



SINTESIS Ni-TiO₂ DENGAN METODE SOL-GEL DAN UJI AKTIVITASNYA PADA DEKOMPOSISI AIR

Angga Purnama*), Sigit Priatmoko dan Sri Wahyuni

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Sejarah Artikel:
Diterima September 2013
Disetujui September 2013
Dipublikasikan November 2013

Kata kunci:
hidrogen
gliserol
Ni-TiO₂
sol-gel
dekomposisi air

Abstrak

Telah dilakukan sintesis Ni-TiO₂ dengan metode sol-gel dan uji aktivitasnya pada dekomposisi air. Tujuan dalam penelitian adalah mensintesis Ni-TiO₂ dan mengetahui kinerja Ni-TiO₂ dalam mendekomposisi air dengan gliserol. Ni-TiO₂ disintesis menggunakan metode sol-gel dengan prekursor TIP sebagai media pendistribusian ion dopan. Karakterisasi terhadap material hasil sintesis meliputi: *band gap*, struktur dan ukuran kristal, porositas dan jumlah Ni yang terdopan berturut-turut menggunakan DR-UV, XRD, BET dan AAS. Ni-TiO₂ diuji aktivitasnya menggunakan lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm. Penambahan Ni masing-masing 1, 3, 5 10 terhadap massa TiO₂ berturut-turut sebesar 3,33; 2,71; 2,60; 2,54 dan 1,85 eV. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa Ni-TiO₂ mengalami perubahan dan intensitas struktur *anatase* pada sintesis Ni-TiO₂, serta mengakibatkan ukuran kristal Ni-TiO₂ menjadi semakin kecil seiring dengan banyaknya dopan Ni.

Abstract

Synthesis of Ni-TiO₂ sol-gel method and test its activity on the decomposition of water has been done. The purpose of this research is to synthesize Ni-TiO₂ and determine the performance of Ni-TiO₂ in decomposing water with glycerol. Ni-TiO₂ synthesized using sol-gel method used TIP precursor for medium of ion dopant distribution. Characterization of the synthesized materials include: band gap, structure and crystal size, porosity and the amount of Ni using DR-UV, XRD, BET and AAS. Ni-TiO₂ tested its activity using UV lamp with 254 nm. The addition of Ni respectively 1, 3, 5 10 the mass of TiO₂, respectively for 3.33, 2.71, 2.60, 2.54 and 1.85 eV. XRD characterization results indicate that the Ni-TiO₂ having *anatase* structure and intensity changes in the synthesis of Ni-TiO₂ and the resulting Ni-TiO₂ crystal size becomes smaller as the number of doped Ni.

Pendahuluan

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

Upaya yang telah dilakukan untuk memproduksi hidrogen, diantaranya adalah proses *steam reforming* (Pompeo, dkk; 2011) dan produksi melalui sumber terbarukan, salah satunya yaitu melalui proses elektrolisis air (Park, dkk; 2008). Dalam proses produksi hidrogen dengan *steam reforming* ini membutuhkan biaya yang mahal dan elektrolisis air juga merupakan teknologi produksi hidrogen yang memerlukan jumlah listrik sangat banyak sehingga energi yang dikonsumsi dalam proses elektrolisis dengan energi kimia yang dihasilkan masih belum seimbang secara ekonomis. Oleh karena itu diperlukan proses alternatif yang efisien dan murah serta ramah terhadap lingkungan. Proses fotokatalisis merupakan salah satu proses yang dapat digunakan untuk produksi hidrogen dari air (Abe; 2010).

Metode fotokatalisis bekerja menggunakan radiasi sinar untuk mendekomposisi air dengan memanfaatkan bahan-bahan yang bersifat semikonduktor sebagai fotokatalis dan penambahan *sacrificial agent*. Berbagai jenis *sacrificial agent* untuk mencegah terbentuknya oksigen telah digunakan seperti etanol (Mulia; 2009), ion iodida (Prima; 2009) dan sukrosa (Hellian; 2010). Penggunaan *sacrificial agent* menjadikan tingkat keefektifitasan yang tinggi dalam mencegah pembentukan O_2 sehingga H_2 yang terbentuk tidak bereaksi kembali dengan O_2 membentuk molekul air (Mulia; 2009). Dalam penelitian yang telah dilakukan Hellian (2010) didapatkan volume gas maksimum dihasilkan

pada konsentrasi 0,006 g/L larutan TiO_2 dan 0,10 g/L sukrosa yaitu sebanyak 2,9 mL. Namun pada produksi hidrogen dari gliserol (Luo, dkk; 2009) dilaporkan dapat menghasilkan lebih banyak hidrogen jika dibandingkan dengan derivat biomassa lain seperti glukosa dan sukrosa.

Saat ini, fotokatalisis berbahan semikonduktor untuk produksi hidrogen dari air yang banyak dikembangkan adalah TiO_2 . Semikonduktor TiO_2 dikenal memiliki berbagai keunggulan penting, terutama untuk aplikasi produksi hidrogen dari air (*water splitting*) antara lain memiliki ketahanan terhadap korosi, kestabilan yang tinggi, ketersediaan yang melimpah di alam dan harga yang relatif rendah (Radecka, dkk; 2008). Berbagai upaya untuk merekayasa TiO_2 menjadi lebih baik adalah dengan menambahkan dopan logam pada katalis TiO_2 . Fungsi dopan sebagai *electron trapping* yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik (Afrozi; 2010). Logam-logam seperti platina, nikel, molibdenum dan paladium merupakan jenis katalis yang sering digunakan untuk reaksi katalitik. Namun karena harga platina, molibdenum dan paladium yang mahal, maka menggunakan nikel akan lebih menguntungkan (Mulyaningsih; 2012).

Metode untuk memasukkan logam Ni ke dalam TiO_2 dapat dilakukan dengan cara antara lain metode kopresipitasi, metode hidrotermal dan metode sol-gel. Dibanding metode kopresipitasi, metode sol-gel dapat diaplikasikan untuk preparasi nanopartikel karena dapat mengontrol ukuran partikel dan homogenitasnya (Liqun, dkk; 2005). Metode kopresipitasi dinilai memiliki kelemahan yaitu penyebaran logam yang tidak merata (Kusuma, dkk; 2011). Oleh sebab itu menggunakan metode sol-gel akan lebih menguntungkan. Menurut Purwanto (2008) dalam studi metode sintesis materi berukuran nano, metode sol-gel merupakan salah satu metode yang cukup sederhana dan mudah dalam penerapannya. Pada metode sol-gel, larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi *solid* yang lebih besar dari pada sol).

Temperatur kalsinasi dapat meningkatkan aktivitas pada fotokatalis TiO_2 . Menurut Sikong (2008), TiO_2 kristalin dapat dibentuk pada suhu diatas $300^\circ C$ dan didominasi oleh struktur *anatase*. Penelitian yang dilakukan oleh Rilda, dkk (2010) menunjukkan bahwa pada suhu

500°C intensitas *anatase* lebih tinggi dibandingkan suhu 400°C. Sedangkan jika suhu kalsinasi ditingkatkan pada suhu 600°C kristal *rutile* mulai terbentuk (Huang, dkk; 2007). Sehingga, temperatur kalsinasi menjadi faktor penting dalam pembentukan kristal dengan karakteristik yang tepat.

Metode Penelitian

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

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: titanium isopropoksida (Aldrich), nikel nitrat heksahidrat (Merck), dietanolamin (DEA) (teknis), isopropanol (Merck), air demin, gliserol (PT. Sumi Asih Gliserina), asam fluorida (teknis), gas nitrogen (PT. Samator Gas).

Sebanyak 6 mL $Ti(OC_3H_7)_4$ dicampurkan ke dalam isopropanol dengan adanya aliran gas nitrogen dan ditambahkan dietanolamin (DEA). Campuran sol dihomogenkan selama ± 15 menit dan dilanjutkan dengan penambahan $(Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$ pada rasio Ni terhadap TiO_2 1:100, 3:100, 5:100, 10:100 dan dihomogenkan dengan pengadukan selama 5 jam pada suhu kamar. Gel yang terbentuk kemudian dilakukan proses aging ± 18 jam dan selanjutnya dioven pada suhu (100-110)°C selama ± 2 jam untuk pembentukan gel kering. Selanjutnya dilakukan proses kalsinasi pada suhu 500°C didalam *furnace* selama 2 jam.

Nanopartikel TiO_2 yang telah dimodifikasi dengan nikel, kemudian dikarakterisasi untuk menentukan struktur dan ukuran kristal, energi *gap*, persentase logam Ni yang terdopan dan luas permukaan, rerata jejari pori, volume total pori. Uji yang dilakukan untuk mengkarakterisasi fotokatalis Ni- TiO_2 adalah *X-Ray Diffraction* (XRD), DR-UV (*Diffuse Reflectance-UV*), *Gas Sorption Analyzer* NOVA 1200e dan AAS.

Pengujian kinerja fotokatalis dilakukan dengan mempersiapkan air demin dengan konsentrasi gliserol 20% sebanyak 250 mL kemudian dimasukkan 0,25 gram katalis yang telah dipreparasi dengan masing-masing variasi. Wadah tempat uji diletakkan di atas *magnetic stirrer* agar dapat diaduk untuk meningkatkan

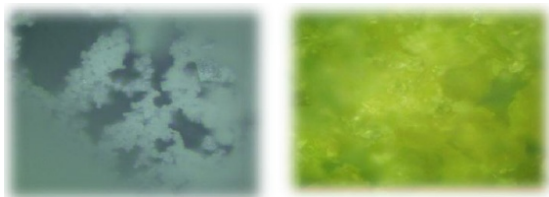
kinetika reaksi. Setelah itu, lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm dinyalakan dan memulai aktivitas fotokatalisis dengan lama waktu reaksi adalah 3 jam.

Selanjutnya penentuan massa jenis gliserol sebelum dan sesudah dekomposisi air dengan menggunakan piknometer. Langkah awal yang dilakukan adalah menimbang piknometer dalam keadaan kosong. Kemudian masing-masing sampel yang akan diukur dimasukkan kedalam piknometer hingga terisi penuh. Kemudian diukur menggunakan neraca analitik untuk mengetahui massanya. Selanjutnya sampel sebelum dan sesudah uji dekomposisi air ditentukan massa jenisnya.

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

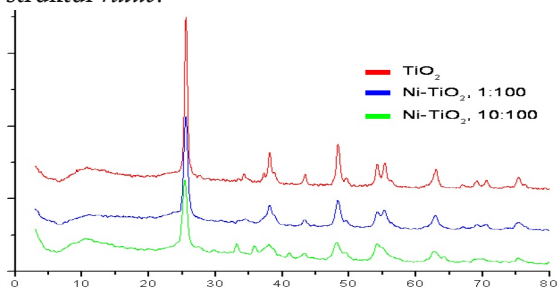
Hasil dan Pembahasan

Sintesis Ni- TiO_2 dilakukan menggunakan metode sol-gel, karena mempunyai kelebihan yaitu preparasinya mudah dan tingkat homogenitasnya yang tinggi. Dalam sintesis ini, alkoksida yang digunakan adalah $Ti(OC_3H_7)_4$ (TIP) karena dapat digunakan sebagai media pendistribusian ion dopan untuk membentuk Ni- TiO_2 . Dietanolamin digunakan sebagai penstabil dan menghambat terhidrolisisnya senyawa TIP sehingga dapat mempertahankan kereaktifan dari logam dalam pembentukan sol yang stabil. Proses pemanasan pada suhu 100-110°C menghasilkan serbuk Ni- TiO_2 berwarna hijau. Hal ini menunjukkan bahwa TiO_2 terdopan dengan logam nikel dan tampak adanya pencampuran antara Ni dengan TiO_2 . Selanjutnya, proses kalsinasi pada suhu 500°C selama 2 jam menghasilkan serbuk berwarna coklat kehijauan serta terbentuknya struktur yang halus. Gel yang kering memberikan warna yang spesifik dan bersifat liat. Warna dari masing-masing variasi rasio logam nikel berpengaruh pada kenampakan warnanya. Semakin banyak Ni yang didopan pada TiO_2 , maka kristal yang terbentuk warnanya semakin tua. Perubahan warna akibat logam nikel disajikan pada Gambar 1 berikut ini.



Gambar 1. Foto optik perbesaran 1000x dari TiO₂ (1) dan Ni-TiO₂ (2)

Hasil analisis X-ray difraktometer menunjukkan intensitas 2 θ tertinggi pada masing-masing sampel terletak pada sudut 2 θ sekitar 25 $^\circ$ yang menandakan keberadaan struktur *anatase* TiO₂. Hal ini sesuai dengan yang diharapkan yaitu terbentuknya TiO₂ *anatase*. Namun, pada Ni-TiO₂ 1:100 dan Ni-TiO₂ 10:100 intensitas sudut 2 θ sekitar 25 $^\circ$ mengalami penurunan dan pada muncul peak kecil pada 2 θ = 27 $^\circ$ yang diindikasikan sebagai terjadinya pembentukan struktur *rutile*.



Gambar 2. Perbandingan difraktogram bubuk TiO₂ dengan Ni-TiO₂ 1:100 dan Ni-TiO₂ 10:100

Hasil XRD pada Gambar 2 menunjukkan bahwa Ni-TiO₂ 1:100 dan Ni-TiO₂ 10:100 tidak memperlihatkan adanya Ni murni. Puncak Ni murni biasanya muncul pada 2 θ = 44,8 $^\circ$ dan 51,86 $^\circ$ (Syukri, *et al.*; 2003). Namun intensitas pada sudut sekitar 2 θ = 43,3 $^\circ$ memperlihatkan perbedaan bentuk *peak* antara TiO₂ murni dengan Ni-TiO₂. Terlihat pada penambahan dopan Ni ujung dari *peak* terlihat tumpul dan luas daerah *peak* semakin besar. Keadaan ini diindikasikan merupakan puncak NiO yang berhimpitan dengan TiO₂ *anatase* 2 θ = 43,2 $^\circ$ dan 2 θ = 62,9 $^\circ$. Hal ini sesuai dengan penelitian dari Haerudin dan Waskitoaji (2003) yang menjelaskan bahwa identifikasi puncak NiO berada pada daerah yang berhimpitan dengan TiO₂ yaitu 2 θ = 43,2 $^\circ$ dan 2 θ = 62,9 $^\circ$.

Efektifitas reaksi fotokatalis dipengaruhi oleh ukuran dan bentuk partikel yang digunakan. Hal ini terjadi apabila ukuran partikel berada pada ukuran nano yaitu 1-100 nm (Naimah dan Ermawati; 2011). Ukuran kristal fotokatalis TiO₂ dan Ni-TiO₂ hasil sintesis berada pada kisaran 13,691 – 28,373 nm

yang menandakan bahwa kristal tersebut tergolong dalam nanomaterial. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Sikong (2008) bahwa pada fotokatalis TiO₂ yang disintesis dengan metode sol-gel pada suhu 500 $^\circ$ C menghasilkan ukuran kristal sebesar 23,64 nm. Berdasarkan rata-rata ukuran kristal dari tiga puncak utama, terlihat Ni-TiO₂ 10:100 mempunyai ukuran kristal yang paling kecil yakni sebesar 16,33 nm.

Tabel 1. Data hasil karakterisasi kristal Ni-TiO₂ menggunakan XRD

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

Karakterisasi dengan DR-UV dilakukan untuk menentukan besarnya energi *gap* yang dihasilkan dari semikonduktor hasil sintesis. Perhitungan *band gap* dihitung menggunakan persamaan Kubelka-Munk dimana E_g didapat dari grafik hubungan antara $[\alpha h.c/\lambda]^2$ terhadap $[h.c/\lambda]$ atau energi (eV). Besarnya *band gap* TiO₂ hasil sintesis adalah sebesar 33,3 eV. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Susanto (2010) yang memberikan nilai pada sintesis TiO₂ tanpa dopan sebesar 3,36 eV pada suhu kalsinasi 500 $^\circ$ C. Selanjutnya pada masing-masing variabel rasio logam nikel memiliki nilai yang semakin kecil. Rasio Ni-TiO₂ 1:100 menghasilkan energi *gap* sebesar 2,71 eV yang jauh lebih besar dari energi *gap* pada rasio Ni-TiO₂ 10:100 sebesar 1,85 eV. Walaupun demikian, energi *gap* dari Ni-TiO₂ jauh mengalami penurunan dibandingkan dengan TiO₂ hasil sintesis tanpa doping logam Ni yang memiliki energi *gap* sebesar 3,33 eV. Hal ini sesuai dengan yang diharapkan bahwa penambahan dopan nikel mampu menurunkan energi *gap* pada TiO₂.

Untuk mengetahui jumlah Ni yang terdopan pada TiO₂ maka dilakukan penentuan menggunakan AAS. Semakin banyak jumlah logam nikel yang berhasil didopan ke dalam TiO₂, maka konsentrasi logam Ni yang terdopan pada TiO₂ juga akan meningkat. Hasil karakterisasi dengan AAS menunjukkan bahwa pada masing-masing rasio penambahan Ni terlihat perbedaan persentase logam yang berhasil terdopan ke dalam TiO₂. Efisiensi doping Ni pada sampel Ni-TiO₂ 1:100 yang berhasil terdopan adalah 90,36%, Ni-TiO₂ 3:100 sebesar 81,16%, Ni-TiO₂ 5:100 sebesar 92,68%

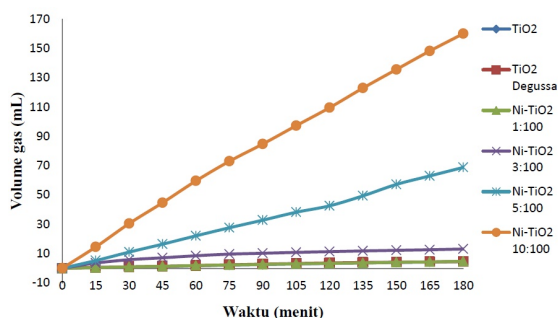
dan untuk Ni-TiO₂ 10:100 sebesar 79,16%.

Dalam proses reaksi *water splitting*, luas permukaan dapat meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis. Apabila luas permukaannya besar, maka semakin banyak partikel yang berinteraksi dan semakin tinggi pula kinerja dari fotokatalis. Hasil karakterisasi dengan BET menunjukkan bahwa luas permukaan, volume pori dan ukuran pori Ni-TiO₂ 10:100 lebih besar dibandingkan dengan TiO₂.

Fotokatalis Ni-TiO₂ 10:100 mengalami kenaikan luas permukaan yaitu sebesar 174,9 m²/g dibandingkan TiO₂ sebesar 155,7 m²/g. Hal ini sesuai dengan luas permukaan yang diharapkan yaitu melebihi luas permukaan dari TiO₂ hasil sintesis. Semakin besar permukaan fotokatalis, semakin besar pula kontak yang terjadi antara permukaan fotokatalis dengan air pada proses dekomposisi, sehingga uji aktivitas dekomposisi air juga akan semakin baik.

Uji aktivitas fotokatalis dilakukan untuk mengetahui keberhasilan Ni-TiO₂ menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio massa logam Ni. Pengujian pada dekomposisi air dengan gliserol ini dilakukan di dalam reaktor dekomposisi yang dilengkapi dengan reaktor UV (Spectroline model CM-10) dan *magnetic stirrer*. Volume gas yang dihasilkan dihitung berdasarkan banyaknya gelembung gas yang ditampung di dalam tabung ukur dan dicatat volumenya tiap 15 menit selama 3 jam. Data uji aktivitas dekomposisi air pada berbagai variasi rasio logam Ni serta pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm.

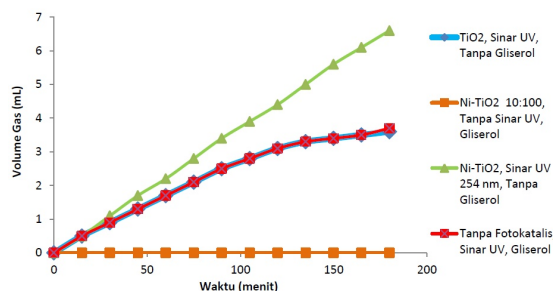
Gliserol dalam proses dekomposisi ini mempunyai peranan sebagai *sacrificial agent*. Keberadaan gliserol pada proses fotokatalitik reaksi dekomposisi air menggunakan semikonduktor mampu menambah jumlah produksi gas hidrogen dibandingkan dengan tanpa gliserol (Slamet, dkk.; 2011).



Gambar 3. Grafik hubungan antara volume gas dengan waktu pada variasi rasio logam Ni dalam mendekomposisi air dengan gliserol 20%

Uji aktivitas dekomposisi air dengan gliserol menghasilkan gas yang berbeda-beda pada masing-masing rasio massa Ni. Terlihat produksi gas semakin meningkat hingga pada rasio Ni-TiO₂ 10:100. Pada rasio 10:100 memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan TiO₂. Semakin besar kontak yang terjadi antara permukaan fotokatalis dengan air dan gliserol pada proses dekomposisi, maka dimungkinkan uji aktivitas dalam memproduksi gas juga akan semakin banyak.

Ni-TiO₂ 10:100 terlihat paling cepat dalam menghasilkan gas yaitu 0,944 mL/menit. Sebagaimana diketahui bahwa pada rasio 10:100 terjadi penurunan energi *gap* hingga 1,85 eV yang jauh dari energi *gap* TiO₂ hasil sintesis yakni 3,33 eV. Secara teoritik, *band gap* minimum untuk dekomposisi air secara keseluruhan adalah sekitar 1,23 eV. Tingkat bawah pita konduksi harus lebih negatif daripada potensial redoks H⁺/H₂ (0 V vs NHE), sedangkan tingkat atas pita valensi harus lebih positif daripada potensial redoks O₂/H₂O (1,23 V) (Kudo; 2007).



Gambar 4. Grafik hubungan antara volume gas dengan waktu pada pengaruh keberadaan gliserol dan sinar UV 254 nm dalam mendekomposisi air

Ni-TiO₂ 10:100 tanpa penyinaran menunjukkan bahwa tidak adanya gas yang dihasilkan pada wadah uji. Hal ini karena tidak adanya foton yang diserap oleh semikonduktor sehingga tidak ada elektron (e⁻) yang naik ke pita konduksi meninggalkan pita valensi yang selanjutnya akan membentuk *hole* yang nantinya akan bereaksi dengan air untuk pembentukan radikal hidroksil. Sedangkan pada uji dekomposisi air dengan gliserol tanpa menggunakan fotokatalis menghasilkan gas sebesar 4,7 mL. Hasil gas tersebut diduga merupakan hasil degradasi gliserol yang menghasilkan gas CO₂.

Ni-TiO₂ 10:100 tanpa adanya gliserol menunjukkan penurunan 24x lipat dibandingkan dengan menggunakan gliserol. Hal ini terjadi

karena tidak adanya gliserol yang teradsorpsi pada fotokatalis, sehingga tidak dapat membentuk suatu radikal hidroksil (Slamet, dkk.; 2011).

Dekomposisi air tanpa gliserol juga terlihat pengaruhnya pada fotokatalis TiO_2 yang turun 0,9 mL dari dekomposisi air pada TiO_2 menggunakan gliserol. Diduga telah terjadi rekombinasi di permukaan fotokatalis antara *hole* dan elektron yang tereksitasi oleh energi foton. Menurut Abe (2010) reaksi pembentukan hidrogen dengan TiO_2 dari air tanpa menggunakan *sacrificial agent* tidak dapat memisahkan air menjadi hidrogen dan oksigen. Hal ini disebabkan oleh sebagian besar *hole* yang terbentuk dari eksitasi oleh energi foton yang akan bereaksi balik dengan elektron yang tereksitasi sehingga waktu keberadaan elektron pada permukaan katalis menjadi sangat pendek (Afrozi; 2010).

Penentuan massa jenis gliserol dilakukan untuk mengetahui keberadaan gliserol yang bertindak sebagai *sacrificial agent* dalam proses dekomposisi air. Pengukuran massa jenis gliserol dalam penelitian ini berkaitan dengan proses penimbangan sampel. Proses penimbangan dilakukan dengan teliti pada masing-masing sampel dan dilakukan penimbangan sebanyak dua kali. Sehingga hasil yang diperoleh sesuai dengan pengukuran yang diharapkan. Pengukuran sampel TiO_2 , Ni-TiO_2 1:100 dan Ni-TiO_2 10:100 dilakukan menggunakan piknometer. Hasil pengukuran menunjukkan penurunan konsentrasi yang cukup besar pada sampel Ni-TiO_2 10:100 yaitu sebesar 3,05%. Pada TiO_2 dan rasio Ni-TiO_2 1:100 menunjukkan sedikit penurunan yaitu sebesar 0,1% dan 0,15%. Hal ini menjelaskan bahwa pada rasio Ni-TiO_2 10:100 mengalami penurunan konsentrasi terbesar.

Uji pembentukan hidrogen dilakukan menggunakan uji nyala menggunakan buret sebagai wadah penampung gas. Pengujian uji nyala menggunakan buret bertujuan untuk melihat secara visual perubahan yang terjadi saat ujung buret dibuka dan disulut dengan api. Ketika ujung buret tempat keluarnya gas dibuka, tampak jelas dimana nyala yang dihasilkan lebih kuat dibandingkan dengan nyala sebelum dibuka dan tampak seketika adanya api pada ujung buret.

Dari pengamatan yang dilakukan dapat disimpulkan dalam penelitian ini dihasilkan gas hidrogen. Gas hidrogen tersebut diduga bercampur dengan gas karbon dioksida yang

dihasilkan pada reaksi dekomposisi tahap akhir dengan gliserol. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Natalia (2008) yang membuktikan adanya gas hidrogen dengan uji nyala pada fotokatalis air dengan TiO_2 menggunakan penyinaran $\lambda = 254 \text{ nm}$. Kemudian menurut penelitian yang dilakukan Afrozi (2010) menggunakan GC-TCD menunjukkan bahwa fotokatalis air dan gliserol dengan Ni-N-TiO_2 pada saat 3 jam berhasil memproduksi hidrogen sebesar 50,32436 μmol pada konsentrasi Ni 10%. Hal ini menjelaskan bahwa pada proses fotokatalisis menggunakan TiO_2 dengan dopan logam Ni mampu memproduksi hidrogen.

Proses dekomposisi air dengan gliserol menjelaskan bahwa gas yang dihasilkan lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan air saja. Hal ini karena *hole* yang mengoksidasi gliserol membentuk beberapa senyawa yang menghasilkan pembentukan produk samping berupa gas hidrogen. Kemudian pada konsentrasi rasio Ni terbanyak pada Ni-TiO_2 10:100 menunjukkan perolehan gas yang lebih banyak dibandingkan dengan TiO_2 saja. Namun dalam penelitian ini, hidrogen yang dihasilkan tersebut tidak diidentifikasi secara kuantitatif melainkan secara kualitatif.

Simpulan

Nilai *band gap* optimum yang diperoleh adalah 1,85 eV dengan penambahan nikel pada rasio 10:100. Pola XRD menunjukkan perubahan dan intensitas struktur *anatase* pada sintesis Ni-TiO_2 , serta mengakibatkan ukuran kristal Ni-TiO_2 menjadi semakin kecil seiring dengan banyaknya logam yang didopan. Penambahan logam nikel mengakibatkan luas permukaan, ukuran pori dan volume total pori pada Ni-TiO_2 rasio 10:100 meningkat dibandingkan dengan TiO_2 tanpa logam Ni. Persentase logam nikel optimum yang terdopan adalah rasio 5:100 yaitu sebesar 0,073677 gram dari jumlah total logam nikel yang didopan yaitu sebesar 0,0795 gram dengan persentase 92,68 %. Pemberian dopan Ni pada fotokatalis TiO_2 mampu meningkatkan kinerja katalis TiO_2 dalam memproduksi gas pada dekomposisi air. Volume gas optimum adalah rasio Ni-TiO_2 10:100 sebesar 0,944 mL/menit.

Daftar Pustaka

- Abe, R. (2010). Recent progress on photocatalytic and photoelectrochemical water splitting under visible light irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 11(4): 179-209
- Afrozi, A.S. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi*

- Katalis Nanokomposit Berbasis Titania untuk Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air*. Tesis. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Indonesia
- Dimitris I, Kondarides, Vasileia M., Daskalaki, Patsoura A., Xenophon E., Verykios. 2008. Hydrogen Production by Photo-Induced Reforming of Biomass Components and Derivatives at Ambient Conditions. *Catal Lett.* (2008) 122: 26-32
- Haerudin H., Waskitoaji W. 2003. Pengaruh Temperatur Reduksi terhadap Aktivitas Katalis Ni dengan Pendukung TiO_2 , Al_2O_3 dan $\text{TiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Reaksi Metanasi CO_2 . *Indonesian Journal of Chemistry*. 3 (1) 24:31
- Hellian P.C. 2008. *Pengaruh Udara Terhadap Fotolisis Air Oleh Serbuk TiO_2 dengan Adanya Sukrosa*. Abstrak. Kimia Fakultas MIPA. Universitas Andalas
- Huang Y.U., Zheng X., Yin Z., Tao F., Fang B. and Hou K. 2007. Preparation of Nitrogen-doped TiO_2 Nanopartikel Catalys and Its Catalytic Activity under Visible Light. *Chin. J. Chem. Eng.* 15 (6) 802- 807
- Kudo A. 2007. Photocatalysis and solar hydrogen production. *Pure Appl. Chem.* Vol. 79. No. 11. pp. 1917–1927
- Kusuma D.S., Soegijono B., Sarwono R., Sembiring K.C. 2011. Pengaruh pH Pada Sintesis Katalis Cu-ZnO Dengan Proses Sol Gel Untuk Hidrogenolisis Gliserol. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Vol. 12. No. 3. hal: 209 – 214
- Liquan M., Qinglin L., Hongxin D. and Zhang Z. 2005. Synthesis of Nanocrystalline TiO_2 With High Photoactivity And Large Specific Surface Area By Sol-Gel Method. *Materials Research Bulletin*. 40:201-208
- Luo N., Jiang Z., Shi H., Cao F., Xiao T., Edwards P.P. 2009. Photo-catalytic conversion of oxygenated hydrocarbons to hydrogen over heteroatom-doped TiO_2 catalysts. *J Catal.* Volume 34. 125–129
- Mulia V. 2009. *Fotolisis Air Dengan Adanya Etanol dan Katalis serbuk TiO_2* . Abstrak. Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Andalas
- Mulyaningsih D. 2012. *Uji Aktivitas Katalis Moni/Bentonit Hasil Preparasi Pada Reaksi Hidrogenasi Perengkahan Katalitik Asam Oleat*. Skripsi. Bandung: Jurusan Pendidikan Kimia UPI: 8-12
- Naimah S., Ermawati R. 2011. Efek fotokatalisis nano TiO_2 terhadap mekanisme Anti Mikroba *E Coli* dan *Salmonela*. *Jurnal Riset Industri*. Vol V. no 2. 113-120
- Natalia N. 2008. *Fotokatalis Air Oleh Serbuk TiO_2 Dalam Adanya Metanol*. Abstrak. Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Andalas
- Park H., Vecitis C.D., Wonyong C., Oleh W., Hoffmann M.R. 2008. Solar Powered Production of Molecular Hydrogen from Water. *The Journal of Physical Chemistry C Letters*. Volume 112. 885 – 889
- Pompeo F., Santori G.F. and Nichio N.N. 2011. Hydrogen production by glycerol steam reforming with Pt/ SiO_2 and Ni/ SiO_2 catalysts. *Catalysis Today*. vol. 172. 183–188
- Prima S.M. 2009. *Pengaruh Udara Terhadap Fotolisis Air oleh Serbuk TiO_2 dengan Adanya Kalium Iodida*. Abstrak. Jurusan Kimia FMIPA. Universitas Andalas
- Purwanto A. 2008. *Synthesis Nanopartikel dengan Metode Sol-Gel*. <http://aguspur.wordpress.com> diakses tanggal 15 Februari 2012
- Radecka M., Rekas M., Trenczek Z.A., Zakrzewsk K. 2008. Importance of the band gap energy and flat band potential for application of modified TiO_2 photoanodes in water photolysis. *J. Power Sources*. Volume 181. 46-55
- Rilda Y., A. Dharma, S. Arief, A. Alief, B. Shaleh. 2010. Efek Doping Ni (II) pada Aktivitas Fotokatalitik dari TiO_2 untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. *Makara. Sains*. Volume 14. no 1. 7-14
- Sikong L., Damchan. 2008. Effect Of Doped SiO_2 And Calcination Temperature On Phase Transformation Of TiO_2 Photocatalyst Prepared By Sol-Gel Method. *Songklanakarin J. Sci. Technol.* 30 (3): 385-391
- Slamet A., Setiadi. 2011. Photocatalytic Hydrogen Generation from Glycerol and Water using Pt Loaded N-doped TiO_2 Nanotube. *International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS*. Vol: 11. no. 3. 91-95
- Susanto A. 2010. *Inseri Nitrogen Pada Nanopartikel TiO_2 dan Aplikasinya Sebagai Fotokatalis Limbah Detergen*. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Semarang
- Syukri T.B., Y. Ohya, Y. Takahashi. 2003. A Simple Synthesis of Metallic Ni and Ni-Co Alloy Fine Powders from a Mixed-metal Acetate Precursor. *Mater Chem. Phys.* 17: 645-649