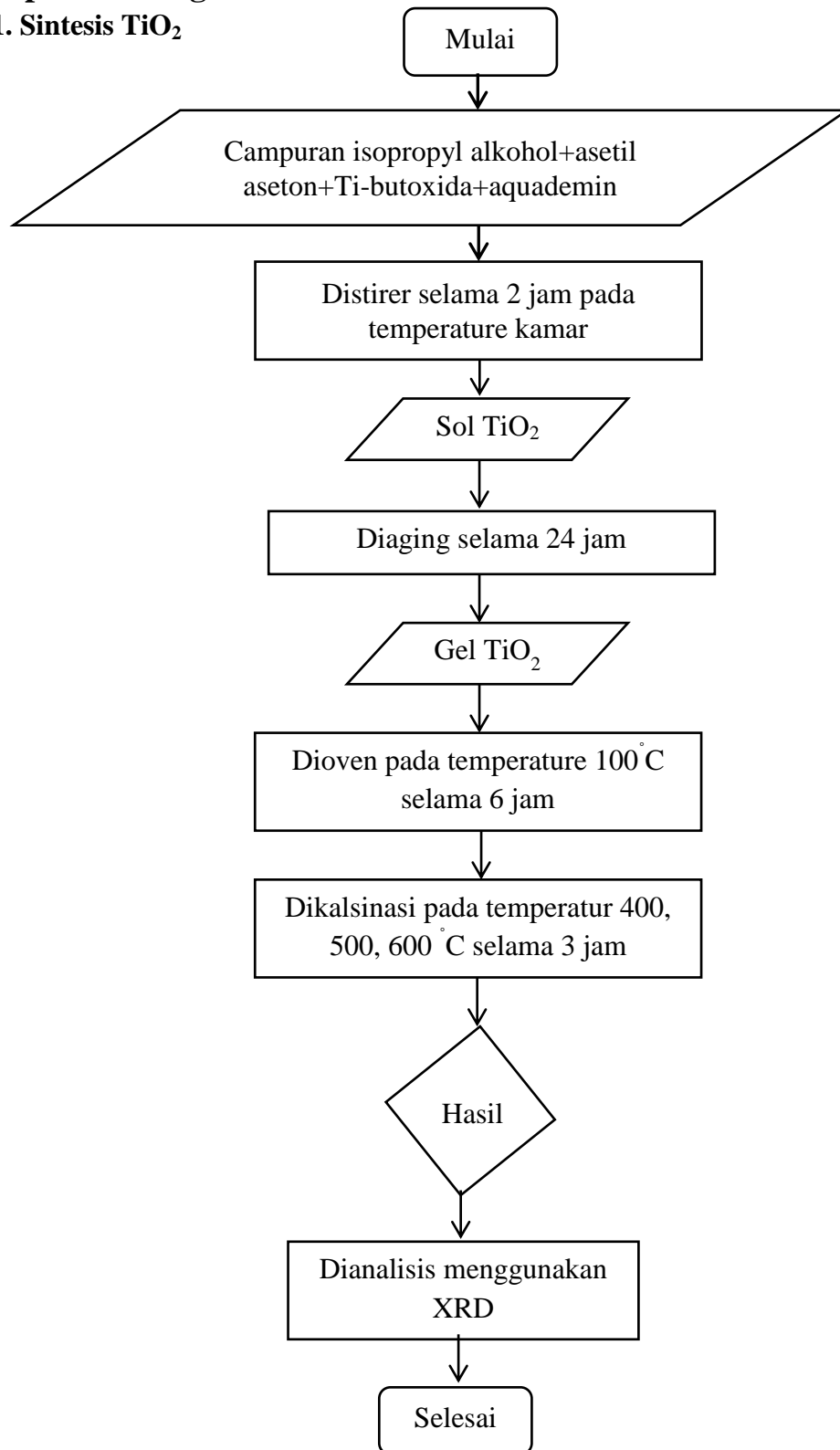
- Linsebigler, A.L., Lu, G., and Yates, J.T., 1995, *Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> Surfaces : Principles, Mechanisms, and Selected Rules*, *Chem.Rev.*, 95, 735-758.
- Liu, G., wang L., Yang H.G., dan Lu, G.Q. 2009. Titania Based Photocatalyst-Crystal Growth, Doping, and Heterostructuring. *J. Mater. Chem.* 20.831-843
- Liqun, Mao. 2005. *Synthesis of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> with High Photoactivity and Large Specific Surface Area by Sol-Gel Method*. *Material Research Bulletin* 40 (201-208)
- Motahari, F., Mozdianfard, Faezah. 2014. *NiO Nanostructural: Synthesis, Characterization and Photocatalyst Application in Die Pollution Waswater Treatment*. Article RSC Advances
- Mulyaningsih, Dani. 2012. *Uji Aktivitas Katalis Moni/Bentonit Hasil Preparasi Pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik Asam Oleat*. Skripsi. Bandung: Jurusan Pendidikan Kimia UPI: 8-12
- Niu, Xing, Zhang. 2013. *Visible Light Activated Sulfur and Iron Co-doped TiO<sub>2</sub> Photocatalyst for the Photocatalytic Degradation of Phenol*. 201, 159-166
- Permatasari, Oda Silvia. 2015. *Studi Pengaruh Penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> terhadap Degradasi Methyl Orange menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N*. *Kimia Student Journal*. Vol 1, No 1, pp 661-667
- Radecka M., Rekas M, Trenczek-Zajac A, Zakrzewsk K. 2008. *Importance of the band gap energi and flat band potential for application of modified TiO<sub>2</sub> photoanodes in water photolysis*. *J. Power Sources.*, Volume 181, 46-55
- Rahayu, Sri Mantini. 2012. *Ajar Kimia Anorganik 1*. Semarang:Jurusan Kimia FMIPA UNNES hal 109-111
- Rahman, Taufiq. 2014. *Sintesis Titanium Dioksida Nanopartikel*. *Jurnal Integrasi Proses* Vol 5, No 1, 15-29
- Rane, K.S., Mhalsiker, R., Yin, S., Sato, T., Cho, K., Dunbar, E., dan Biswas, P., 2006, *Visible Light-Sensitive Yellow TiO<sub>2-x</sub>N<sub>x</sub> dan Fe-N co-Doped TiO<sub>2-y</sub>FeyO<sub>2-x</sub>N<sub>x</sub> Anatas Photocatalyst*, *J. Solid State Chem.*, 179, 3033-3044
- Rilda, Yetria. 2010. *Efek Doping Ni(II) pada Aktivitas Fotokatalis dari TiO<sub>2</sub> untuk Inhibi Bakteri Patogenik*. *Jurnal Makara Sains* Vol 14 No 1
- Risca, Fraditasari. 2015. *Degradasi Methyl Orange menggunakan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-N:Kajian Pengaruh Sinar dan Konsentrasi TiO<sub>2</sub>-N*. *Kimia Student Journal*, Vol 1, No 1, pp. 606-612

- Riyani, Kapti. 2012. *Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalisis TiO<sub>2</sub>-Cu Aktif Sinar Tampak*. Prosiding Sinar Nasional ISBN : 978-979-9204-79-0
- Sayilkan, F., Asilturk, M., Tatar, P., Kiraz, N., Arpac, E., & Sayilkan, H. 2007. *Preparation of re-usable photocatalytic filter For degradation of malachite green dye under UV and Vis-irradiation*. Journal of Hazardous Materials
- Slamet. 2012. *Photocatalytic Reforming of Glysero-Water Over Nitrogen and Nickel-Doped Titanium Dioxide Nanoparticles*. Journal of Engineering & Technology IJET Vol:12 No:06
- Sun, X., Dong J., dan Zhang, Y. 2010. *Preparation of Nanocrystallin TiO<sub>2</sub> Photocatalyst of Ce/N-Codoped TiO<sub>2</sub> Particles for Production of H<sub>2</sub> by Photocatalytic Spitting Water, Under Visible Light* . Catal. Lett., 43:87-90
- Syakur. 2002. *Pengolahan Limbah Cr(IV) dan Fenol dengan Fotokatalis Serbuk TiO<sub>2</sub> dan CuO/ TiO<sub>2</sub>*. Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia
- Takashi, H., Y sunagawa, S Myagmarjav, K Yamamoto, N sato, & a Muramatsu. 2003. *Reductive Deposition of Ni-Zn Nanopartikel selectively on TiO<sub>2</sub> Fine Particles in the Liquid Phase*. Materials Transactions, Vol. 44, No. 11
- Yao, Zhongping, fangzhou Jia, Shujun Tian. 2010. *Microporus Ni-doped Film Photocatalyst by Plasma Electrolytic Oxidation*. Shool of Chemical Engineering and echnology No. 92
- Yen, Wang, Chang. 2011. *Characterization and Photocatalytic Activity of Fe and N-co-Deposited TiO<sub>2</sub> and First Prinsiples Study for Electronic Struktire*. J. Solid State Chem 184, 2053-2060
- Yin, W.J., Chen, S., Yang, J.H., Gong, X.G., Yan, Y., Wei, S.H. 2010. *Effective Band Gap narrowing of Anatase TiO<sub>2</sub> by Strain Along a Soft Crystal Direction*. Applied Physics Letter, 96.
- Zaleska, Adriana, 2008, *Doped-TiO<sub>2</sub>: A Review*, Recent Patents on Engineering, Bentham Science Publishers Ltd, 2, 157-164
- Zsolt, Pap. 2011. *Synthesis, Morpho-structural Characterization and Envernonmental Aplication of Titania Photocatalysts Obtained by Rapid Crystallization*. Ph.D Dissertation. University of Szeged, Babes-Bolyai University. Szaged, Hungary, Cluj-Napoca, Romania.

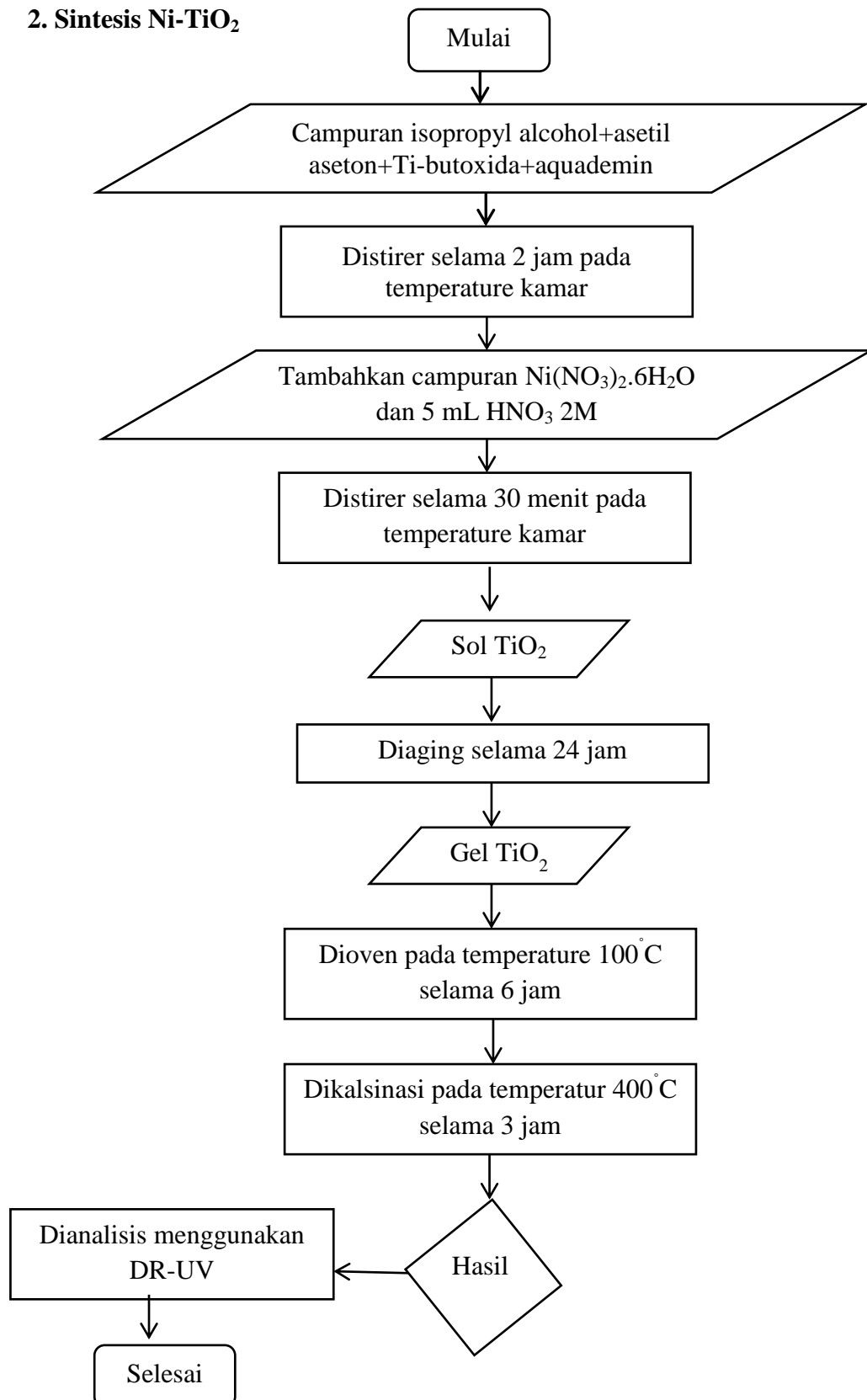
Zulkarnaini, Syuki, Azhari. 2013. *Degradasi Senyawa Fenol Pada Limbah Cair Menggunakan Fotokatalis  $TiO_2$  Anatas*. Prosiding SNTK Topi ISSN. 1907-0500

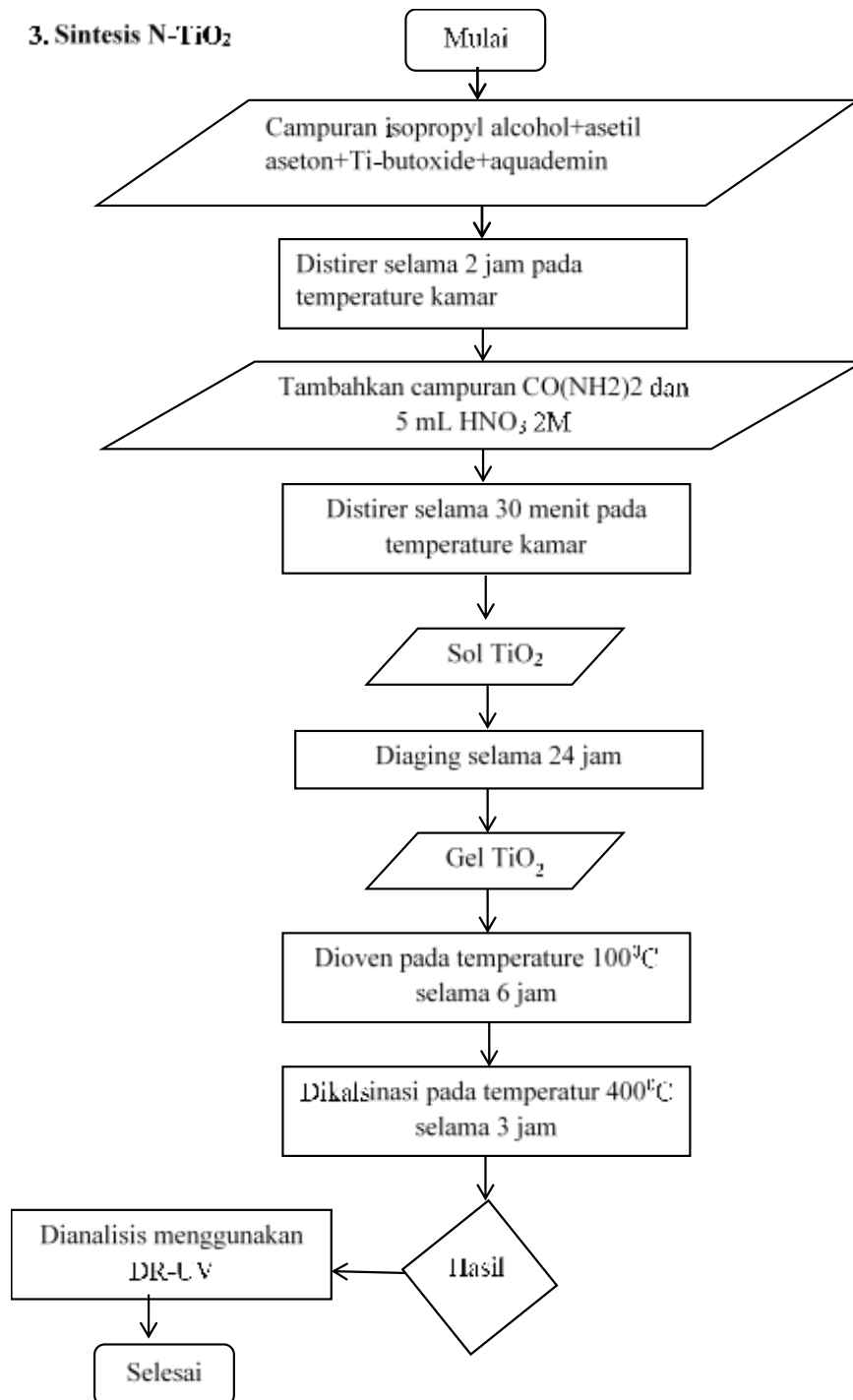
## Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian

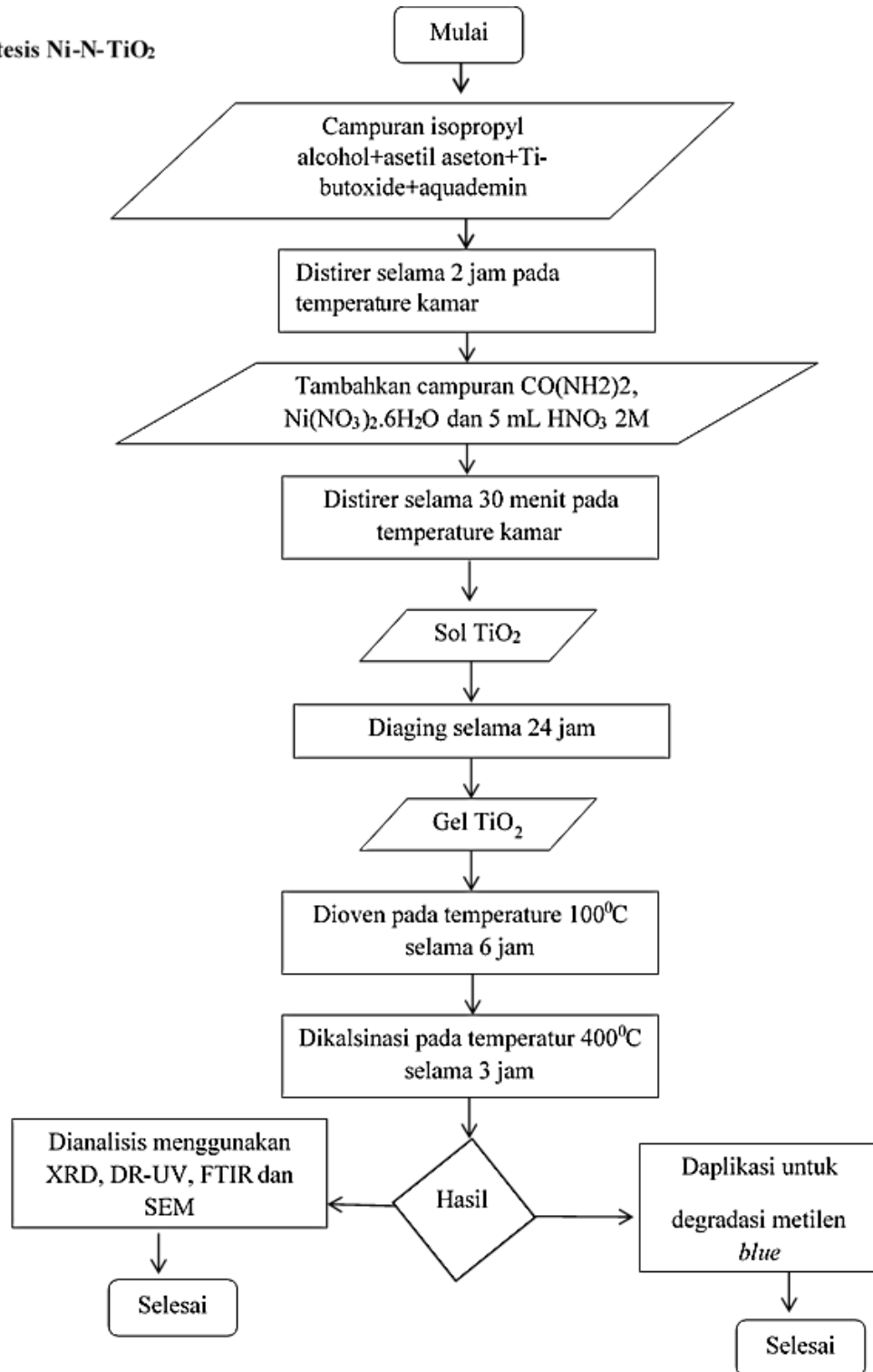
### 1. Sintesis $\text{TiO}_2$



## 2. Sintesis Ni-TiO<sub>2</sub>

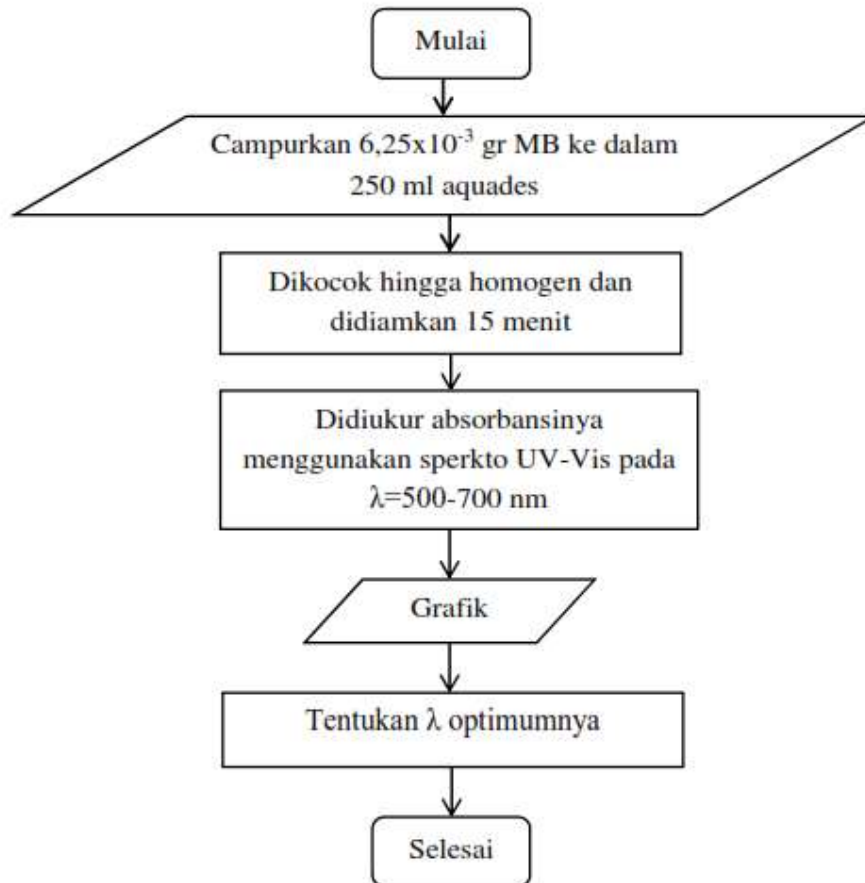


**3. Sintesis N-TiO<sub>2</sub>**

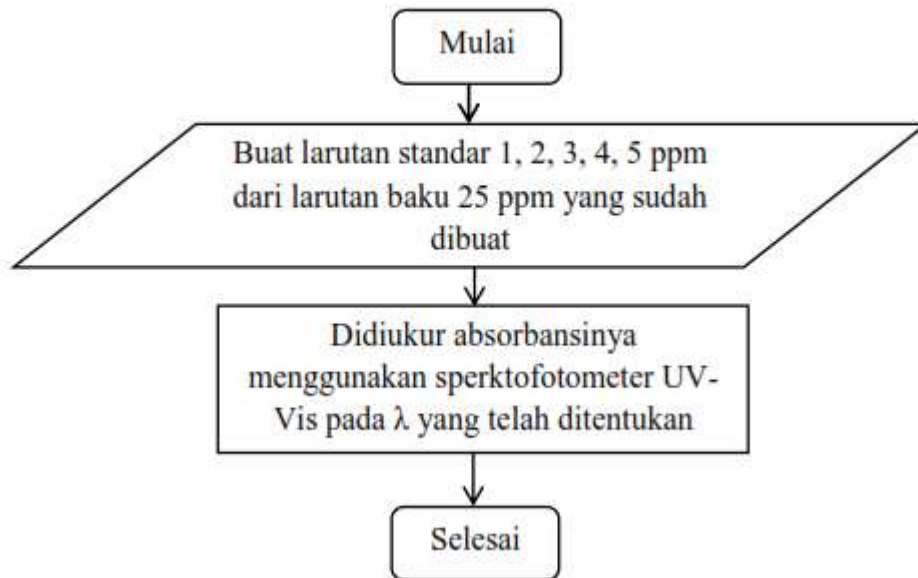
4. Sintesis Ni-N-TiO<sub>2</sub>



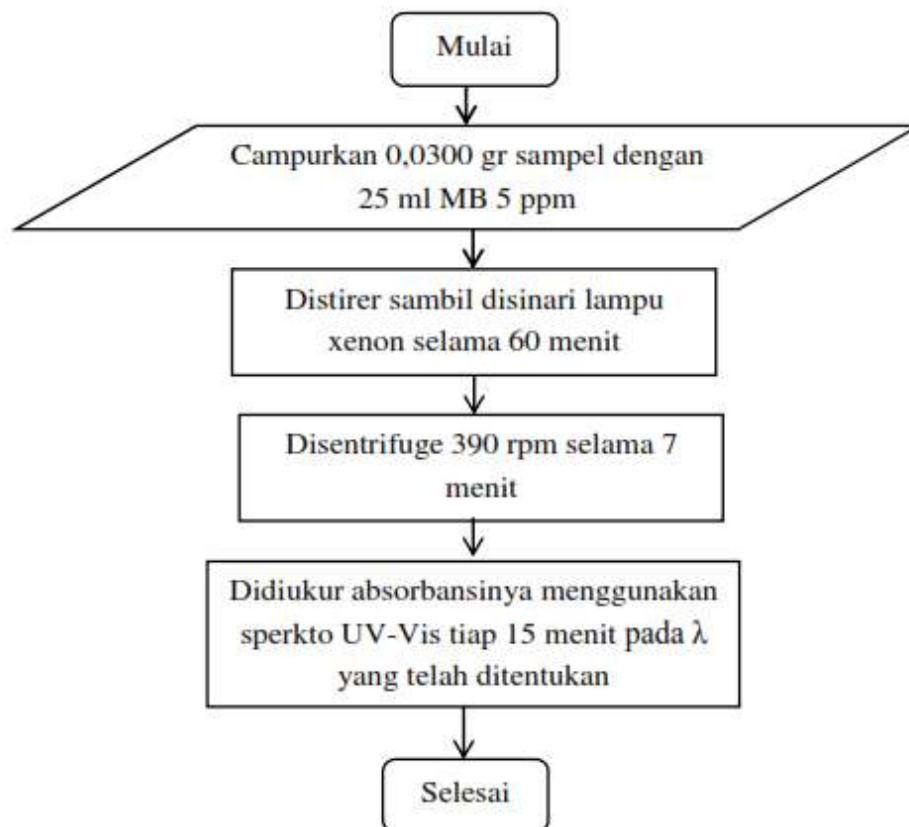
### 5. Penentuan $\lambda$ Optimum



## 6. Penentuan Kurva Standar



## 7. Penentuan Daya Absorbansi



## Lampiran 2 Perhitungan Bahan

### a. Doping Tunggal Ni 2,5%

$$mol_{Nikel} = \frac{2,5}{100} = 0,025 \text{ mol}$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar \text{ Ni} = 0,025 \times 58,71 = 1,467 \text{ gram}$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{97,5}{100} = 0,975 \text{ mol}$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar \text{ TiO}_2 = 0,975 \times 79,9 = 77,902 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \text{ Ni} + massa \text{ TiO}_2 = 1,467 + 77,902 = 79,370 \text{ gram}$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa \text{ Ni}}{massa \text{ total}} = \frac{1,467}{79,370} = 0,037 \text{ gram}$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa \text{ Ni} \times Mr \text{ Ni(NO}_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar \text{ Ni}} = \frac{0,037 \times 290,71}{58,71} = 0,183 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa \text{ TiO}_2}{massa \text{ total}} \times 2 = \frac{77,902}{79,370} \times 2 = 1,963 \text{ gram}$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa \text{ TiO}_2 \times Mr \text{ Ti} - butoksida}{Mr \text{ TiO}_2} = \frac{1,963 \times 339,9}{79,9}$$

$$= 8,351 \text{ gram}$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa \text{ Ti} - butoksida}{\rho \text{ Ti} - butoksida} = \frac{8,351}{1} = 8,351 \text{ ml}$$

$$volume_{Ti-butoksida \ 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,351 = 8,100 \text{ ml}$$

### b. Doping Tunggal Ni 5%

$$mol_{Nikel} = \frac{5}{100} = 0,05 \text{ mol}$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar \text{ Ni} = 0,05 \times 58,71 = 2,935 \text{ gram}$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{95}{100} = 0,95 \text{ mol}$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar \text{ TiO}_2 = 0,95 \times 79,9 = 75,905 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \text{ Ni} + massa \text{ TiO}_2 = 2,935 + 75,905 = 78,840 \text{ gram}$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa \text{ Ni}}{massa \text{ total}} = \frac{2,935}{78,840} = 0,074 \text{ gram}$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa \text{ Ni} \times Mr \text{ Ni(NO}_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar \text{ Ni}} = \frac{0,074 \times 290,71}{58,71} = 0,368 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa \text{ TiO}_2}{massa \text{ total}} \times 2 = \frac{75,905}{78,840} \times 2 = 1,925 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{massa}_{\text{Ti-butoksida}} &= \frac{\text{massa TiO}_2 \times \text{Mr Ti - butoksida}}{\text{Mr TiO}_2} = \frac{1,925 \times 339,9}{79,9} \\ &= 8,191 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{volume}_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{\text{massa Ti - butoksida}}{\rho \text{ Ti - butoksida}} = \frac{8,191}{1} = 8,191 \text{ ml}$$

$$\text{volume}_{\text{Ti-butoksida } 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,191 = 7,945 \text{ ml}$$

### c. Doping Tunggal Ni 10%

$$\text{mol}_{\text{Nikel}} = \frac{10}{100} = 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{massa}_{\text{Nikel}} = \text{mol} \times \text{Ar Ni} = 0,1 \times 58,71 = 5,871 \text{ gram}$$

$$\text{mol}_{\text{TiO}_2} = \frac{90}{100} = 0,9 \text{ mol}$$

$$\text{massa}_{\text{TiO}_2} = \text{mol} \times \text{Ar TiO}_2 = 0,9 \times 79,9 = 1,849 \text{ gram}$$

$$\text{massa}_{\text{Total}} = \text{massa Ni} + \text{massa TiO}_2 = 5,871 + 1,849 = 7,720 \text{ gram}$$

$$\text{massa}_{\text{Nikel}} = \frac{\text{massa Ni}}{\text{massa total}} = \frac{5,871}{7,720} = 0,760 \text{ gram}$$

$$\text{massa}_{\text{Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{massa Ni} \times \text{Mr Ni(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Ni}} = \frac{5,871 \times 290,71}{58,71} = 29,07 \text{ gram}$$

$$\text{massa}_{\text{TiO}_2} = \frac{\text{massa TiO}_2}{\text{massa total}} \times 2 = \frac{1,849}{7,720} \times 2 = 0,478 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{massa}_{\text{Ti-butoksida}} &= \frac{\text{massa TiO}_2 \times \text{Mr Ti - butoksida}}{\text{Mr TiO}_2} = \frac{0,478 \times 339,9}{79,9} \\ &= 2,036 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{volume}_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{\text{massa Ti - butoksida}}{\rho \text{ Ti - butoksida}} = \frac{2,036}{1} = 2,036 \text{ ml}$$

$$\text{volume}_{\text{Ti-butoksida } 97\%} = \frac{97}{100} \times 2,036 = 1,975 \text{ ml}$$

### d. Doping Tunggal N 2,5%

$$\text{mol}_{\text{Nitrogen}} = \frac{2,5}{100} = 0,025 \text{ mol}$$

$$\text{massa}_{\text{Nitrogen}} = \text{mol} \times \text{Ar N} = 0,025 \times 14 = 0,35 \text{ gram}$$

$$\text{mol}_{\text{TiO}_2} = \frac{97,5}{100} = 0,975 \text{ mol}$$

$$\text{massa}_{\text{TiO}_2} = \text{mol} \times \text{Ar TiO}_2 = 0,975 \times 79,9 = 77,902 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \text{ Nitrogen} + massa \text{ TiO}_2 = 1,467 + 77,902 = 78,252 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa \text{ N}}{massa \text{ total}} = \frac{1,467}{78,252} = 0,009 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{CO}(\text{NH}_2)_2} = \frac{massa \text{ N} \times Mr \text{ CO}(\text{NH}_2)_2}{Ar \text{ N}} = \frac{0,009 \times 60}{14} = 0,019 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{TiO}_2} = \frac{massa \text{ TiO}_2}{massa \text{ total}} \times 2 = \frac{77,902}{78,252} \times 2 = 1,991 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{massa \text{ TiO}_2 \times Mr \text{ Ti-butoksida}}{Mr \text{ TiO}_2} = \frac{1,991 \times 339,9}{79,9} = 8,470 \text{ gram}$$

$$volume_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{massa \text{ Ti-butoksida}}{\rho \text{ Ti-butoksida}} = \frac{8,470}{1} = 8,470 \text{ ml}$$

$$volume_{\text{Ti-butoksida } 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,470 = 8,216 \text{ ml}$$

#### e. Doping Tunggal N 5%

$$mol_{Nitrogen} = \frac{5}{100} = 0,05 \text{ mol}$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar \text{ N} = 0,05 \times 14 = 0,7 \text{ gram}$$

$$mol_{\text{TiO}_2} = \frac{95}{100} = 0,95 \text{ mol}$$

$$massa_{\text{TiO}_2} = mol \times Ar \text{ TiO}_2 = 0,95 \times 79,9 = 75,905 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \text{ Nitrogen} + massa \text{ TiO}_2 = 0,7 + 75,905 = 76,605 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa \text{ N}}{massa \text{ total}} = \frac{0,7}{76,605} = 0,018 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{CO}(\text{NH}_2)_2} = \frac{massa \text{ N} \times Mr \text{ CO}(\text{NH}_2)_2}{Ar \text{ N}} = \frac{0,7 \times 60}{14} = 0,039 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{TiO}_2} = \frac{massa \text{ TiO}_2}{massa \text{ total}} \times 2 = \frac{75,905}{76,605} \times 2 = 1,981 \text{ gram}$$

$$massa_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{massa \text{ TiO}_2 \times Mr \text{ Ti-butoksida}}{Mr \text{ TiO}_2} = \frac{1,981 \times 339,9}{79,9} = 8,430 \text{ gram}$$

$$volume_{\text{Ti-butoksida}} = \frac{massa \text{ Ti-butoksida}}{\rho \text{ Ti-butoksida}} = \frac{8,430}{1} = 8,430 \text{ ml}$$

$$volume_{Ti-butoksida\ 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,430 = 8,177\ ml$$

**f. Doping Tunggal N 10%**

$$mol_{Nitrogen} = \frac{10}{100} = 0,1\ mol$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar\ N = 0,1 \times 14 = 1,4\ gram$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{90}{100} = 0,9\ mol$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar\ TiO_2 = 0,9 \times 79,9 = 71,91\ gram$$

$$massa_{Total} = massa\ Nitrogen + massa\ TiO_2 = 1,4 + 71,91 = 73,31\ gram$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa\ N}{massa\ total} = \frac{1,4}{73,31} = 0,038\ gram$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa\ N \times Mr\ CO(NH_2)_2}{Ar\ N} = \frac{1,4 \times 60}{14} = 0,081\ gram$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa\ TiO_2}{massa\ total} \times 2 = \frac{71,91}{73,31} \times 2 = 1,962\ gram$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa\ TiO_2 \times Mr\ Ti - butoksida}{Mr\ TiO_2} = \frac{1,962 \times 339,9}{79,9} = 8,345\ gram$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa\ Ti - butoksida}{\rho\ Ti - butoksida} = \frac{8,345}{1} = 8,345\ ml$$

$$volume_{Ti-butoksida\ 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,345 = 8,095\ ml$$

**g. Doping Ganda Ni:N= 2,5%:2,5%**

$$mol_{Nikel} = \frac{2,5}{100} = 0,025\ mol$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar\ Ni = 0,025 \times 58,71 = 1,467\ gram$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar\ N = 0,025 \times 14 = 1,35\ gram$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{97,5}{100} = 0,975\ mol$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar\ TiO_2 = 0,975 \times 79,9 = 77,905\ gram$$

$$massa_{Total} = massa\ Ni + massa\ N + massa\ TiO_2 = 1,467 + 1,35 + 77,905 = 77,723\ gram$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa\ Ni}{massa\ total} \times 2 = \frac{1,467}{77,723} \times 2 = 0,037\ gram$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa \ Ni \times Mr \ Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar \ Ni} = \frac{0,037 \times 290,71}{58,71} = 0,183 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa \ N}{massa \ total} \times 2 = \frac{0,35}{77,723} \times 2 = 0,009 \text{ gram}$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa \ N \times Mr \ CO(NH_2)_2}{Ar \ N} = \frac{0,009 \times 60}{14} = 0,019 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa \ TiO_2}{massa \ total} \times 2 = \frac{75,905}{7,723} \times 2 = 1,953 \text{ gram}$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa \ TiO_2 \times Mr \ Ti - butoksida}{Mr \ TiO_2} = \frac{1,953 \times 339,9}{79,9} \\ = 8,309 \text{ gram}$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa \ Ti - butoksida}{\rho \ Ti - butoksida} = \frac{8,309}{1} = 8,309 \text{ ml}$$

$$volume_{Ti-butoksida \ 97\%} = \frac{95}{100} \times 8,309 = 8,059 \text{ ml}$$

#### h. Doping Ganda Ni:N= 5%:2,5%

$$mol_{Nikel} = \frac{5}{100} = 0,05 \text{ mol}$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar \ Ni = 0,05 \times 58,71 = 2,935 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar \ N = 0,025 \times 14 = 0,35 \text{ gram}$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{92,5}{100} = 0,925 \text{ mol}$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar \ TiO_2 = 0,925 \times 79,9 = 73,907 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \ Ni + massa \ N + massa \ TiO_2 = 2,935 + 0,35 + \\ 73,907 = 77,193 \text{ gram}$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa \ Ni}{massa \ total} \times 2 = \frac{2,935}{77,193} \times 2 = 0,076 \text{ gram}$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa \ Ni \times Mr \ Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar \ Ni} = \frac{0,076 \times 290,71}{58,71} = 0,376 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa \ N}{massa \ total} \times 2 = \frac{0,35}{77,193} \times 2 = 0,009 \text{ gram}$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa \ N \times Mr \ CO(NH_2)_2}{Ar \ N} = \frac{0,009 \times 60}{14} = 0,019 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa \ TiO_2}{massa \ total} \times 2 = \frac{73,907}{77,193} \times 2 = 1,914 \text{ gram}$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa \ TiO_2 \times Mr \ Ti - butoksida}{Mr \ TiO_2} = \frac{1,914 \times 339,9}{79,9} \\ = 8,146 \text{ gram}$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa Ti - butoksida}{\rho Ti - butoksida} = \frac{8,146}{1} = 8,146 ml$$

$$volume_{Ti-butoksida 97\%} = \frac{97}{100} \times 8,146 = 7,902 ml$$

**i. Doping Ganda Ni:N= 10%:2,5%**

$$mol_{Nikel} = \frac{10}{100} = 0,1 mol$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar Ni = 0,1 \times 58,71 = 5,871 gram$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar N = 0,025 \times 14 = 0,35 gram$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{87,5}{100} = 0,875 mol$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar TiO_2 = 0,875 \times 79,9 = 69,912 gram$$

$$massa_{Total} = massa Ni + massa N + massa TiO_2 = 5,871 + 0,35 + 69,912 = 76,133 gram$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa Ni}{massa total} \times 2 = \frac{5,871}{77,193} \times 2 = 0,154 gram$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa Ni \times Mr Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar Ni} = \frac{0,154 \times 290,71}{58,71} = 0,763 gram$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa N}{massa total} \times 2 = \frac{0,35}{77,193} \times 2 = 0,009 gram$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa N \times Mr CO(NH_2)_2}{Ar N} = \frac{0,009 \times 60}{14} = 0,019 gram$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa TiO_2}{massa total} \times 2 = \frac{69,912}{77,913} \times 2 = 1,836 gram$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa TiO_2 \times Mr Ti - butoksida}{Mr TiO_2} = \frac{1,836 \times 339,9}{79,9} = 7,812 gram$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa Ti - butoksida}{\rho Ti - butoksida} = \frac{7,812}{1} = 7,812 ml$$

$$volume_{Ti-butoksida 97\%} = \frac{97}{100} \times 7,812 = 7,578 ml$$



**j. Doping Ganda Ni:N= 2,5%:5%**

$$mol_{Nikel} = \frac{2,5}{100} = 0,025 \text{ mol}$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar \ Ni = 0,025 \times 58,71 = 1,467 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar \ N = 0,05 \times 14 = 0,7 \text{ gram}$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{92,5}{100} = 0,925 \text{ mol}$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar \ TiO_2 = 0,925 \times 79,9 = 73,907 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa \ Ni + massa \ N + massa \ TiO_2 = 1,467 + 0,7 + 73,907 = 76,075 \text{ gram}$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa \ Ni}{massa \ total} \times 2 = \frac{1,467}{77,723} \times 2 = 0,038 \text{ gram}$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa \ Ni \times Mr \ Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar \ Ni} = \frac{0,037 \times 290,71}{58,71} = 0,191 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa \ N}{massa \ total} \times 2 = \frac{0,7}{77,723} \times 2 = 0,018 \text{ gram}$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa \ N \times Mr \ CO(NH_2)_2}{Ar \ N} = \frac{0,018 \times 60}{14} = 0,039 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa \ TiO_2}{massa \ total} \times 2 = \frac{73,907}{77,723} \times 2 = 1,943 \text{ gram}$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa \ TiO_2 \times Mr \ Ti - butoksida}{Mr \ TiO_2} = \frac{1,943 \times 339,9}{79,9} = 8,265 \text{ gram}$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa \ Ti - butoksida}{\rho \ Ti - butoksida} = \frac{8,265}{1} = 8,265 \text{ ml}$$

$$volume_{Ti-butoksida \ 97\%} = \frac{95}{100} \times 8,265 = 8,017 \text{ ml}$$

**k. Doping Ganda Ni:N= 2,5%:10%**

$$mol_{Nikel} = \frac{2,5}{100} = 0,025 \text{ mol}$$

$$massa_{Nikel} = mol \times Ar \ Ni = 0,025 \times 58,71 = 1,467 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = mol \times Ar \ N = 0,1 \times 14 = 1,4 \text{ gram}$$

$$mol_{TiO_2} = \frac{87,5}{100} = 0,875 \text{ mol}$$

$$massa_{TiO_2} = mol \times Ar \ TiO_2 = 0,875 \times 79,9 = 69,912 \text{ gram}$$

$$massa_{Total} = massa Ni + massa N + massa TiO_2 = 1,467 + 1,4 + 69,912 = 72,780 \text{ gram}$$

$$massa_{Nikel} = \frac{massa Ni}{massa total} \times 2 = \frac{1,467}{77,723} \times 2 = 0,040 \text{ gram}$$

$$massa_{Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O} = \frac{massa Ni \times Mr Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O}{Ar Ni} = \frac{0,037 \times 290,71}{58,71} = 0,199 \text{ gram}$$

$$massa_{Nitrogen} = \frac{massa N}{massa total} \times 2 = \frac{1,4}{77,723} \times 2 = 0,038 \text{ gram}$$

$$massa_{CO(NH_2)_2} = \frac{massa N \times Mr CO(NH_2)_2}{Ar N} = \frac{0,038 \times 60}{14} = 0,082 \text{ gram}$$

$$massa_{TiO_2} = \frac{massa TiO_2}{massa total} \times 2 = \frac{73,907}{7,723} \times 2 = 1,943 \text{ gram}$$

$$massa_{Ti-butoksida} = \frac{massa TiO_2 \times Mr Ti - butoksida}{Mr TiO_2} = \frac{69,912 \times 339,9}{79,9} = 8,172 \text{ gram}$$

$$volume_{Ti-butoksida} = \frac{massa Ti - butoksida}{\rho Ti - butoksida} = \frac{8,172}{1} = 8,172 \text{ ml}$$

$$volume_{Ti-butoksida 97\%} = \frac{95}{100} \times 8,172 = 7,927 \text{ ml}$$

### Lampiran 3 Dokumentasi Penelitian



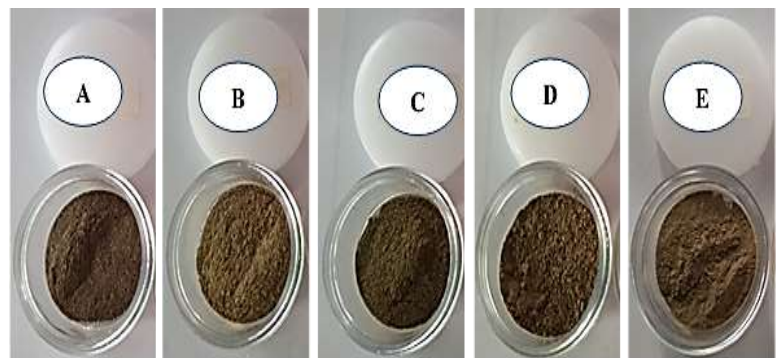
Ti-butoksida

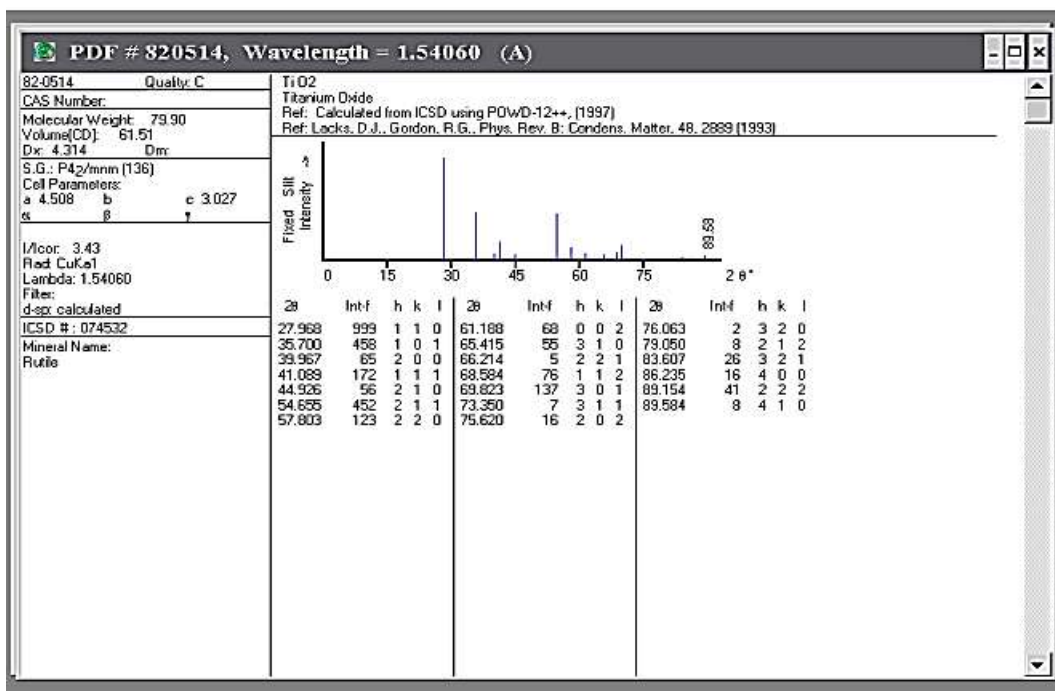
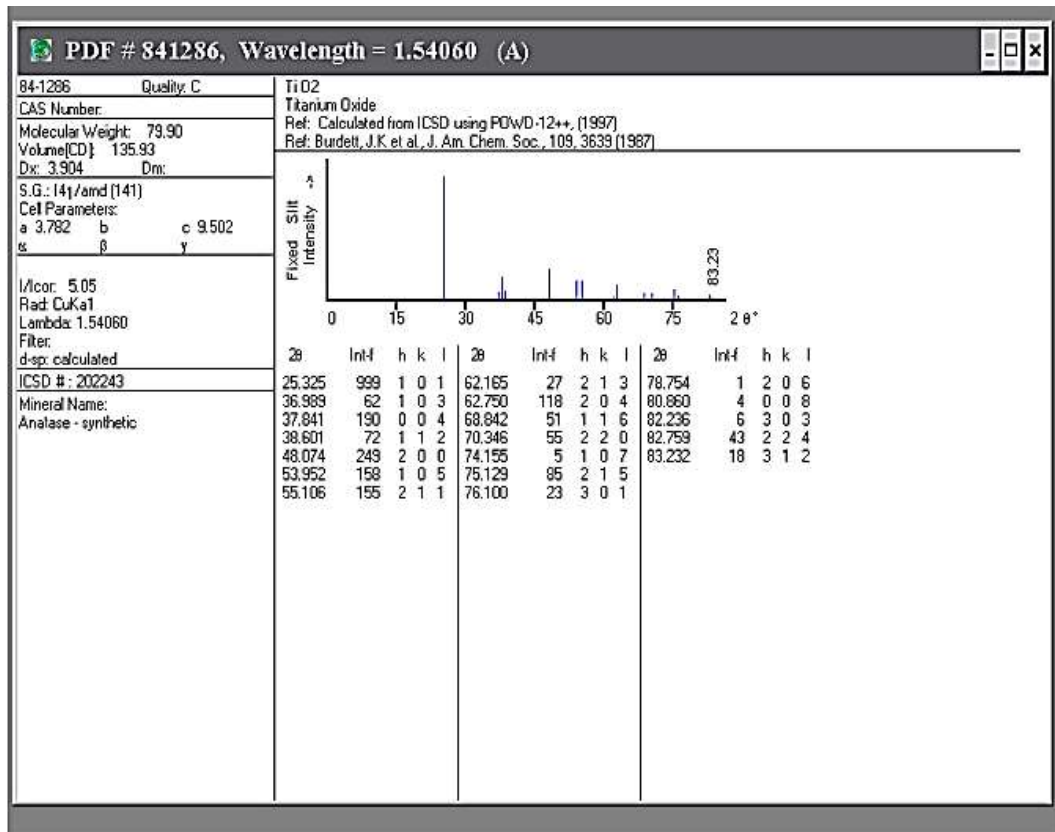


Pengukuran pH 2,5

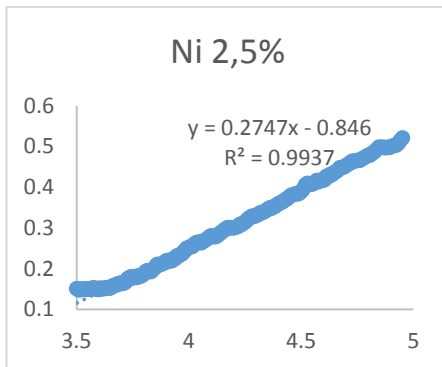


Gel Hasil Sintesis

Alat untuk Degradasi *Methylene Blue*TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis setelah DikalsinasiNi-TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis setelah DikalsinasiProses Degradasi *Methylene Blue*N-TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis setelah DikalsinasiNi-N-TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis setelah Dikalsinasi

Lampiran 4 Data JCPDS TiO<sub>2</sub>

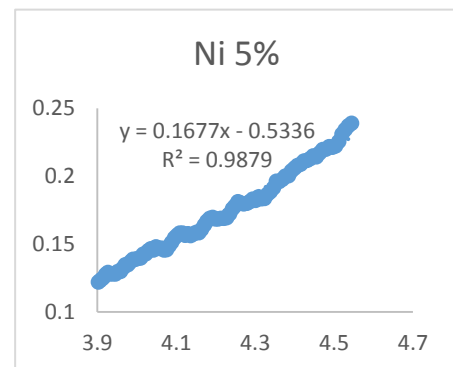
### Lampiran 5 Perhitungan *Band gap* Ni-TiO<sub>2</sub> dan N-TiO<sub>2</sub>



$$y = 0,2747x - 0,846$$

$$0 = 0,2747x - 0,846$$

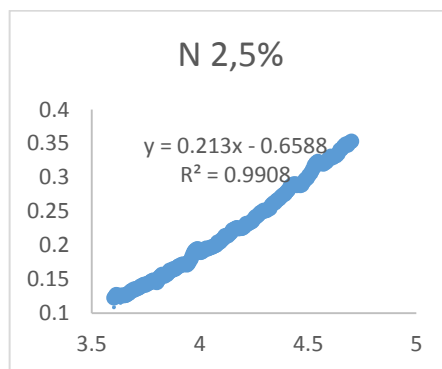
$$X = 3,079$$



$$y = 0,1677x - 0,5336$$

$$0 = 0,1677x - 0,5336$$

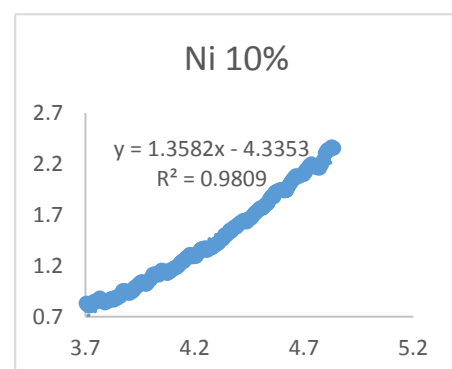
$$X = 3,182$$



$$y = 0,213x - 0,6588$$

$$0 = 0,213x - 0,6588$$

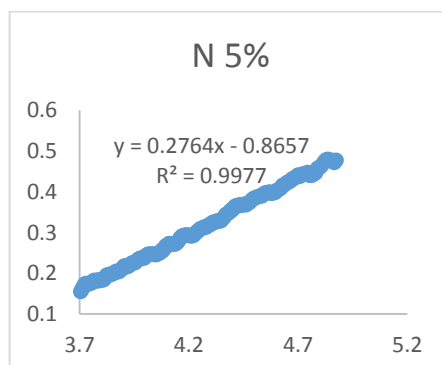
$$X = 3,093$$



$$y = 1,3582x - 4,3353$$

$$0 = 1,3582x - 4,3353$$

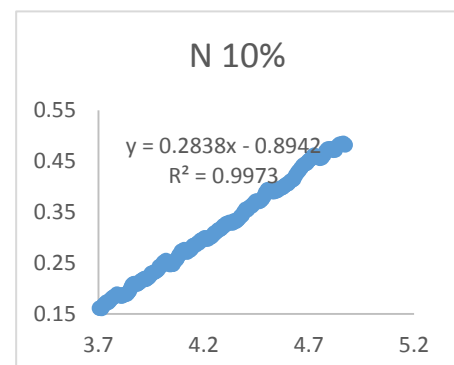
$$X = 3,192$$



$$y = 0,2764x - 0,8657$$

$$0 = 0,2764x - 0,8657$$

$$X = 3,132$$



$$y = 0,2838x - 0,8942$$

$$0 = 0,2838x - 0,8942$$

$$x = 3,151$$

## Lampiran 6 Data Hasil Analisis XRD

```

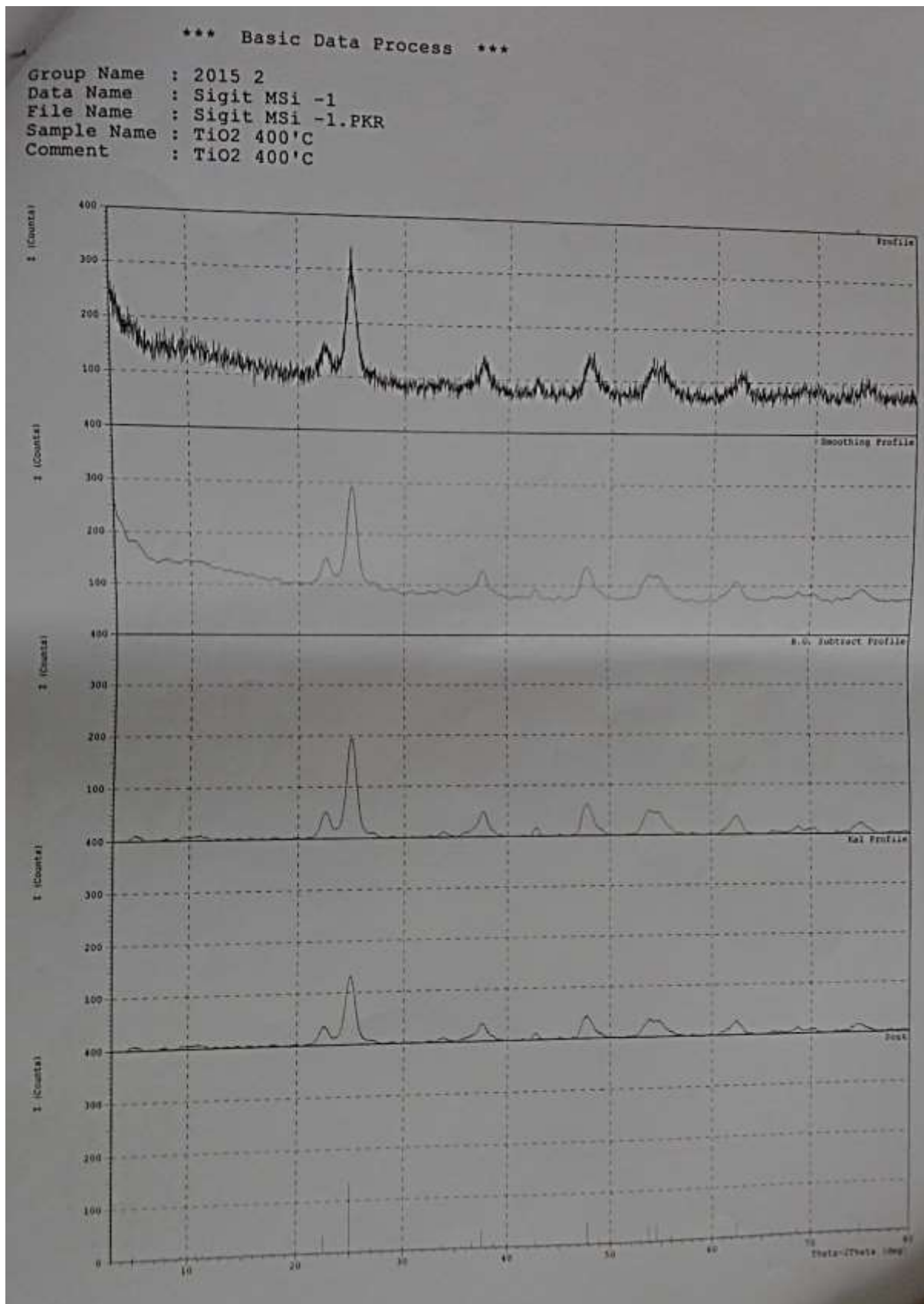
*** Basic Data Process ***
Group Name : 2015 2
Data Name : Sigit MSi -1
File Name : Sigit MSi -1.PKR
Sample Name : TiO2 400'C
Comment : TiO2 400'C

# Strongest 3 peaks
no. peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 10 24.9500 3.56598 100 1.06000 133 7748
2 18 47.7800 1.90206 34 1.16000 45 2474
3 9 22.5300 3.94324 26 1.10000 35 2364

# Peak Data List
peak 2Theta d I/I1 FWHM Intensity Integrated Int
no. (deg) (A) (deg) (Counts) (Counts)
1 4.9800 17.73046 6 0.52000 8 315
2 7.8200 11.29647 3 0.04000 4 28
3 9.4600 9.34146 5 0.20000 7 178
4 10.1200 8.73367 5 0.00000 6 0
5 10.8100 8.17770 6 0.70000 8 320
6 11.5000 7.68854 4 0.32000 5 104
7 15.4900 5.71590 3 0.06000 4 34
8 17.7400 4.99568 3 0.08000 4 57
9 22.5300 3.94324 26 1.10000 35 2364
10 24.9500 3.56598 100 1.06000 133 7748
11 26.9400 3.30691 6 0.84000 8 562
12 33.7600 2.65284 6 0.48000 8 359
13 35.6400 2.51709 5 0.32000 6 148
14 36.6200 2.45195 9 0.80000 12 570
15 37.5550 2.39302 26 1.03000 34 1607
16 38.6400 2.32829 7 0.32000 9 238
17 42.7300 2.11442 9 0.58000 12 362
18 47.7800 1.90206 34 1.16000 45 2474
19 48.9400 1.85965 8 0.80000 10 520
20 53.7600 1.70374 26 1.16000 34 1605
21 54.5200 1.68177 25 1.64000 33 2175
22 56.0000 1.64078 7 0.00000 9 0
23 61.2200 1.51279 5 0.64000 7 317
24 62.4500 1.48592 21 1.18000 28 1584
25 66.1200 1.41206 5 0.32000 6 128
26 66.7600 1.40006 4 0.12000 5 71
27 68.6000 1.36693 9 0.76000 12 589
28 70.0600 1.34197 8 0.88000 10 460
29 72.6700 1.30007 3 0.34000 4 83
30 73.5700 1.28638 3 0.30000 4 99
31 74.9800 1.26564 11 1.24000 15 1122
32 76.1000 1.24978 4 0.00000 5 0
33 78.1300 1.22231 3 0.26000 4 87
34 79.3700 1.20630 3 0.34000 4 154

```





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

Group Name : 2015 2  
 Data Name : Sigit MSi -2  
 File Name : Sigit MSi -2.PKR  
 Sample Name : TiO2 500'C  
 Comment : TiO2 500'C

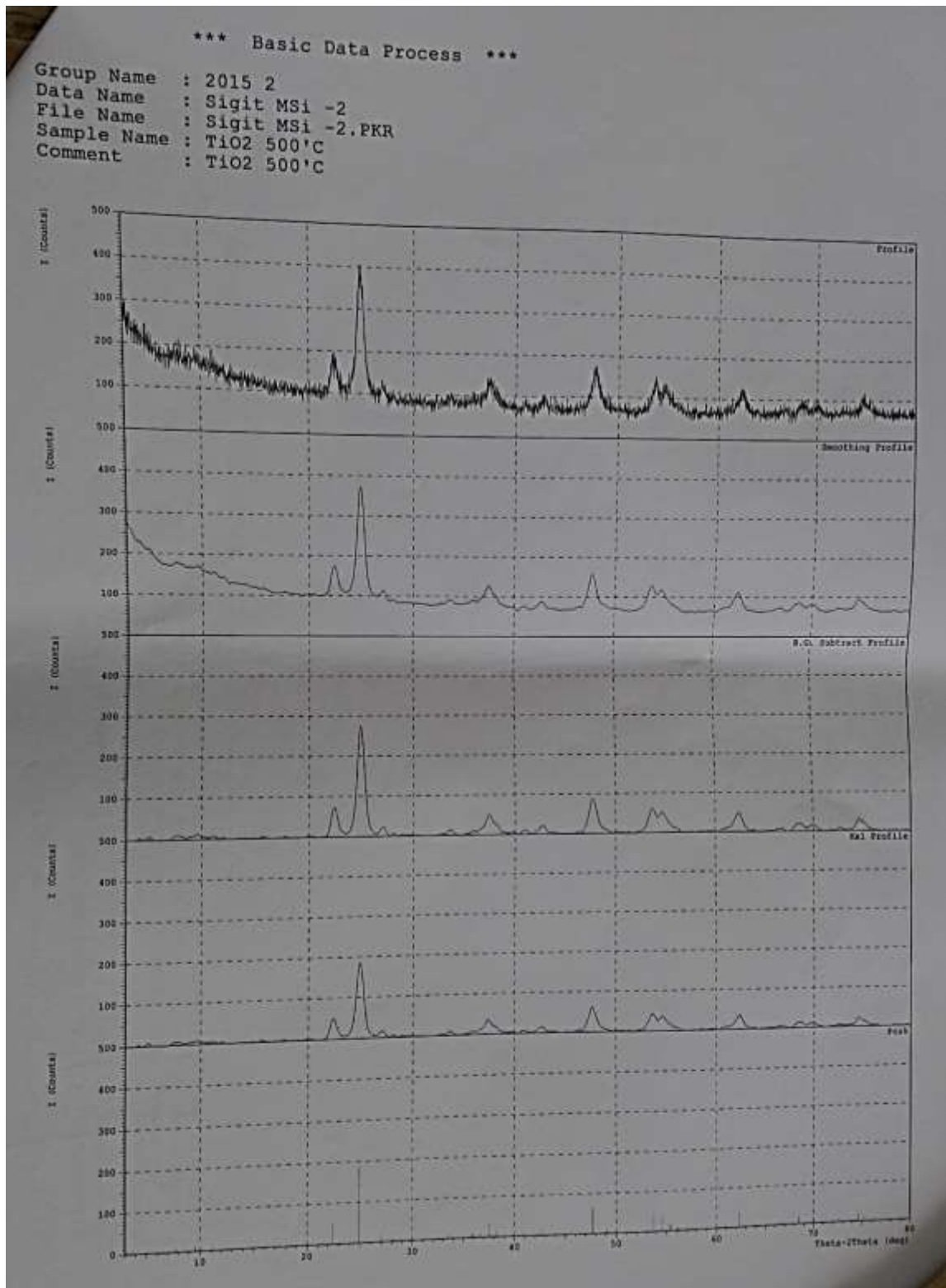
# Strongest 3 peaks

no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	7	24.8987	3.57321	100	0.81250	186	8605
2	18	47.6966	1.90519	33	0.87330	62	3264
3	6	22.3916	3.96730	27	0.71670	51	2090

# Peak Data List

peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	5.1300	17.21235	3	0.42000	6	170
2	7.8000	11.32539	4	0.96000	8	371
3	8.8600	9.97267	3	0.36000	6	110
4	9.5200	9.28272	5	0.60000	10	400
5	11.1300	7.94329	4	0.38000	7	250
6	22.3916	3.96730	27	0.71670	51	2090
7	24.8987	3.57321	100	0.81250	186	8605
8	27.0100	3.29850	9	0.58000	17	642
9	28.0400	3.17963	4	0.12000	7	85
10	33.5800	2.66665	5	0.60000	10	363
11	35.8800	2.50080	5	0.48000	9	280
12	36.6600	2.44937	7	0.52000	13	374
13	37.5000	2.39641	19	1.00000	36	1389
14	38.2200	2.35290	8	0.44000	15	522
15	39.7800	2.26415	3	0.12000	6	84
16	40.9050	2.20444	4	0.57000	8	265
17	42.6800	2.11678	9	0.72000	16	704
18	47.6966	1.90519	33	0.87330	62	3264
19	49.1000	1.85397	4	0.00000	7	0
20	53.7000	1.70550	23	1.08000	43	1921
21	54.5400	1.68120	19	1.32000	36	1502
22	55.3600	1.65822	9	0.62000	16	636
23	56.1400	1.63702	3	0.00000	6	0
24	60.8800	1.52042	4	0.52000	7	298
25	62.3000	1.48913	19	0.90000	36	1799
26	66.7600	1.40006	4	0.28000	7	220
27	68.5000	1.36868	8	0.80000	15	725
28	69.9600	1.34365	7	0.60000	13	545
29	72.6300	1.30069	3	0.42000	6	237
30	74.6400	1.27056	12	0.60000	22	733
31	75.2000	1.26249	8	0.48000	15	488



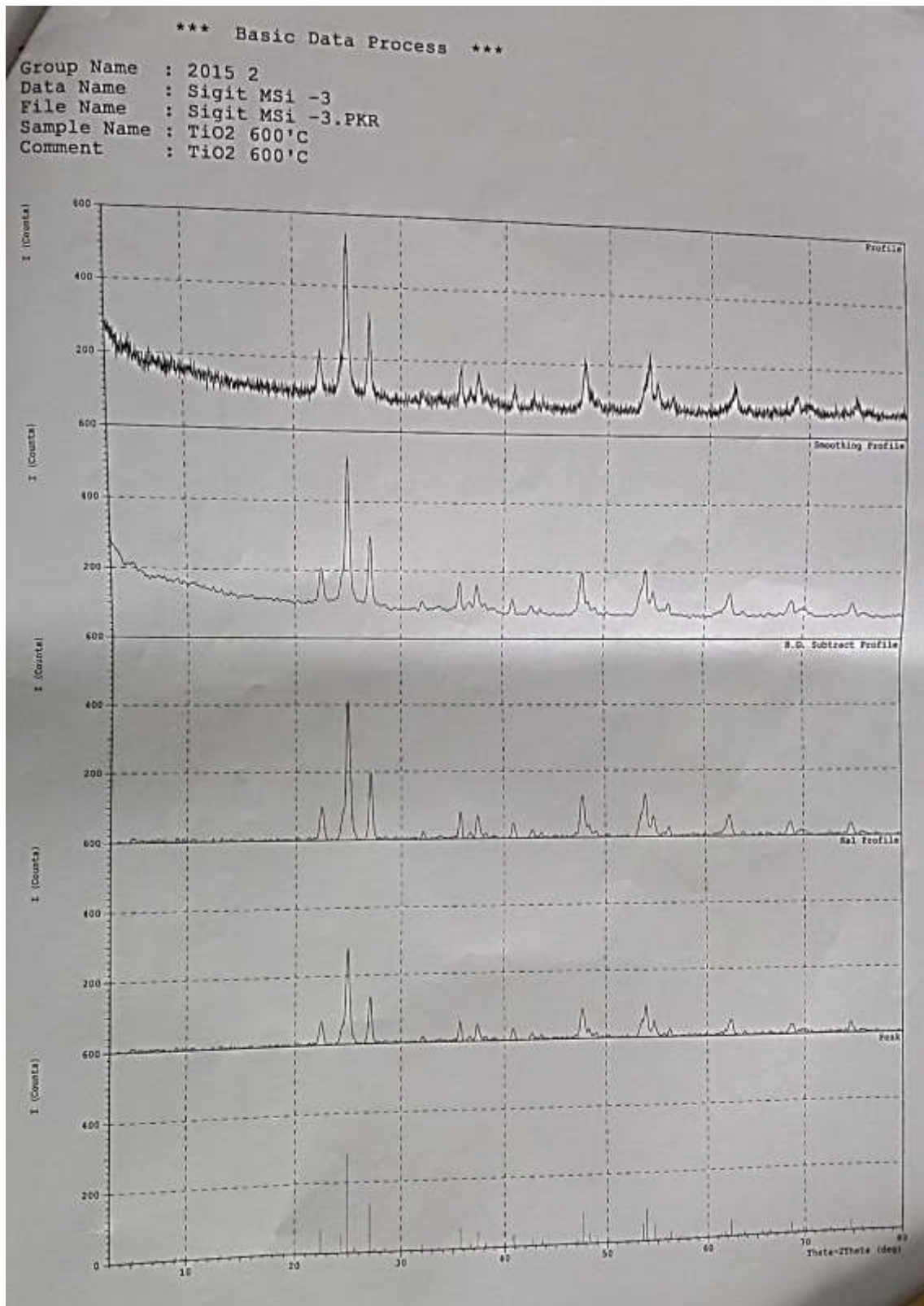


\*\*\* Basic Data Process \*\*\*

Group Name : 2015 2  
 Data Name : Sigit MSI -3  
 File Name : Sigit MSI -3.PKR  
 Sample Name : TiO2 600'C  
 Comment : TiO2 600'C

# Strongest 3 peaks							
no.	peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)
1	8	24.8987	3.57321	100	0.42410	281	6173
2	10	27.0281	3.29633	48	0.34030	135	2466
3	29	53.9053	1.69949	33	0.43730	94	1731

# Peak Data List							
peak no.	2Theta (deg)	d (A)	I/I1	FWHM (deg)	Intensity (Counts)	Integrated Int (Counts)	
1	5.0933	17.33629	4	0.25330	10	251	
2	7.3125	12.07929	3	0.17500	8	155	
3	9.0533	9.76017	3	0.16000	9	100	
4	9.6633	9.14538	3	0.15330	8	85	
5	13.1650	6.71966	3	0.13000	9	80	
6	22.4100	3.96408	24	0.42000	68	1654	
7	24.3600	3.65099	19	0.33000	53	1204	
8	24.8987	3.57321	100	0.42410	281	6173	
9	25.5800	3.47956	5	0.16000	13	228	
10	27.0281	3.29633	48	0.34030	135	2466	
11	27.4400	3.24778	4	0.24000	10	315	
12	28.4900	3.13043	3	0.10000	9	103	
13	32.0433	2.79094	6	0.27330	17	272	
14	33.6000	2.66510	3	0.16000	8	169	
15	35.6862	2.51394	21	0.29250	58	959	
16	36.6400	2.45066	5	0.28000	14	230	
17	37.3870	2.40339	17	0.36600	48	958	
18	38.1491	2.35711	4	0.32830	12	281	
19	39.0800	2.30308	3	0.12000	9	102	
20	40.9016	2.20462	12	0.32330	33	555	
21	42.7583	2.11309	6	0.30330	18	354	
22	43.6300	2.07287	5	0.22000	14	216	
23	47.0500	1.92985	4	0.26000	10	187	
24	47.6900	1.90544	31	0.48860	87	2137	
25	48.3000	1.88279	10	0.34660	28	579	
26	49.0183	1.85687	5	0.30330	15	319	
27	50.2333	1.81477	3	0.14670	9	105	
28	53.5400	1.71022	18	0.49000	50	1110	
29	53.9053	1.69949	33	0.43730	94	1731	
30	54.7108	1.67636	17	0.39170	47	1136	
31	55.7300	1.64809	4	0.30000	10	172	
32	56.2550	1.63395	8	0.29000	23	401	
33	58.7800	1.56963	3	0.28000	8	234	
34	61.3800	1.50923	4	0.28000	10	229	
35	61.7800	1.50041	5	0.22000	15	193	
36	62.3475	1.48811	16	0.53500	46	1272	
37	63.7450	1.45882	4	0.21000	11	149	
38	65.5750	1.42246	3	0.21000	8	101	
39	66.3200	1.40828	3	0.20000	9	153	
40	68.1600	1.37468	3	0.20000	8	104	
41	68.5883	1.36713	10	0.52330	29	730	
42	69.2800	1.35516	3	0.22660	9	138	
43	69.7800	1.34667	5	0.28000	15	251	
44	70.1600	1.34031	4	0.22000	11	144	
45	70.6550	1.33212	3	0.13000	9	79	
46	72.6600	1.30023	3	0.28000	8	200	
47	74.2000	1.27701	3	0.24000	8	154	



## Lampiran 7 Perhitungan Ukuran Kristal TiO<sub>2</sub>

Sampel	B (FWHM)	2θ	Cos θ	d (Å)	Intensitas	λ (nm)	D (nm)	Rerata ukuran kristal (nm)
TiO <sub>2</sub> 400°C	1,06	24,95	0,976	3,566	100	15,418	13,407	13,117
	1,16	47,78	0,914	1,902	34	15,418	13,083	
	1,10	22,53	0,981	3,943	26	15,418	12,862	
TiO <sub>2</sub> 500°C	0,8125	24,899	0,976	3,573	100	15,418	17,490	18,2
	0,87	47,697	0,915	1,905	33	15,418	17,373	
	0,72	22,392	0,981	3,967	27	15,418	19,737	
TiO <sub>2</sub> 600°C	0,4241	24,898	0,976	3,573	100	15,418	33,507	37,014
	0,34	27,028	0,972	3,296	48	15,418	41,937	
	0,44	53,905	0,891	1,699	33	15,418	35,598	

$$\text{Rumus : } D = \frac{K \cdot \lambda}{B \cos \theta}$$

### 1. TiO<sub>2</sub> 400°C

$$D1 = \frac{0,9 \times 15,418}{1,06 \times 0,976} = 13,407 \text{ nm}$$

$$D2 = \frac{0,9 \times 15,418}{1,16 \times 0,914} = 13,083 \text{ nm}$$

$$D3 = \frac{0,9 \times 15,418}{1,10 \times 0,981} = 12,862 \text{ nm}$$

### 2. TiO<sub>2</sub> 400°C

$$D1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,81 \times 24,89} = 17,489 \text{ nm}$$

$$= 17,372 \text{ nm}$$

$$D2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,87 \times 47,69} = 17,489 \text{ nm}$$

$$D3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,72 \times 22,39} = 19,736 \text{ nm}$$

### 3. TiO<sub>2</sub> 400°C

$$D1 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,42 \times 0,976} = 33,507 \text{ nm}$$

$$D2 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,34 \times 27,02} = 41,937 \text{ nm}$$

$$D3 = \frac{0,9 \times 15,418}{0,44 \times 0,891} = 35,598 \text{ nm}$$

## Perhitungan Ukuran Kristal Ni-N-TiO<sub>2</sub>

B (FWHM)	2 tetha	cos tetha	D	intensitas	lamda	0,9xlamda	Bcos tetha	D
1,085	24,4225	0,910521364	3,64179	100	15,418	13,8762	0,98791568	14,04594
0,98	47,13	0,680337217	1,92677	42	15,418	13,8762	0,66673047	20,81231
1,04	53,52	0,594542151	1,71081	36	15,418	13,8762	0,61832384	22,44164
rata-rata								19,09996

Ni:N=2,5%:2,5%

Ni:N=2,5%:5%

B (FWHM)	2 tetha	cos tetha	d	intensitas	lamda	0,9xlamda	Bcos tetha	D
0,9467	24,4533	0,910298972	3,63728	100	15,418	13,8762	0,86178004	16,10179

0,82	47,41	0,676747486	1,91604	42	15,418	13,8762	0,55493294	25,00518	
1,24	53,6	0,593418886	1,70845	38	15,418	13,8762	0,73583942	18,85765	
								rata-rata	19,98821

Ni:N=2,5%:10%

<b>B (FWHM)</b>	<b>2 tetha</b>	<b>cos tetha</b>	<b>d</b>	<b>intensitas</b>	<b>lamda</b>	<b>0,9xLamda</b>	<b>Bcos tetha</b>	<b>D</b>	
1,2600	24,4433	0,910371206	3,63874	100	15,418	13,8762	1,14706772	12,09711	
0,39	53,6933	0,592107417	1,7057	45	15,418	13,8762	0,22896794	60,60324	
0,75	47,105	0,680081345	1,92773	35	15,418	13,8762	0,51006101	27,20498	
								rata-rata	33,30178

Ni:N=5%:2,5%

<b>B (FWHM)</b>	<b>2 tetha</b>	<b>cos tetha</b>	<b>d</b>	<b>intensitas</b>	<b>lamda</b>	<b>0,9xlamda</b>	<b>Bcos tetha</b>	<b>D</b>	
0,980	24,46	0,910250559	3,63629	100	15,418	13,8762	0,89204555	15,55548	
1,13	47,215	0,679249191	1,92349	42	15,418	13,8762	0,76755159	18,07852	
0,52	37,22	0,796318824	2,41379	32	15,418	13,8762	0,41408579	33,51045	
								rata-rata	22,38149

Ni:N=10%:2,5%

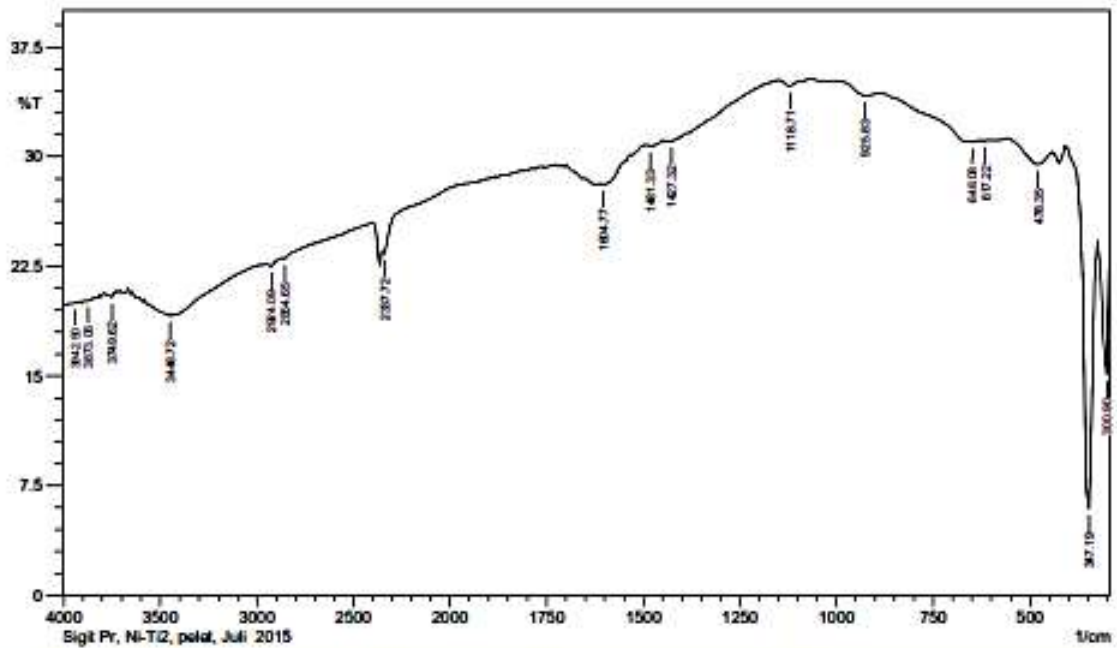
<b>B (FWHM)</b>	<b>2 tetha</b>	<b>cos tetha</b>	<b>d</b>	<b>intensitas</b>	<b>lamda</b>	<b>0,9xlamda</b>	<b>Bcos tetha</b>	<b>D</b>	
0,963	24,5316	0,909732419	3,62584	100	15,418	13,8762	0,87634524	15,83417	
1,03	47,3366	0,677690075	1,91884	31	15,418	13,8762	0,70025715	19,81586	
1,46	53,66	0,592575678	1,70668	30	15,418	13,8762	0,86516049	16,03887	
								rata-rata	17,22964

## Lampiran 8 FTIR Ni-TiO<sub>2</sub>, N-TiO<sub>2</sub> dan Ni-N-TiO<sub>2</sub>

SHIMADZU



Lah. Kattia Oeparah FMIPA - UGM



No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	15.065	9	324.04	293.18	22.049	2.974
2	347.19	5.896	17.633	401.19	331.76	52.518	11.301
3	455.2	29.446	1.036	555.5	447.49	56.26	0.819
4	617.22	31.077	0.021	632.65	594.08	19.572	0.005
5	648.08	30.983	0.311	879.54	632.65	120.331	0.32
6	925.83	34.131	0.488	979.84	887.26	42.919	0.303
7	1118.71	34.78	0.438	1141.86	1064.71	35.11	0.173
8	1427.32	31.038	0.146	1435.04	1149.57	136.703	0.208
9	1481.33	30.728	0.113	1489.05	1450.47	19.702	0.062
10	1604.77	28.083	0.229	1612.49	1496.76	61.522	0.254
11	2337.72	23.301	0.358	2353.16	1820.8	301.672	0.063
12	2854.65	23.01	0.097	2870.08	2399.45	288.886	0.029
13	2924.09	22.48	0.281	2947.23	2870.08	40.604	0.15
14	3448.72	19.113	1.282	3556.74	2954.95	411.504	6.752
15	3749.62	20.371	0.264	3765.05	3726.47	26.491	0.09
16	3873.06	20.101	0.1	3888.49	3795.91	64.105	0.179
17	3942.5	19.923	0.031	3950.22	3919.35	21.573	0.005

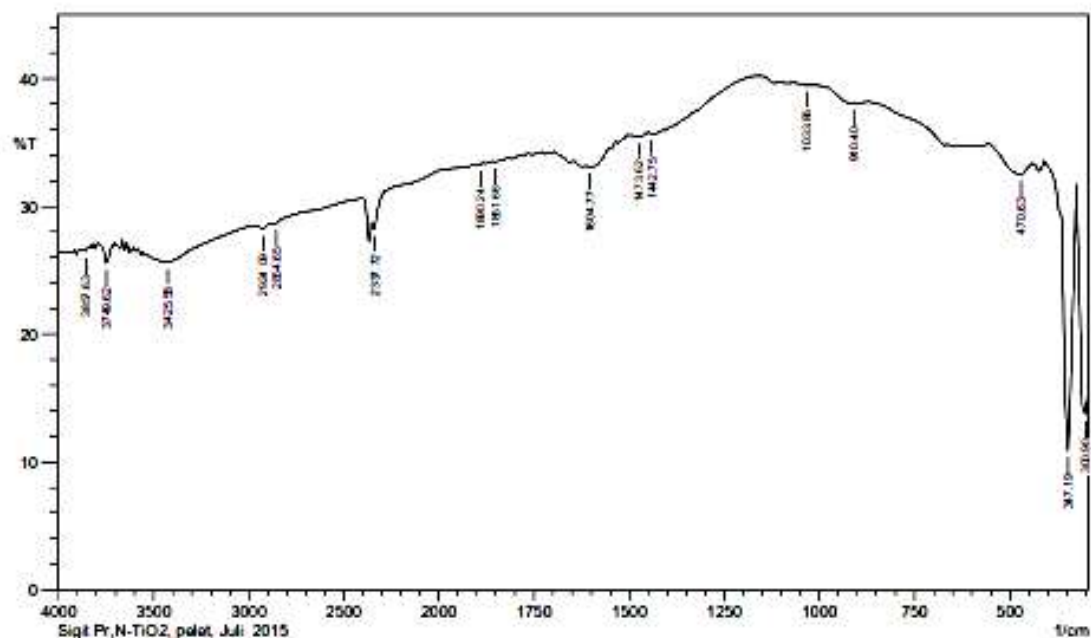
Comment:

Sigit Pr, Ni-Ti2, pelet, Juli 2015





Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



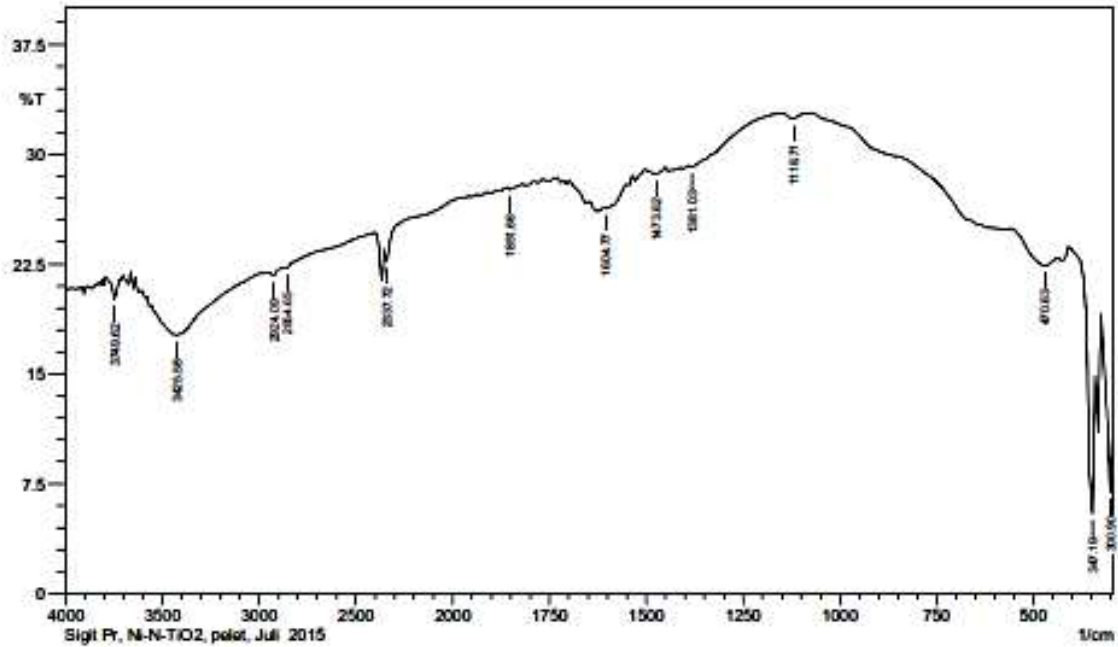
No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	13.695	4.53	316.33	293.18	10.401	2.078
2	347.19	10.878	19.231	362.62	324.04	28.776	8.945
3	455.2	32.481	1.285	555.5	439.77	55.245	1.109
4	910.4	38.046	0.428	1002.98	879.54	51.108	0.307
5	1033.85	39.443	0.1	1064.71	1010.7	21.795	0.034
6	1442.75	35.649	0.279	1450.47	1157.29	123.353	0.61
7	1473.62	35.414	0.263	1496.76	1450.47	20.796	0.088
8	1604.77	33.059	0.304	1612.49	1535.34	36.309	0.382
9	1851.66	33.434	0.146	1859.38	1820.8	18.272	0.038
10	1890.24	33.214	0.061	1897.95	1867.09	14.717	0.008
11	2337.72	28.149	0.679	2353.16	1936.53	207.755	0.132
12	2854.65	28.637	0.1	2870.08	2399.45	247.618	0.023
13	2924.09	28.18	0.311	2947.23	2870.08	42.122	0.13
14	3425.58	25.609	1.095	3541.31	3001.24	308.432	4.065
15	3749.62	25.544	1.588	3788.19	3703.33	48.951	0.876
16	3857.63	26.457	0.296	3880.78	3842.2	22.178	0.069

Comment:

Sig1 Pr,N-TiO<sub>2</sub>, pelet, Juli 2015



Lab. Kimia Organik FMIPA - UGM



No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	300.9	6.896	6.29	316.33	293.18	23.117	2.669
2	347.19	5.441	14.959	401.19	324.04	62.984	10.807
3	455.2	22.302	1.006	555.5	439.77	73.419	1.25
4	1118.71	32.375	0.38	1141.86	1080.14	30.05	0.13
5	1381.03	29.09	0.225	1388.75	1149.57	120.954	0.149
6	1473.62	28.624	0.222	1496.76	1458.18	20.898	0.07
7	1604.77	26.263	0.273	1612.49	1535.34	43.698	0.457
8	1851.66	27.562	0.197	1859.38	1820.8	21.475	0.064
9	2337.72	22.664	0.974	2353.16	1936.53	245.024	0.275
10	2854.65	22.211	0.104	2870.08	2399.45	295.453	0.028
11	2924.09	21.607	0.315	2947.23	2870.08	50.748	0.159
12	3425.58	17.621	2.543	3556.74	2985.81	403.855	13.864
13	3749.62	20.08	1.351	3788.19	3726.47	42.004	0.708

Comment;

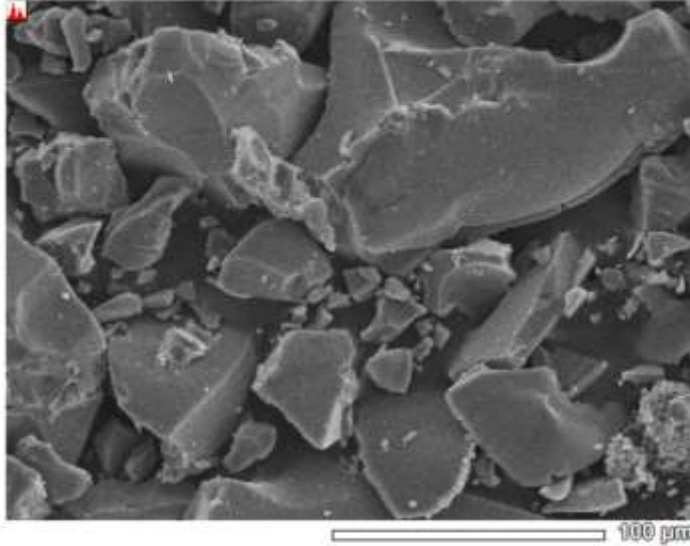
Sigt Pr, Ni-N-TiO<sub>2</sub>, pelet, Juli 2015



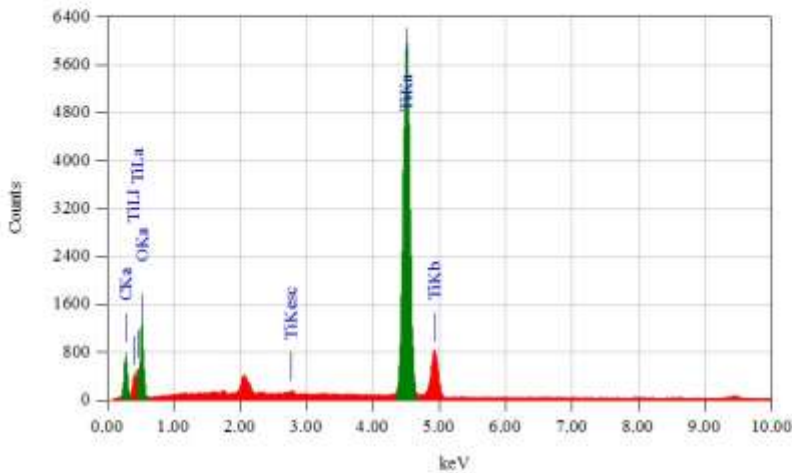
Lampiran 9 SEM EDX TiO<sub>2</sub>, Ni-TiO<sub>2</sub>, N-TiO<sub>2</sub> dan Ni-N-TiO<sub>2</sub>

EDS-1 TiO<sub>2</sub>

JEOL 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2015/07/28  
 Pixel : 512 x 384



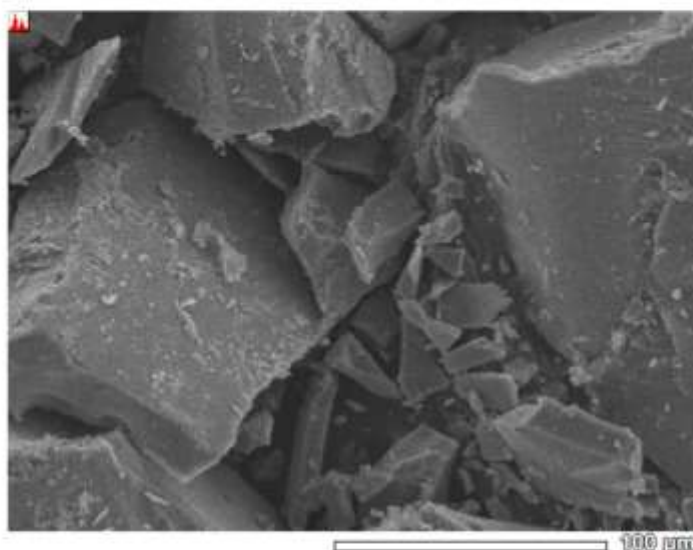
Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 51.74 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 3 %  
 Counting Rate: 3369 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)  
 Fitting Coefficient : 0.0464  
 Total Oxide : 24.0

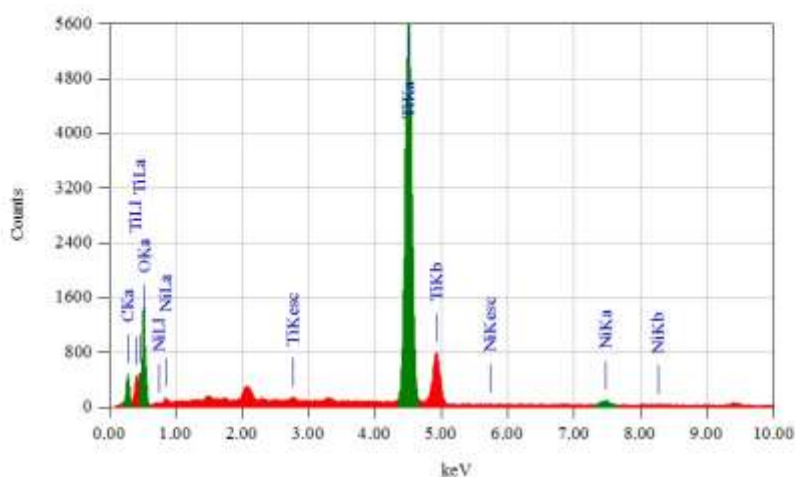
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	17.26	0.12	58.12	C	17.26	0.00	13.06
O		33.15						
Ti K	4.508	49.59	0.36	41.88	TiO <sub>2</sub>	82.74	12.00	86.93
Total		100.00		100.00		100.00	12.00	

EDS-1 Ni\_TiO2

JEOL 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2015/07/28  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 51.74 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 3 %  
 Counting Rate: 3297 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)

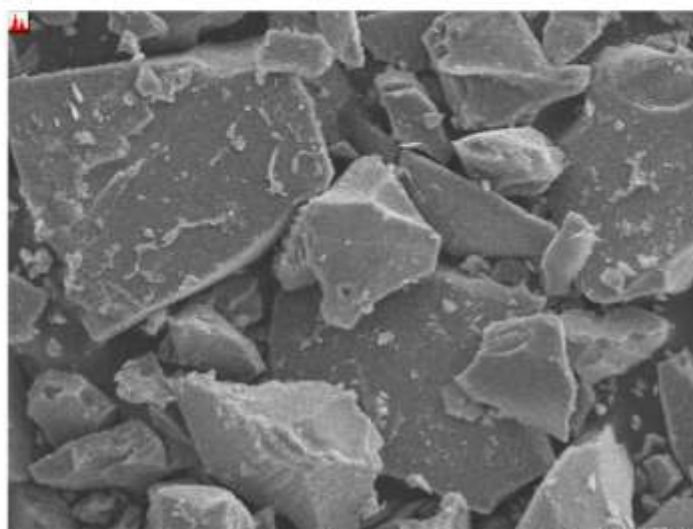
Fitting Coefficient : 0.0415

Total Oxide : 24.0

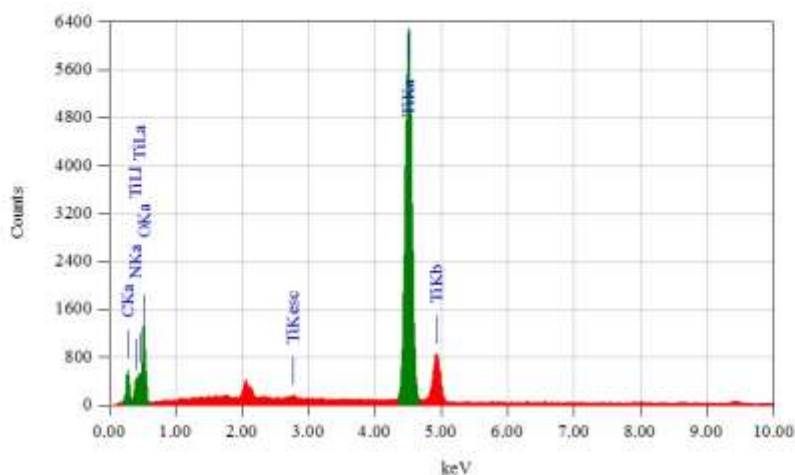
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	11.92	0.11	47.33	C	11.92	0.00	8.35
O		34.88						
Ti K	4.508	51.47	0.38	51.26	TiO2	85.87	11.84	88.81
Ni K	7.471	1.73	0.10	1.41	NiO	2.21	0.33	2.82
Total		100.00		100.00		100.00	12.16	

EDS-1 NTiO2

JEOL 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2015/07/28  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 51.85 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 3 %  
 Counting Rate: 3569 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)

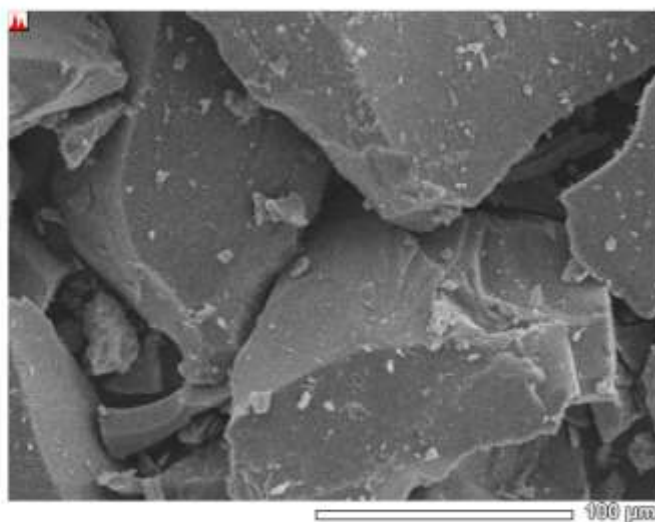
Fitting Coefficient : 0.0412

Total Oxide : 24.0

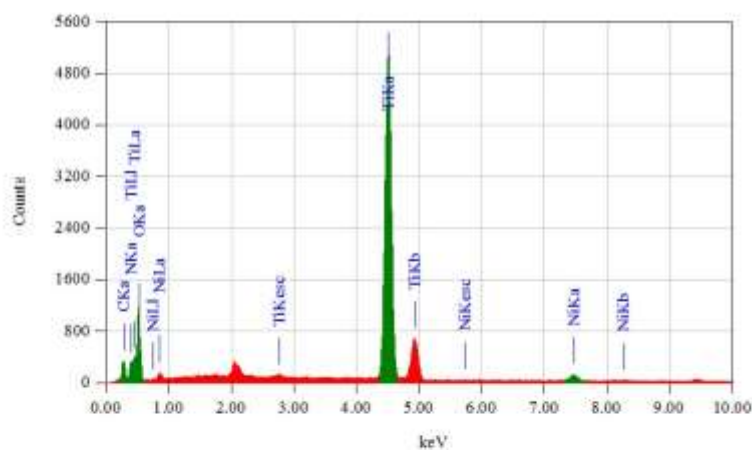
Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	13.25	0.11	50.40	C	13.25	0.00	9.69
N K*								
O		34.76						
Ti K	4.508	51.99	0.37	49.60	TiO2	86.75	12.00	90.30
Total		100.00		100.00		100.00	12.00	

EDS-1 NiNTiO2

JEOL 1/1



Title : IMG1  
 Instrument : 6510(LA)  
 Volt : 20.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2015/07/28  
 Pixel : 512 x 384

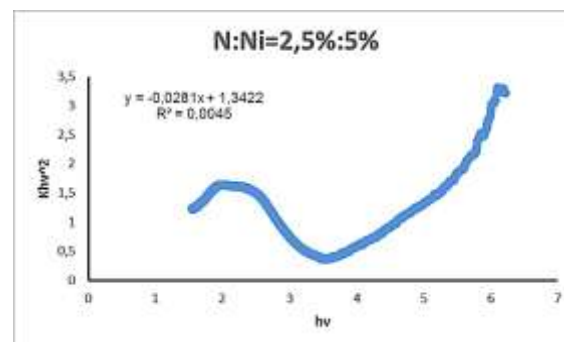
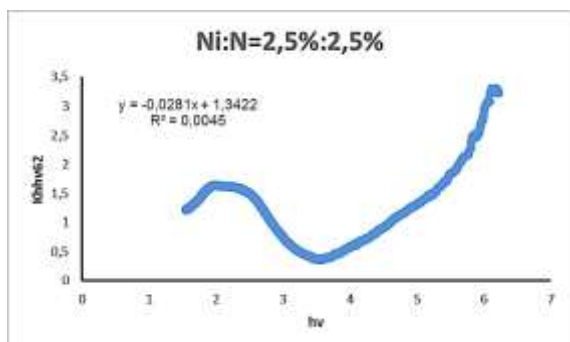
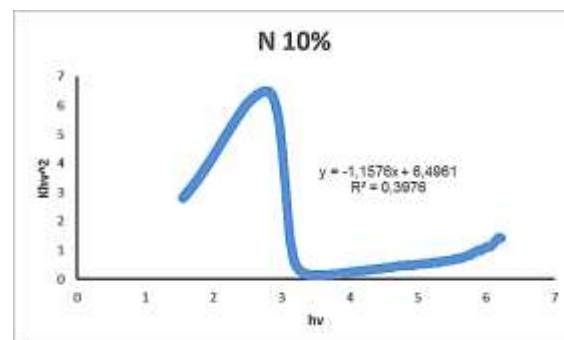
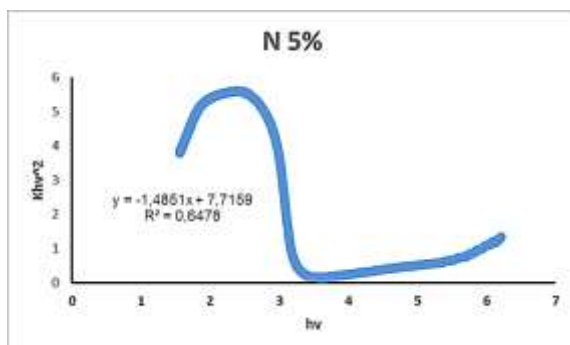
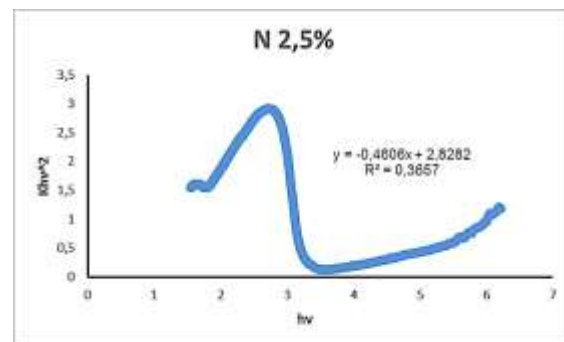
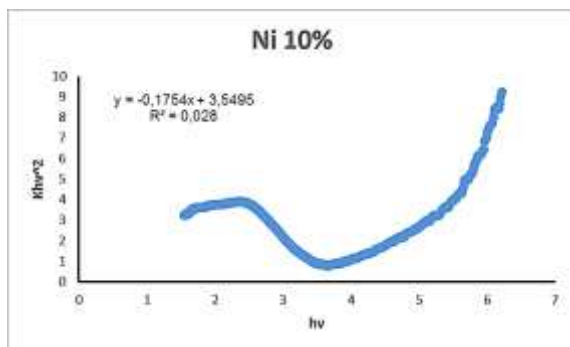
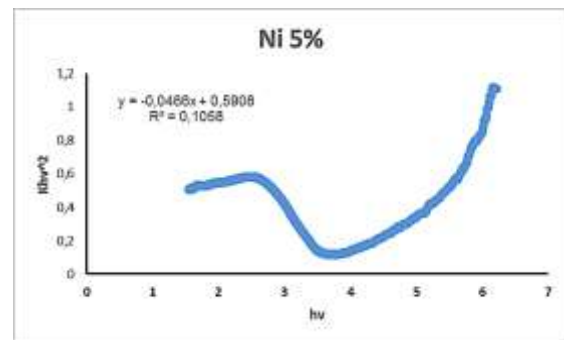
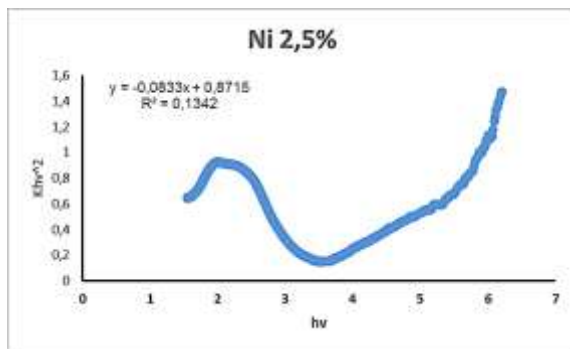


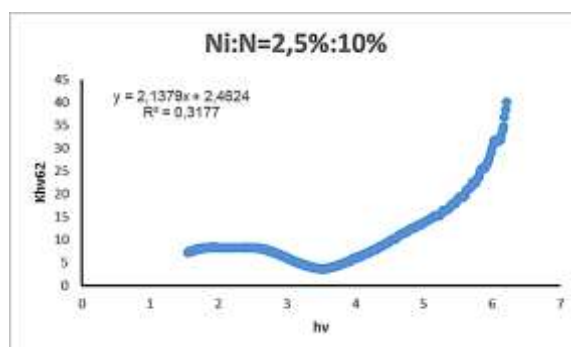
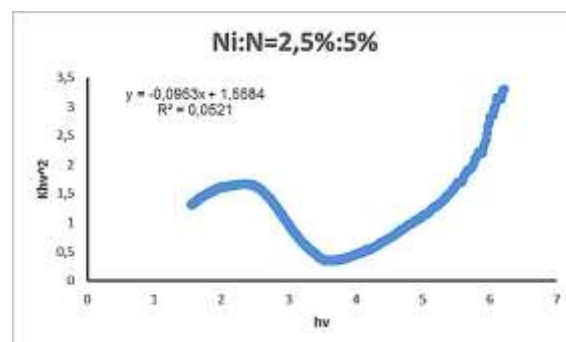
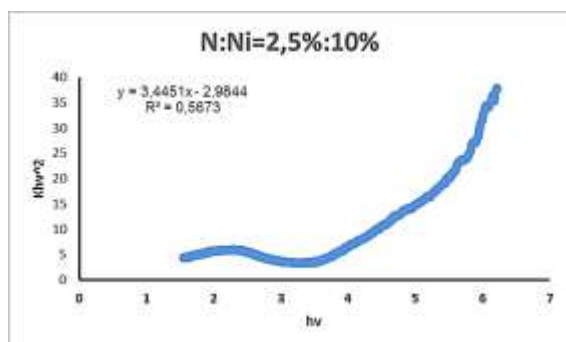
Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510(LA)  
 Acc. Voltage : 20.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 51.48 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 2 %  
 Counting Rate: 2885 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

EDS Method Standardless Quantitative Analysis(Oxide)  
 Fitting Coefficient : 0.0425  
 Total Oxide : 24.0

Element	(keV)	Mass%	Sigma	Mol%	Compound	Mass%	Cation	
C K	0.277	10.12	0.03	42.77	C	10.12	0.00	6.84
N K*								
O		35.32						
Ti K	4.508	51.66	0.18	54.73	TiO2	86.19	11.73	88.46
Ni K	7.471	2.89	0.07	2.50	NiO	3.68	0.54	4.68
Total		100.00		100.00		100.00	12.27	

## Lampiran 10 Grafik Hubungan antara $h\nu$ dengan $Kh\nu^2$





## Lampiran 11 Data Hasil Absorbansi dan Persentase Degradasi MB

### a. Absorbansi MB setelah Penyinaran

No.	Waktu Penyinaran (menit)	Ni-N-TiO <sub>2</sub> Ni:N= 2,5%:2,5%	Ni-N-TiO <sub>2</sub> N:Ni= 2,5%:5%	Ni-N-TiO <sub>2</sub> N:Ni= 2,5%:10%	Ni-N-TiO <sub>2</sub> N:Ni= 5%:2,5%	Ni-N-TiO <sub>2</sub> N:Ni= 10%:2,5%
1	0	0,7816	0,7797	0,7812	0,7804	0,7813
2	15	0,4233	0,5728	0,5981	0,3657	0,4203
3	30	0,4119	0,5669	0,5823	0,3473	0,4127
4	45	0,4091	0,5431	0,5631	0,3145	0,3968
5	60	0,3154	0,4522	0,5122	0,2761	0,3427

### b. Persentase Degradasi MB

Ni:N=2,5%:2,5%

Waktu	absorbansi akhir	absorbansi awal	konsentrasi awal	konsentrasi akhir	persen degradasi
0	0,7816	0,7816	4,688179348	4,688179348	0
15	0,4233	0,7816	4,688179348	2,254076087	51,92001159
30	0,4119	0,7816	4,688179348	2,176630435	53,57194609
45	0,4091	0,7816	4,688179348	2,157608696	53,97768439
60	0,3154	0,7816	4,688179348	1,521059783	67,55542675

Ni:N=2,5%:5%

Waktu	Absorbansi Akhir	Absorbansi Awal	Konsentrasi Awal	Konsentrasi Akhir	Persen Degradasi
0	0,7804	0,7804	4,680027174	4,680027174	0
15	0,3657	0,7804	4,680027174	1,862771739	60,19741617
30	0,3473	0,7804	4,680027174	1,737771739	62,86834083
45	0,3145	0,7804	4,680027174	1,514945652	67,62955436
60	0,2761	0,7804	4,680027174	1,254076087	73,20365801

Ni:N=2,5%:10%

Waktu	Absorbansi Akhir	Absorbansi Awal	Konsentrasi Awal	Konsentrasi Akhir	Persen Degradasi
0	0,7813	0,7813	4,686141304	4,686141304	0
15	0,4203	0,7813	4,686141304	2,233695652	52,33400986
30	0,4127	0,7813	4,686141304	2,182065217	53,43577849
45	0,3968	0,7813	4,686141304	2,074048913	55,74079443
60	0,3427	0,7813	4,686141304	1,706521739	63,58364743

Ni:N=5%:2,5%

Waktu	Absorbansi Akhir	Absorbansi Awal	Konsentrasi Awal	Konsentrasi Akhir	Persen Degradasi
0	0,7797	0,7797	4,675271739	4,675271739	0
15	0,5728	0,7797	4,675271739	3,269701087	30,0639349
30	0,5669	0,7797	4,675271739	3,229619565	30,92124382
45	0,5431	0,7797	4,675271739	3,067934783	34,37954083
60	0,4522	0,7797	4,675271739	2,450407609	47,58791049

Ni:N=10%:2,5%

Waktu	Absorbansi Akhir	Absorbansi Awal	Konsentrasi Awal	Konsentrasi Akhir	Persen Degradasi
0	0,7812	0,7812	4,685461957	4,685461957	0
15	0,5981	0,7812	4,685461957	3,441576087	26,54777439
30	0,5823	0,7812	4,685461957	3,33423913	28,83862549
45	0,5631	0,7812	4,685461957	3,203804348	31,62244454
60	0,5122	0,7812	4,685461957	2,858016304	39,00246484