

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ TERDOPING GADOLINIUM
(Gd³⁺) DENGAN METODE SOL-GEL SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
KHORIDATUD DIYANAH
NIM. 13630091



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ TERDOPING GADOLINIUM
(Gd³⁺) DENGAN METODE SOL-GEL SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
KHORIDATUD DIYANAH
NIM. 13630091

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018

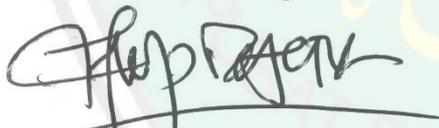
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ TERDOPING GADOLINIUM
(Gd³⁺) DENGAN METODE SOL-GEL SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
KHORIDATUD DIYANAH
NIM. 13630091

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 23 November 2018

Pembimbing I



Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

Pembimbing II



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069



**Mengetahui,
Ketua Jurusan**

Elok Kamillah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO₂ TERDOPING GADOLINIUM
(Gd³⁺) DENGAN METODE SOL-GEL SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
KHORIDATUD DIYANAH
NIM. 13630091**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 23 November 2018**

**Penguji Utama : Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002**

**Ketua Penguji : Nur Aini, M.Si
NIDT. 19840608 20160801 2 070**

**Sekretaris Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.S.i
NIP. 19770925 200604 1 003**

**Anggota Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069**



**Mengetahui,
Ketua Jurusan**

**Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002**

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Khoridatud Diyanah

NIM : 13630091

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan karakterisasi TiO_2 terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dengan metode sol-gel sonikasi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan maka saya bersedia menerima sanksi perbuatan tersebut.

Yang membuat pernyataan

Malang, 10 Desember 2018



Khoridatud Diyanah
NIM. 13630091

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, Tuhan semesta alam atas ridha dan nikmat-Nya yang tak terhingga, dengan berkat ridha-Mu pula kami bisa belajar menuntut ilmu, dan dengan itu kami semakin menyadari akan kebesaran dan keagungan Mu. Shalawat serta salam terhaturkan kepada baginda Rasulullah Muhammad saw, atas segala kasih sayang dan perjuangan untuk membuka, menunjukkan jalan keselamatan bagi kami ummat-Nya. Kiranya berkenan sebuah karya tulis ini saya persembahkan kepada :

Bapak Miftakhul Rohman dan Ibu Indawati, orang tuaku tercinta yang selalu mendukung dan memberi kasih sayang yang luar biasa, yang merawat dan membesarkan dengan cinta, mendidik, menasehati dengan kasih sayang yang tiada terkira.

Adikku tercinta, Iftitahatis Shofa dan Talia Adyana Camilla yang turut serta memberi dukungan, do'a dan selalu menyemangati dan menghiburku dikala penat.

Bapak dan Ibu dosen terutama Bapak Anton Prasetyo dan Ibu Nur Aini yang penuh kesabaran mengajar, membimbing dan membagikan ilmu pengetahuan yang mereka miliki, semoga Allah membalas segala yang mereka berikan.

Teman-teman satu perjuangan angkatan 2013, *Photocatalyst Team* yang telah banyak memberi semangat dan membantu satu sama lain.

Seluruh teman-temanku, yang selalu mendukung proses ini. Semoga Allah memberikan keberkahan atas usaha yang kita lakukan dalam menuntut ilmu selama ini, semoga semua cita-cita dan harapan kita bisa tercapai, sukses selalu untuk kita semua.

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Gadolinium (Gd³⁺) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW, yang menjadi suri tauladan bagi kita semua.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Ayah dan Ibu tercinta. Terimakasih atas segala do'a, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan motivasi dan semangat yang sangat berarti bagi penulis.
2. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc, dan Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah memberikan banyak arahan, masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan dan saran, sehingga skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
4. Seluruh dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.

5. Seluruh laboran dan staf administrasi kimia atas segala kontribusinya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
6. Teman–teman mahasiswa angkatan 2013, terutama teman-teman “*Photocatalyst Team*” yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi ini.
7. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh sebab itu saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 5 Desember 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
الملخص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Material Semikonduktor TiO ₂ Sebagai Fotokatalis.....	7
2.2 Sintesis TiO ₂ Anatas Terdoping Gadolinium (III) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi	12
BAB III METODOLOGI	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	16
3.2 Alat dan Bahan	16
3.2.1 Alat	16
3.2.2 Bahan.....	16
3.3 Rancangan Penelitian	17
3.4 Tahapan Penelitian	17
3.5 Prosedur Kerja.....	17
3.5.1 Sintesis TiO ₂ Terdoping Gadolinium III (Gd ³⁺) 0; 0,4; 0,5; dan 0,6% dengan dengan Metode Sol-Gel Sonikasi.....	17
3.5.2 Karakterisasi dengan menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X Serbuk (XRD)	17
3.5.3 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman.....	18
3.5.4 Karakterisasi dan Analisis Morfologi dengan SEM-EDS.....	19
3.5.5 Karakterisasi dengan <i>X-Ray Flouorescence</i> (XRF)	19
3.5.6 Karakterisasi dan Penentuan <i>Band Gap</i> dengan UV-Vis DRS	19
3.6 Analisis Data	20

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

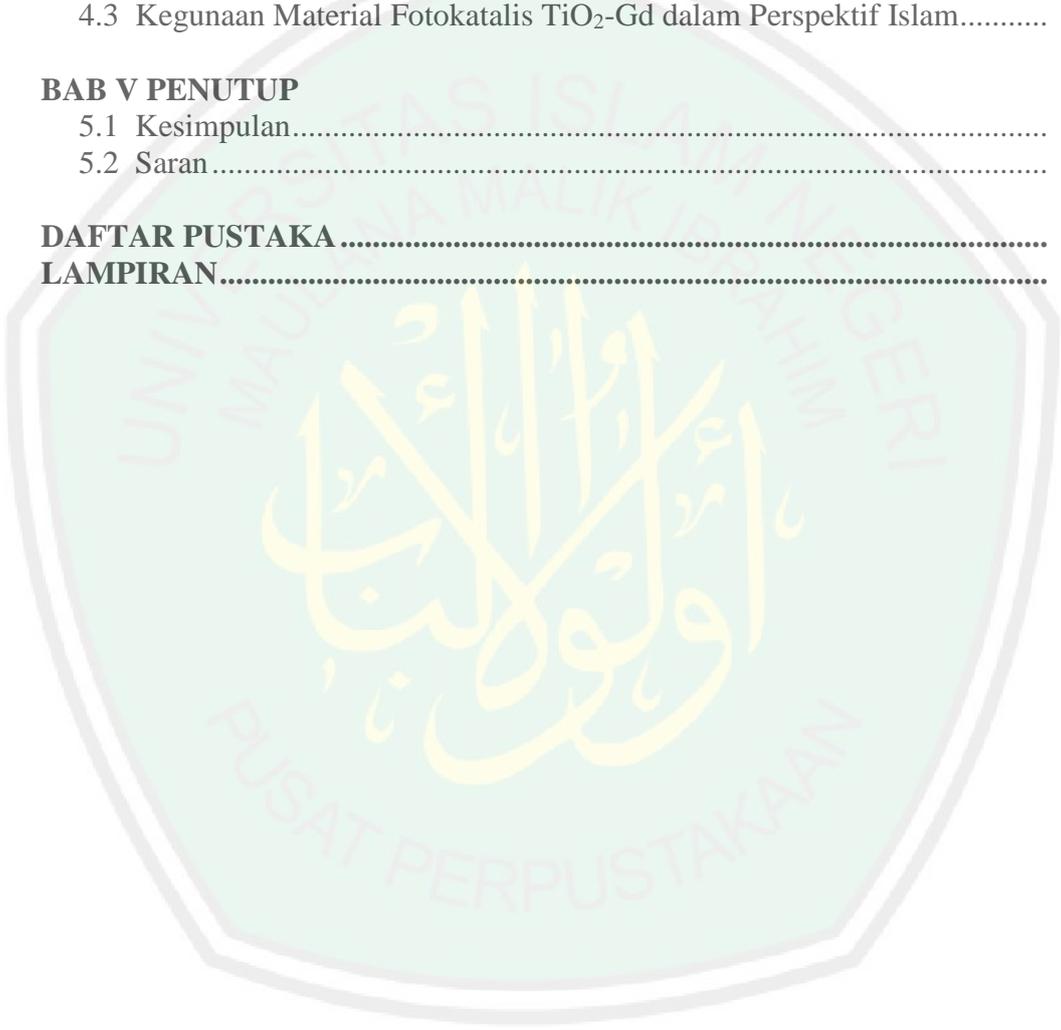
4.1 Sintesis Titanium Dioksida (TiO ₂) Terdoping Gadolinium (Gd ³⁺) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi	22
4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO ₂ Terdoping Gadolinium (Gd ³⁺)	23
4.2.1 Karakterisasi menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X	23
4.2.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman	27
4.2.3 Karakterisasi dengan SEM-EDS	29
4.2.4 Karakterisasi dengan XRF (<i>X-Ray Flourscence</i>)	31
4.2.5 Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS	31
4.3 Kegunaan Material Fotokatalis TiO ₂ -Gd dalam Perspektif Islam.....	34

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran	37

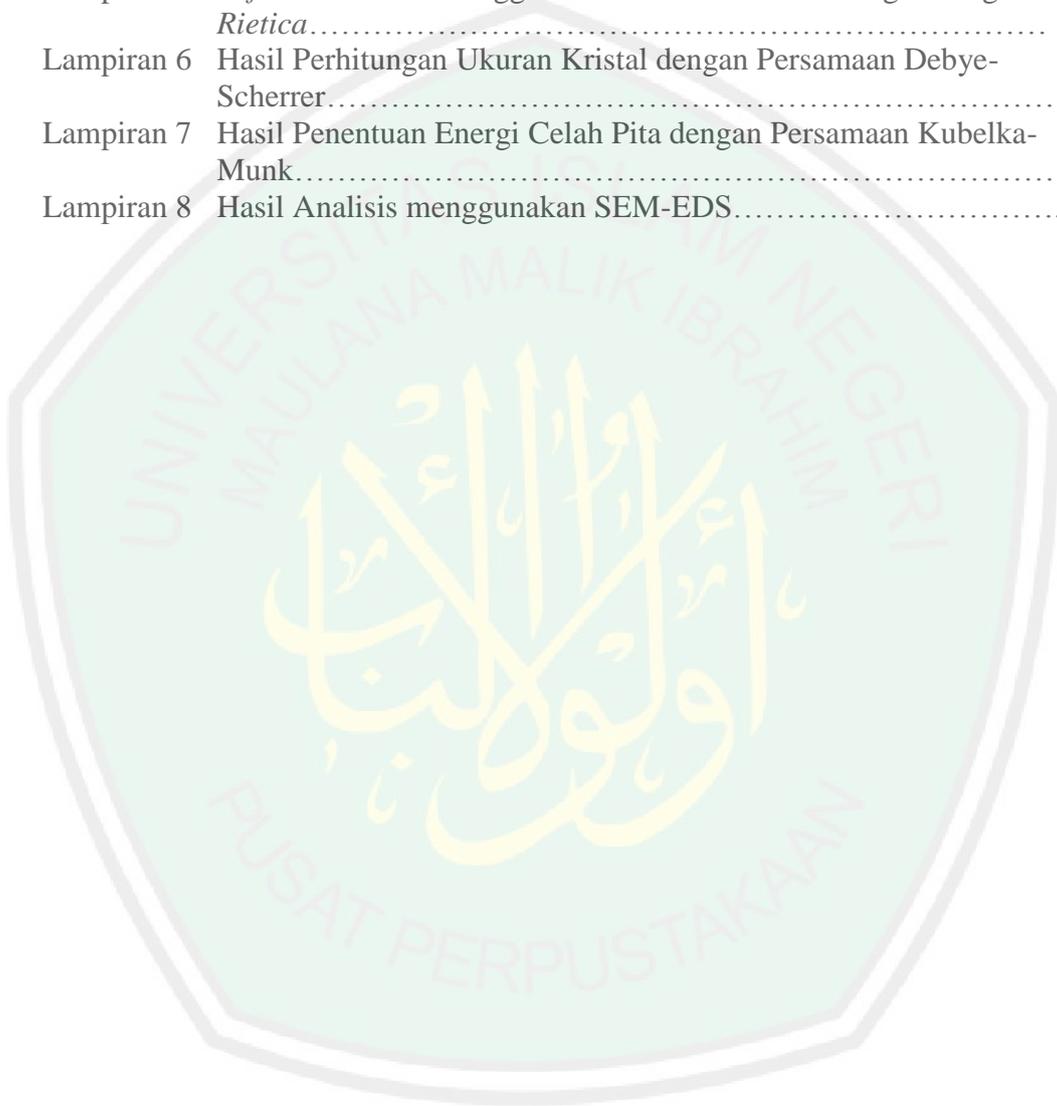
DAFTAR PUSTAKA	38
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	42
----------------------	-----------



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	42
Lampiran 2	Perhitungan.....	43
Lampiran 3	Hasil Karakterisasi menggunakan XRD.....	47
Lampiran 4	Data JCPDS Standar Anatas.....	49
Lampiran 5	<i>Refinement</i> Data menggunakan Metode Le Bail dengan Program <i>Rietica</i>	50
Lampiran 6	Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Debye- Scherrer.....	53
Lampiran 7	Hasil Penentuan Energi Celah Pita dengan Persamaan Kubelka- Munk.....	54
Lampiran 8	Hasil Analisis menggunakan SEM-EDS.....	58



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Skema fotokatalitik pada semikonduktor TiO ₂ untuk degradasi polutan organik.....	7
Gambar 2.2	Energi <i>band gap</i> dari beberapa semikonduktor didalam larutan elektrolit pada pH=1.....	8
Gambar 2.3	Struktur kristal TiO ₂ anatas dan rutil.....	9
Gambar 2.4	Hasil karakterisasi sintesis TiO ₂ terdoping Gadolinium menggunakan UV-Vis DRS.....	11
Gambar 2.5	Mekanisme reaksi fotokatalisis TiO ₂ terdoping Gd.....	12
Gambar 2.6	Data XRD TiO ₂ terdoping Gd 0,5%; TiO ₂	14
Gambar 2.7	Hasil SEM dari TiO ₂ dengan metode sol-gel sonikasi.....	15
Gambar 4.1	Tahap pembentukan (a) sol, (b) gel, (c) hasil sintesis material fotokatalis TiO ₂ , (d) TiO ₂ -Gd 0,4%, (e) TiO ₂ -Gd 0,5%, dan (f) TiO ₂ -Gd 0,6%.....	23
Gambar 4.2	Pola difraksi sinar-X material fotokatalis TiO ₂ dengan variasi konsentrasi dopan.....	24
Gambar 4.3	Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X material fotokatalis TiO ₂ dengan variasi konsentrasi dopan pada rentang 2θ (°): 23-28.....	25
Gambar 4.4	Plot hasil <i>refinement</i> TiO ₂ tanpa dopan.....	26
Gambar 4.5	Hasil spektra Raman TiO ₂ tanpa dopan dan TiO ₂ -Gd variasi dopan (0; 0,4; 0,5; dan 0,6%).....	28
Gambar 4.6	Puncak vibrasi Raman pada posisi (a) 146, (b) 196, 396, 517, dan 639 cm ⁻¹	29
Gambar 4.7	Hasil karakterisasi menggunakan SEM pada material fotokatalis perbesaran 6.000x (a) TiO ₂ , (b) TiO ₂ -Gd 0,4%, (c) TiO ₂ -Gd 0,5%, dan (d) TiO ₂ -Gd 0,6%.....	30
Gambar 4.8	Spektra UV DRS material fotokatalis TiO ₂ dan TiO ₂ -Gd pada panjang gelombang (a) 200-800 nm, dan (b) 400-525 nm.....	32
Gambar 4.9	Hubungan antara faktor Kubelka-Munk $F(R)$ dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm, dan (b) 350-600 nm.....	33
Gambar 4.10	Hubungan antara $(F(R)*h\nu)^{1/2}$ dengan energi celah pita ($h\nu$).....	33
Gambar L.3.1	Hasil difraktogram TiO ₂	47
Gambar L.3.2	Hasil difraktogram TiO ₂ -Gd 0,4%.....	47
Gambar L.3.3	Hasil difraktogram TiO ₂ -Gd 0,5%.....	48
Gambar L.3.4	Hasil difraktogram TiO ₂ -Gd 0,6%.....	48
Gambar L.5.1	Plot hasil <i>refinement</i> TiO ₂	50
Gambar L.5.2	Plot hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -Gd 0,4%.....	50
Gambar L.5.3	Plot hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -Gd 0,5%.....	51
Gambar L.5.4	Plot hasil <i>refinement</i> TiO ₂ -Gd 0,6%.....	51
Gambar L.7.1	Nilai <i>band gap</i> TiO ₂	54
Gambar L.7.2	Nilai <i>band gap</i> TiO ₂ -Gd 0,4%.....	55
Gambar L.7.3	Nilai <i>band gap</i> TiO ₂ -Gd 0,5%.....	56
Gambar L.7.4	Nilai <i>band gap</i> TiO ₂ -Gd 0,6%.....	57
Gambar L.8.1	Hasil karakterisasi SEM (a)TiO ₂ , (b) TiO ₂ -Gd 0,4%, (c) TiO ₂ Gd 0,5%, dan (d) TiO ₂ -Gd 0,6%.....	58

Gambar L.8.2.1 Hasil karakterisasi EDS TiO ₂	58
Gambar L.8.2.2 Hasil karakterisasi EDS TiO ₂ -Gd 0,4%.....	59
Gambar L.8.2.3 Hasil karakterisasi EDS TiO ₂ -Gd 0,5%.....	59
Gambar L.8.2.4 Hasil karakterisasi EDS TiO ₂ -Gd 0,6%.....	59



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Parameter sel satuan material fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 terdoping Gd (0,4; 0,5; dan 0,6%) dengan metode Le Bail.....	26
Tabel 4.2	Ukuran kristal material fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 -Gd.....	27
Tabel 4.3	Jumlah komposisi material fotokatalis TiO_2 terdoping Gd dengann variasi konsentrasi dopan.....	30
Tabel 4.4	Hasil XRF material fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 -Gd 0,6%.....	31
Tabel 4.5	Nilai energi celah pita (<i>band gap</i>) dan serapan sinar panjang gelombang material fotokatalis hasil sintesis.....	34



ABSTRAK

Diyanah, K. 2018. **Sintesis dan Karakterisasi TiO₂ Terdoping Gadolinium (Gd³⁺) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Nur Aini, M.Si

Kata kunci : TiO₂, Gadolinium konsentrasi 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%, Metode Sol-Gel Sonikasi, *X-Ray Diffraction* (XRD), Spektroskopi Raman, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS), *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan material fotokatalis yang aktif bekerja pada daerah sinar UV dengan energi celah pita 3,2 eV yang setara dengan panjang gelombang 388 nm. Modifikasi TiO₂ diperlukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik di daerah sinar tampak salah satunya dengan penambahan dopan gadolinium dengan konsentrasi 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%. Dalam penelitian ini material fotokatalis TiO₂-Gd telah disintesis dengan metode sol-gel sonikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dopan gadolinium terhadap karakter struktur, modulus vibrasi Raman TiO₂, morfologi partikel, serapan sinar, dan energi celah pita (*band gap*) material fotokatalis.

Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa hasil sintesis TiO₂-Gd berfasa anatas. Spektroskopi Raman menunjukkan modulus vibrasi khas TiO₂ anatas yang muncul pada bilangan gelombang 146, 196, 396, 517, dan 639 cm⁻¹. Dari hasil karakterisasi EDS menunjukkan bahwa Gd³⁺ berhasil terdoping pada kisi kristal TiO₂. Komposisi TiO₂-Gd 0,4% memiliki nilai reflektansi yang paling rendah dibandingkan dengan komposisi lain. Sehingga, komposisi TiO₂-Gd 0,4% lebih berpotensi di daerah sinar tampak daripada komposisi lain.

ABSTRACT

Diyannah, K. 2018. **Synthesis and Characterization of Gadolinium (Gd^{3+}) Doped TiO_2 with Sol-Gel Sonication Method**. Thesis. Department of Chemistry Faculty of Science and Technology State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Anton Prasetyo, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords: TiO_2 , Gadolinium with concentration 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%, Sol-Gel Sonication Method, *X-Ray Diffraction* (XRD), Raman Spectroscopy, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS), *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Titanium dioxide (TiO_2) is an active photocatalyst material working in UV light regions with a band gap energy of 3,2 eV which equivalent to a wavelength of 388 nm. Modification of TiO_2 is needed to shifted photocatalytic activity in the light region, one of which is the addition of gadolinium dopants with concentration 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%. In this study photocatalyst material TiO_2 -Gd synthesized using sol-gel sonication method. This study aims is to determine the effect of gadolinium dopant to the characteristic structure, the vibration mode Raman of TiO_2 , particle morphology, % reflectance, and band gap energy of photocatalyst material.

X-ray diffraction result indicate that the TiO_2 -Gd is anatase phase. Raman spectroscopy shows the vibration mode Raman of TiO_2 anatase which appears at wave numbers 146, 196, 396, 517, and 639 cm^{-1} . From the EDS characterization shows that Gd^{3+} was successfully doped in TiO_2 crystal lattice. TiO_2 -Gd 0,4% composition has the lowest reflectance value than other. Thus, the composition of TiO_2 -Gd 0,4% is more potential in the visible light region than other compositions.

الملخص

ديانة، خ. 2018. تحضير وتوصيف TiO_2 مخدر الجادولينيوم (Gd^{3+}) مع طريقة سول-جل من صوتنة. البحث الجامعي. شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المستشار الأول: أنطون فراستيو، الماجستير، المستشار الثاني: أحمد حنفي، الماجستير، المستشار: نور عيني، الماجستير

الكلمات البحث: TiO_2 تركيزات الجادولينيوم 0، 0.4، 0.5، و 0.6٪، الطريقة سول-جل صوتنة، مسحوق حيود الأشعة السينية (XRD)، رامان الطيفي، المجهر الإلكتروني للطاقة المتشعبة (SEM-EDS)، الأشعة السينية الفلورية (XRF) والطيف الانعكاس المنتشر (DRS)

تيتانيوم ديوكسيد (TiO_2) هو مادة ضوئي التي تعمل بنشاط في مجال الأشعة فوق البنفسجية مع فجوة الطاقة من 3.2 إلكترون فولت وهو ما يعادل طول موجة من 388 نانومتر. التعديلات TiO_2 المطلوبة لزيادة النشاط الضوئي في المنطقة الضوء المرئي واحدة مع إضافة مخدر الجادولينيوم مع تركيز 0؛ 0.4؛ 0.5؛ و 0.6٪. في هذه الدراسة تم تصنيع مادة ضوئي TiO_2 -Gd بواسطة طريقة سول-جل صوتنة. تهدف هذه الدراسة إلى تحديد تأثير مخدر الجادولينيوم إلى طبيعة الهيكل، نموذجية وضع الاهتزاز TiO_2 الجسيمات التشكل، وامتصاص الضوء، والطاقة الفجوة الفرقة (فجوة) المواد ضوئي. تشير نتائج حيود أشعة إكس إلى أن توليف TiO_2 -Gd له مرحلة أناتس. يظهر مطيافية رامان وضع الاهتزاز نموذجي TiO_2 أناتس التي تظهر في أرقام الموجات 639 و 517، 396، 196، 144 سنتي متر. من نتائج توصيف EDS يبين أن Gd^{3+} تم تشويبه بنجاح في الشبكة البلورية TiO_2 . تكوين TiO_2 -Gd/0.4 لديه أدنى قيمة انعكاسية مقارنة بالتركيبات الأخرى. وبالتالي، فإن تكوين 0.4٪ TiO_2 -Gd يكون أكثر قوة في منطقة الضوء المرئي من التركيبات الأخرى.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dewasa ini, perkembangan industri memberikan kontribusi bagi pertumbuhan ekonomi di Indonesia, akan tetapi hal ini juga menimbulkan permasalahan bagi lingkungan. Salah satu limbah industri yang berkontribusi besar terhadap pencemaran lingkungan ini adalah zat warna dari limbah industri tekstil. Limbah zat warna ini merupakan polutan organik yang sulit terdegradasi dan bersifat karsinogenik yang dapat merugikan manusia. Allah SWT berfirman dalam surat ar-Ruum (30): 41.

ظَهَرَ آلٌ فَسَادٌ فِي الْبَحْرِ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيُّدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ
بِعَاقِبَةِ أَلَّذِي كَانُوا يَعْمَلُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”

Kata *zahara* berarti terjadinya sesuatu di permukaan bumi secara nampak dan diketahui dengan jelas. Sedangkan kata *al-fasad* menurut al-Ashfahani adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan baik sedikit ataupun banyak. Ayat ini menjelaskan bahwa kerusakan merupakan segala sesuatu yang tidak memiliki nilai. Kerusakan tersebut disebabkan perbuatan manusia sehingga Allah SWT memberikan dampak kepada mereka agar menghentikan perbuatan yang menimbulkan kerusakan di daratan dan di lautan dan menggantinya dengan perbuatan baik dan bermanfaat untuk kelestarian lingkungan (Shihab, 2005).

Salah satu upaya untuk menjaga kelestarian lingkungan adalah dengan menangani dampak dari pencemaran. Pencemaran lingkungan dapat diatasi dengan berbagai metode diantaranya adalah adsorpsi, koagulasi, dan bioremediasi. Metode adsorpsi dan koagulasi memiliki kelemahan yaitu kurang begitu efektif digunakan karena zat warna yang digunakan dapat terakumulasi didalam adsorben yang suatu saat dikhawatirkan akan menimbulkan persoalan baru seperti lumpur (*sludge*) (Mohammed, dkk., 2013). Kelemahan dari metode bioremediasi adalah memerlukan waktu yang lama untuk mendegradasi zat pencemar dari lingkungan, dan kerja mikroba tidak efektif untuk limbah berkonsentrasi tinggi. Selain itu proses penghilangan warna merupakan proses fermentasi yang akan menimbulkan gas yang berbau sebagai hasil pembusukan tersebut (Mohammed, dkk., 2013). Sehingga metode tersebut kurang efektif jika diterapkan di lingkungan.

Fotokatalisis merupakan metode alternatif yang dapat digunakan untuk pengolahan limbah organik (Maryani, dkk., 2010) karena memiliki beberapa keuntungan dibandingkan metode yang lain. Secara umum, fotokatalisis merupakan proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan material katalis (Arutanti, dkk., 2008). Energi cahaya yang digunakan dapat berupa sinar matahari yang mengandung sinar ultraviolet (UV) dan sinar tampak. Proses fotokatalis diinisiasi dengan absorpsi foton ($h\nu$) dengan energi yang sama atau lebih besar dari *band gap* atau celah pita sehingga akan menghasilkan pasangan *electron-hole* akibat adanya eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi, kemudian elektron bermigrasi menuju logam dan terperangkap dalam logam sehingga rekombinasi *electron-hole* dapat ditekan, sedangkan *hole* dapat berdifusi ke permukaan material

semikonduktor dimana pada permukaan tersebut terjadi oksidasi senyawa yang akan didegradasi (Hutomo, 2012).

Material semikonduktor yang digunakan sebagai fotokatalisis dari berbagai macam kontaminan lingkungan diantaranya TiO_2 , ZnO , ZrO_2 , WO_3 , SrO_2 , Fe_2O_3 , CeO_2 , CdS dan ZnS (Linsebliger, dkk., 1995). Salah satu material semikonduktor yang berpotensi digunakan secara luas dalam proses fotokatalisis adalah TiO_2 . Kelebihan TiO_2 dibandingkan material semikonduktor yang lain ialah tidak bersifat toksik, harga yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, stabilitas termal yang cukup tinggi, aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi, dkk., 2009), dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Chen, dkk., 2007). Penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis memiliki kelemahan yaitu (a) TiO_2 memiliki nilai *band gap* sebesar 3,2 eV yang setara dengan panjang gelombang 388 nm, sehingga hanya aktif bekerja di bawah radiasi sinar ultraviolet (UV), (b) Laju rekombinasi *electron-hole* pada TiO_2 berjalan secara cepat dan berulang, sehingga perlu adanya penghalang untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya.

Modifikasi TiO_2 dengan berbagai metode telah dikembangkan untuk memperlebar aktivitas fotokatalitik ke daerah sinar tampak. Modifikasi bertujuan untuk mengurangi energi celah pita atau *band gap* sehingga elektron akan mudah terksitasi, dan menghambat laju rekombinasi *electron-hole*, atau dengan modifikasi permukaan fotokatalis untuk memperbesar daya adsorpsinya sehingga aktivitas fotokatalitiknya meningkat. Salah satu cara untuk mempersempit energi celah pita dari TiO_2 yaitu dengan penambahan dopan logam maupun non logam atau dengan kopling semikonduktor yang memiliki *band gap* lebih sempit (Chen, dkk., 2007).

Doping merupakan proses penambahan pengotor pada material semikonduktor untuk memodifikasi karakteristik elektroniknya (Efendi, dkk., 2012). Sejauh ini, modifikasi TiO₂ dilakukan dengan doping logam (V, Cr, Mn, Cu, Fe, Ni, Ag, Eu, Yb, La, Pr, Ce, Gd, Dy, Nd, dan Sm) dan non logam (S, N, dan C) terbukti mampu menurunkan energi celah pita sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitik pada daerah sinar tampak (Choi, dkk., 2009; Chen, dkk., 2009; Padmini, 2013; Xu, dkk., 2008; El-Bahy, dkk., 2008; dan Hafez, dkk., 2009).

Dopan logam tanah jarang seperti Gadolinium III (Gd³⁺) mempunyai elektron pada orbital $4f^x5d^y$ yang dapat memperbaiki sifat material fotokatalis di mana elektron $4f$ pada unsur tanah jarang memberikan tingkat energi baru dalam *band gap* TiO₂ (Cheng, dkk., 2016). Di samping itu beberapa reaksi redoks dari unsur tanah jarang akan membentuk *oxygen vacancy* yang cukup tinggi (Reddy, dkk., 2002) sehingga akan meningkatkan aktivitas fotokatalitik TiO₂ pada permukaan semikonduktor. Selain itu, logam tanah jarang pada kisi kristal TiO₂ dapat bertindak sebagai *electron trapper* yang akan meningkatkan pemisahan *electron-hole* sehingga aktivitas fotokatalitik akan meningkat (Zaleska, 2008).

Dopan gadolinium (Gd³⁺) memberikan efek doping yang lebih efektif dibandingkan dengan logam lain. Menurut Zhang, dkk. (2015) bahwa dopan gadolinium mampu memberikan efek fotokatalitik yang tinggi untuk mendegradasi *Rhodamine B* dibandingkan dengan TiO₂ tanpa dopan. El-Bahy, dkk. (2008) juga telah membandingkan efek jenis ion dopan Gd dengan dopan La, Nd, Sm, Eu, dan Yb terhadap degradasi senyawa *Direct Blue 53* (DB53) dibawah sinar UV dengan kemampuan degradasi untuk dopan La, Nd, Sm, Eu, dan Yb berturut-turut sebesar 89,9; 86,4; 87,3; 90; dan 89,8%. Sedangkan untuk dopan Gd memiliki kemampuan

degradasi sebesar 91,5%. Xu, dkk. (2008) telah melakukan penelitian dengan variasi konsentrasi gadolinium 0; 0,3; 0,5; dan 0,7%. Adanya penambahan konsentrasi dopan pada TiO_2 dengan jumlah tertentu, dapat memberikan pengaruh terhadap aktivitas fotokatalitiknya dengan menggeser daerah fungsi kerjanya ke daerah sinar tampak. Selain itu, jari-jari logam tanah jarang lebih besar dibandingkan dengan jari-jari TiO_2 sehingga menimbulkan cacat (*defect*) substitusi pada kisi kristal TiO_2 yang dapat menyebabkan penurunan kisi dan ukuran kristal yang semakin kecil. Peningkatan konsentrasi dopan menyebabkan kandungan logam $M\text{-O-Ti}$ (M =logam tanah jarang) lebih tinggi yang dapat menghambat pertumbuhan kristal anatas dan menggeser difraksi ke sudut 2θ yang lebih pendek serta menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil (Li, dkk., 2005; Antic, dkk., 2012).

Salah satu faktor yang mempengaruhi aktivitas fotokatalitik adalah ukuran partikel di mana semakin kecil ukuran partikel maka kinerja akan semakin baik. Metode yang umum digunakan untuk menghasilkan partikel yang kecil dan seragam adalah metode sonikasi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis TiO_2 terdoping gadolinium menggunakan metode sol-gel sonikasi dengan variasi konsentrasi dopan dengan harapan dapat memperbaiki kinerja fotokatalitik TiO_2 . Pengaruh variasi konsentrasi dopan terhadap struktur, modus vibrasi Raman dari TiO_2 , energi celah pita (*band gap*) dan morfologi hasil sintesis akan dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Raman, *scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopy* (SEM-EDS), *X-ray fluorescence* (XRF), dan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS).

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana perubahan karakteristik struktur, modus vibrasi, morfologi, dan serapan sinar dari material fotokatalis TiO₂ terdoping Gd³⁺?

1.3 Tujuan Penelitian

Untuk mengetahui perubahan struktur, modus vibrasi, morfologi, dan serapan sinar dari material fotokatalis TiO₂ terdoping Gd³⁺.

1.4 Batasan Masalah

Perubahan karakteristik TiO₂ dipelajari pada konsentrasi dopan Gd³⁺ sebesar 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%. Karakteristik struktur ditentukan dengan instrumentasi XRD, modus vibrasi Raman dari TiO₂ diidentifikasi dengan spektroskopi Raman, morfologi partikel dan jumlah komposisi sampel dengan SEM-EDS, dan serapan sinar dengan DRS.

1.5 Manfaat Penelitian

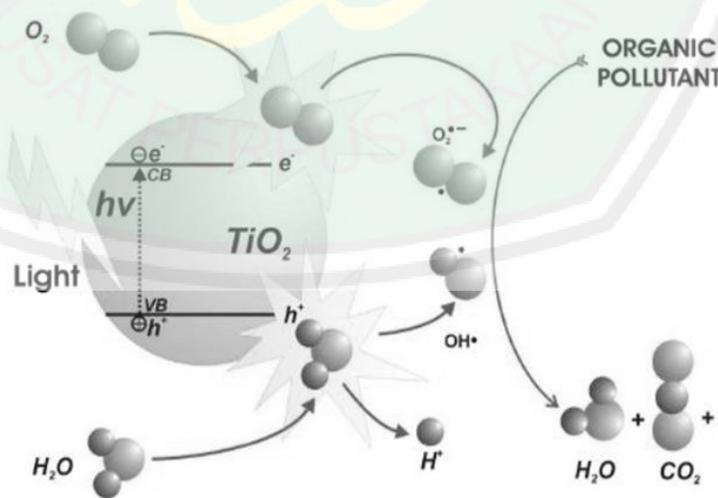
Penelitian ini diharapkan mampu memberikan referensi baru mengenai karakteristik material fotokatalis TiO₂ terdoping gadolinium (III) menggunakan metode sol-gel sonikasi dengan variasi konsentrasi dopan. Selain itu, diharapkan material hasil sintesis dapat diaplikasikan dalam pengolahan pencemaran lingkungan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

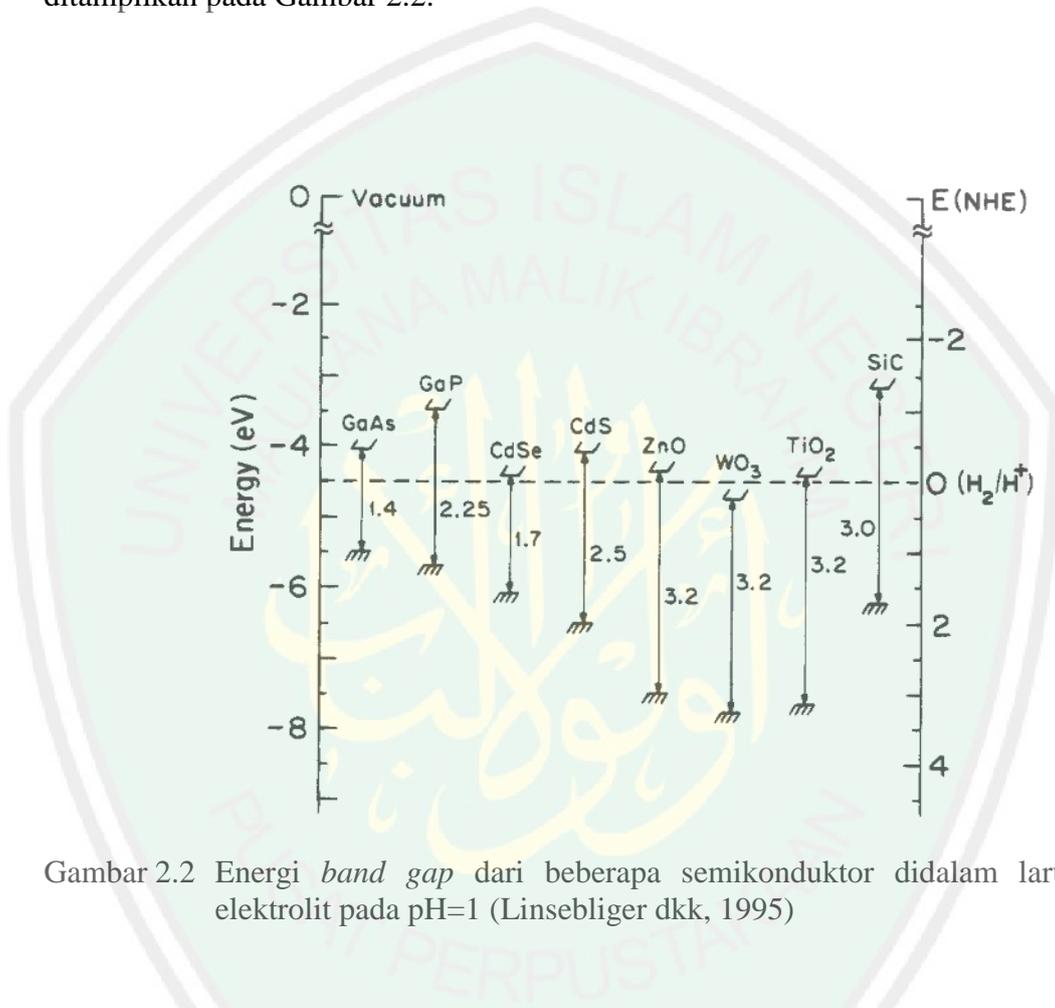
2.1 Material Semikonduktor TiO_2 sebagai Fotokatalis

Semikonduktor merupakan material yang memiliki ciri-ciri terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi elektron serta tidak ada elektron pada celah pita diantara pita konduksi dan pita valensi (Palupi, 2006). Material semikonduktor apabila diberi foton ($h\nu$) dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi *band gap*-nya maka elektron pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi menghasilkan *hole* pada pita valensi (Ismunandar, 2006). Elektron dan *hole* pada permukaan semikonduktor, masing-masing berperan sebagai reduktor dan oksidator yang dapat dimanfaatkan untuk mendegradasi limbah senyawa organik. Mekanisme degradasi polutan organik ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Skema fotokatalitik pada semikonduktor TiO_2 untuk degradasi polutan organik (Fujishima, dkk., 2008)

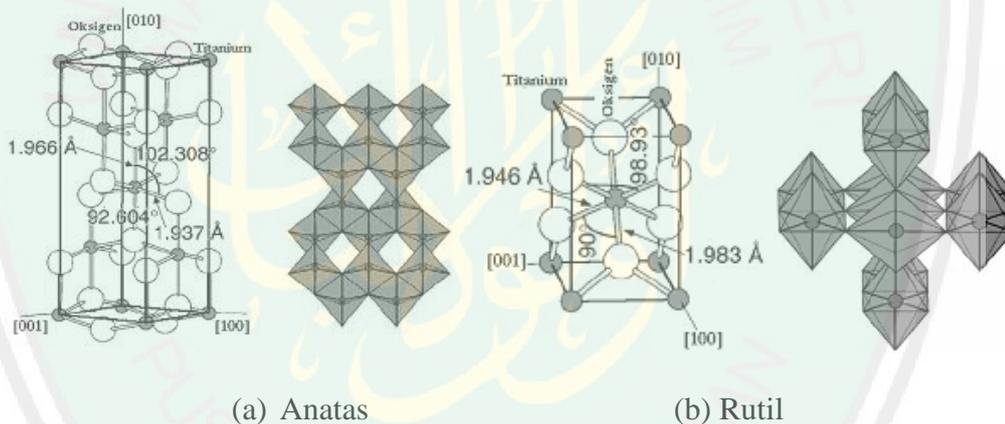
Semikonduktor yang dapat berperan sebagai fotokatalis bergantung pada besarnya energi *band gap* dan jenis senyawa kimia yang akan dioksidasi dan direduksi (Ismunandar, 2006). Energi *band gap* beberapa semikonduktor ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Energi *band gap* dari beberapa semikonduktor didalam larutan elektrolit pada pH=1 (Linsebliger dkk, 1995)

Salah satu, material semikonduktor yang berpotensi digunakan secara luas dalam proses fotokatalis adalah TiO₂. Kelebihan TiO₂ dibandingkan material semikonduktor yang lain ialah tidak bersifat toksik, harga yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, stabilitas termal yang cukup tinggi, aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi, dkk., 2009) dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Chen, dkk., 2007).

Struktur kristal TiO_2 anatase dan rutil merupakan bentuk yang paling umum digunakan dalam fotokatalisis. Sedangkan brookit sulit dimurnikan dari mineralnya sehingga sulit ditemukan dan diamati (Diebold, 2003 dalam Marlupi, 2003). Struktur anatase dan rutil dapat digambarkan sebagai rantai oktahedron titanium (IV) oksida. Oktahedron pada struktur *rutil* dikelilingi oleh 10 oktahedron tetangga, sedangkan pada struktur anatase setiap oktahedronnya dikelilingi 8 oktahedron lainnya (Cherepy, dkk., 1997). Struktur kristal TiO_2 anatase dan rutil ditampilkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur kristal TiO_2 anatase dan rutil (Palupi, 2006)

Perbedaan struktur kisi ini menyebabkan perbedaan masa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk TiO_2 (Lisenbliger, dkk., 1995), dimana anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan dengan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan dengan rutil. Besar *band gap* yang dimiliki juga menjadi berbeda di mana anatase mempunyai *energy gap* sebesar 3,2 eV sedangkan rutil 3,1 eV (Palupi, 2006). Hal ini mengakibatkan

TiO₂ hanya aktif di daerah spektrum sinar ultraviolet. Untuk memperluas pemakaiannya maka perlu adanya upaya untuk meningkatkan aktivitas TiO₂ anatas yang aktif dibawah sinar tampak (> 400 nm). Modifikasi tersebut merupakan hasil proses berfikir manusia yang memiliki akal untuk menjalankan tugas sebagai *khalifatullah fil al 'ardh*, sebagaimana firman Allah dalam surah al-Imran (3): 190.

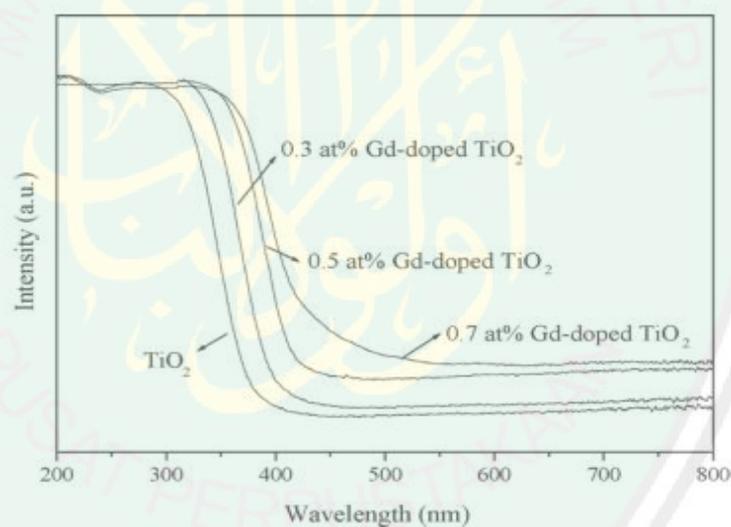
إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي
 أَلْبَابٍ ﴿١٩٠﴾

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda tanda bagi orang-orang yang berakal*”

Tafsir Ibnu Katsir (2015) menjelaskan bahwa penciptaan benda-benda angkasa, matahari, bulan, beserta planet lainnya dan pergantian malam dan siang, semua fenomena tersebut merupakan tanda-tanda kebesaran Allah SWT bagi orang yang berakal. Orang-orang yang berakal merupakan orang-orang yang senantiasa mimikirkan ciptaan Allah, merenungkan keindahan-Nya, kemudian dapat mengambil manfaat dari ayat-ayat kauniah yang terbentang dijagat raya ini, salah satunya berupa logam. Logam-logam ini dapat digunakan sebagai doping untuk memodifikasi TiO₂ sehingga dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya.

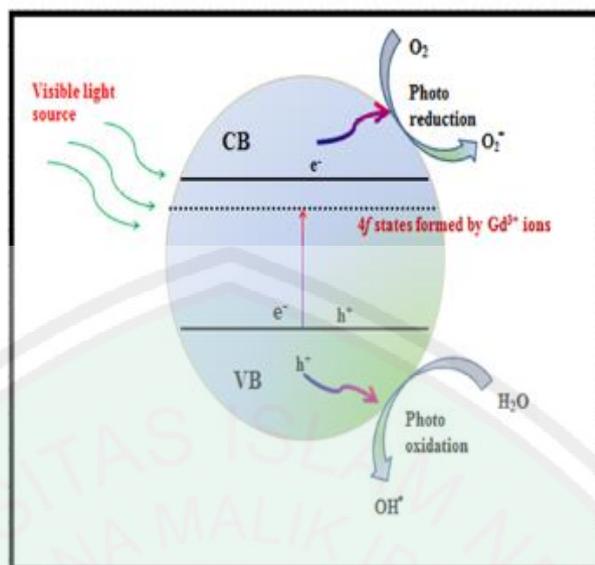
Beberapa logam yang telah digunakan untuk meningkatkan akitivitas fotokatalitik TiO₂ seperti logam V, N, Cr, Mn, Cu, Fe, Ni, Ag, Eu, Yb, La, Pr Ce, Gd, Dy, Nd, dan Sm (Choi, dkk., 2009; Chen, dkk., 2009; Padmini, 2013; Xu, dkk., 2008; El-Bahy, dkk., 2008; dan Hafez, dkk., 2009). Dopan logam tersebut dapat membentuk larutan padat tersubstitusi atau intersisi dengan TiO₂ tergantung pada ukuran dan tingkat oksidasi ion logam yang dapat mempengaruhi karakteristik struktur, morfologi, dan fotoaktivitas material TiO₂ (Choi, dkk., 2009).

Gadolinium merupakan salah satu dopan yang sering digunakan pada TiO_2 . Hal ini karena penggunaan logam Gadolinium sebagai dopan pada TiO_2 memberikan respon performa katalis maupun interaksi pada TiO_2 yang sangat baik (Ettireddy, 2007). Penelitian yang dilakukan oleh Xu, dkk. (2008) pada sintesis TiO_2 dengan metode sol-gel menggunakan gadolinium sebagai dopan menunjukkan efektivitas gadolinium dalam meningkatkan sifat optik katalis yang baik. Hal ini ditunjukkan dengan meningkatnya serapan sinar TiO_2 di daerah sinar UV dan sinar tampak seperti ditampilkan data DRS Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Hasil karakterisasi sintesis TiO_2 terdoping Gadolinium menggunakan UV-Vis DRS (Xu, dkk., 2008)

Selain memberikan sifat optik yang baik, penambahan logam gadolinium juga mampu mencegah elektron dan *hole* berekombinasi sehingga dapat memberikan peningkatan efektivitas reaksi fotokatalitik (Xu, dkk., 2008). Mekanisme penambahan gadolinium pada pita energi TiO_2 ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Mekanisme reaksi fotokatalisis TiO_2 terdoping Gd

Gambar 2.5 menjelaskan bahwa gadolinium memiliki *sub-band gap* tersendiri. Tingkat energi ini menawarkan transisi elektronik TiO_2 dari pita valensi ke tingkat energi *sub-band gap* ion *rare earth* yang kosong. Transisi ini membutuhkan energi lebih sedikit daripada transisi elektronik TiO_2 dari pita valensi ke pita konduksi dan bisa diinduksi oleh cahaya tampak. Dengan cara itu, gadolinium dapat meningkatkan pemisahan elektron dan *hole* sehingga berkontribusi untuk mendegradasi senyawa organik.

2.2 Sintesis TiO_2 Anatas Terdoping Gadolinium (III) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi

Metode untuk sintesis dan doping logam untuk M/TiO_2 telah banyak dilakukan diantaranya adalah sol-gel, hidrotermal, solvotermal, metal organik, *anodic oxidation*, elektrodeposisi, dan sonokimia (Kurniawan, 2009). Metode sol-gel merupakan metode yang sering dipakai untuk sintesis fotokatalis titanium

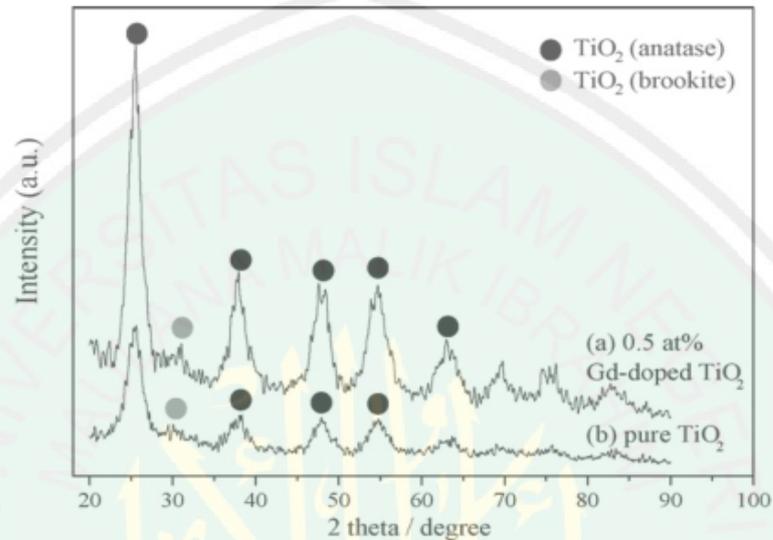
dioksida karena memiliki beberapa keuntungan daripada metode hidrotermal, solvotermal, elektrodeposisi, metal organik, dan sonokimia.

Pada metode sol-gel, TiO_2 disintesis dari prekursor titanium yang dipanaskan pada suhu tertentu hingga terbentuk sol yang kemudian menjadi gel. Prekursor yang digunakan dalam sol-gel adalah larutan sehingga senyawa akan tercampur secara atomik dan dapat menghasilkan luas permukaan katalis yang besar. Kelebihan metode sol-gel dibandingkan dengan metode konvensional adalah partikel yang dihasilkan berukuran kecil, kemurnian yang tinggi, suhu reaksi yang digunakan relatif rendah, kehomogenan yang tinggi dan dapat mengontrol distribusi massa serta morfologi dari partikel (Fernandez, 2011; Deng, dkk., 2011). Mekanisme-mekanisme yang terlibat dalam proses sol-gel terdiri dari empat tahapan, sebagai berikut (Yuwono, 2010):

1. Hidrolisis
2. Kondensasi
3. Pematangan (*aging*)
4. Pengeringan (*sintering*)

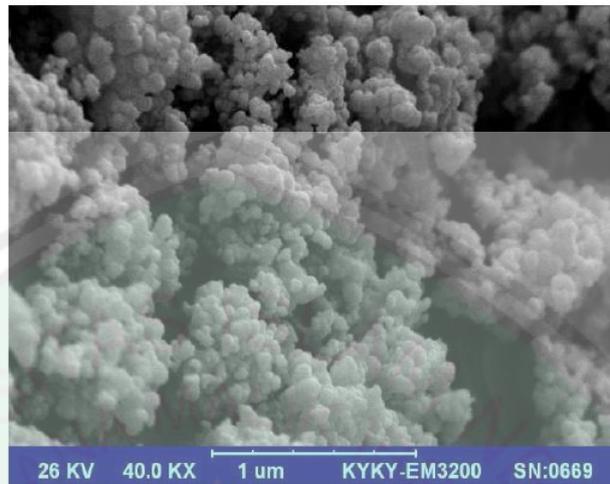
Xu, dkk. (2008) pada penelitian sebelumnya melakukan sintesis fotokatalis dengan menggunakan metode sol-gel dan melaporkan bahwa hasil karakterisasi pada suhu 333 K (60 °C) menunjukkan TiO_2 terdoping Gd berada pada fasa anatas yang menunjukkan pola difraksi XRD dengan 2θ (°) = 25,5; 37,9; 47,6; 54,7; 63,0 dan ; 69,7 dan sedikit ada fasa brookit yang terdeteksi pada puncak 31. Kenaikan intensitas dikaitkan dengan kristalinitas yang lebih tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa diperoleh kristal anatas tanpa adanya perlakuan dengan suhu tinggi. Adanya dopan gadolinium tidak menyebabkan pergeseran posisi puncak TiO_2 dikarenakan

dopan yang ditambahkan sangat kecil. Pola difraksi TiO_2 terdoping Gd ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Data XRD (a) TiO_2 terdoping Gd 0,5%, dan (b) TiO_2

Prinsip metode sonikasi adalah memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi sangat tinggi yang diiradiasikan ke dalam larutan. Selain metodenya lebih mudah dan jalur reaksinya lebih cepat, metode sonikasi juga memiliki kelebihan dapat memecah agregat kristal berukuran besar menjadi agregat berukuran kecil hingga dapat berskala nano. Neppolian, dkk. (2007) telah berhasil mensintesis nanopartikel TiO_2 dengan metode sol-gel sonikasi dan menunjukkan aktivitas yang lebih baik dalam mendegradasi klorofenol. Saja, dkk. (2016) juga mensintesis menggunakan metode sol-gel sonikasi dan didapatkan TiO_2 anatas yang murni dengan ukuran partikel dan penggumpalan yang lebih kecil. Hasil SEM diperlihatkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Hasil SEM dari TiO_2 dengan metode sol-gel sonikasi

Hasil karakterisasi SEM dari penelitian yang dilakukan oleh Saja, dkk. (2016) dalam mensintesis menggunakan metode sol-gel sonikasi menunjukkan morfologi permukaan serbuk TiO_2 berbentuk bulat dengan dispersi yang baik, dan memiliki ukuran partikel yang kecil.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2017-Agustus 2018 di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya, karakterisasi dengan spektroskopi Raman dan SEM-EDS dilakukan di Laboratorium ITB, karakterisasi XRF dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Negeri Malang, karakterisasi UV-DRS dilakukan di Laboratorium UI-Chem Departemen Kimia Universitas Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, spatula, pipet tetes, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik, gelas arloji, oven, aluminium foil, *ultrasonic cleaning bath*, seperangkat alat teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Raman, XRF, spektrofotometer UV-Vis *diffuse reflectance* (DRS), dan SEM-EDS.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium (IV) isopropoksida (TTIP), gadolinium (III) nitrat heksahidrat ($\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), isopropanol, asam asetat, aquades.

3.3 Rancangan Penelitian

Sintesis TiO_2 terdoping Gd pada penelitian akan dilakukan menggunakan metode sol-gel sonikasi dengan prekursor gadolinium nitrat heksahidrat dan TTIP menggunakan variasi konsentrasi dopan 0; 0,4; 0,5; dan 0,6%. Selanjutnya hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan XRD, spektroskopi Raman, XRF, UV-Vis DRS, dan SEM-EDS.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 2 tahap yaitu :

1. Tahap sintesis senyawa TiO_2 terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dengan metode sol-gel sonikasi
2. Karakterisasi hasil sintesis dengan menggunakan teknik XRD, spektroskopi Raman, SEM-EDS, XRF, dan UV-Vis DRS.

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Sintesis TiO_2 Terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) 0; 0,4; 0,5; dan 0,6% dengan Metode Sol-Gel Sonikasi

Sintesis TiO_2 terdoping gadolinium dilakukan dengan metode sol-gel sonikasi menggunakan TTIP dan $(\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ sebagai prekursor. Sintesis ini dilakukan dengan cara menyiapkan 4 gelas beker 250 mL. Kemudian dimasukkan 30 mL isopropanol dan 5 mL TTIP tetes per tetes kedalam masing-masing beker. Larutan yang diperoleh kemudian ditambahkan pada 5 mL asam asetat dan $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ berturut-turut sesuai perhitungan stoikiometri variasi konsentrasi dopan Gd^{3+} sebanyak 0; 0,0671; 0,0841; dan 0,1008 gram. Perhitungan stoikiometri kebutuhan prekursor ditampilkan pada Lampiran 2. Selanjutnya

dilakukan pengukuran pH sintesis dengan menggunakan kertas pH universal atau pH meter. Campuran disonikasi selama 15 menit hingga larutan homogen dan didiamkan hingga sol terbentuk sempurna selama 24 jam. Sol yang diperoleh selanjutnya disonikasi dengan *ultrasonic cleaning bath* hingga menjadi gel dengan penambahan air destilasi sebanyak 30 mL. Hasil gel dioven pada suhu 110 °C selama 3 jam kemudian dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam. Serbuk yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi dengan XRD, spektroskopi Raman, XRF, UV-Vis DRS, dan SEM-EDS.

3.5.2 Karakterisasi dengan menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X Serbuk (XRD)

Karakterisasi dengan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fasa sampel yang terbentuk, struktur dan data kristalografi sampel. Pengukuran XRD menggunakan radiasi monokromator Cu K α ($\lambda=1,5405 \text{ \AA}$) pada 30 kV dan arus 30 mA, dan diukur pada rentang $2\theta(^{\circ})=5-90$. Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk yang sangat halus, kemudian ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X.

3.5.3 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman

Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi khas TiO₂ anatas. Karakterisasi menggunakan sumber sinar laser hijau dengan rentang pengukuran 50-1500 cm⁻¹ pada panjang gelombang 532 nm.

3.5.4 Karakterisasi dan Analisis Morfologi dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui morfologi dan distribusi ukuran partikel dari sampel hasil sintesis serta komposisi unsur zat hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi ditempatkan pada *sample holder* menggunakan perekat, kemudian dilapisi dengan Au atau Pt. Setelah pelapisan, diletakkan pada *sample holder* dan dilakukan pengukuran perbesaran, mulai 1.000-20.000 kali. Pengukuran kandungan unsur dilakukan dengan perbesaran 3000-20.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.5 Karakterisasi dengan X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui persentase kandungan logam yang terdapat dalam sampel. Sampel yang dianalisis dihaluskan dan diletakkan pada *sample holder*, kemudian dilanjutkan dengan penyinaran sinar-X. data yang akan diperoleh berupa persentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel material fotokatalis.

3.5.6 Karakterisasi dan Penentuan *Band Gap* dengan UV-Vis DRS

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS dilakukan untuk mengetahui karakter serapan sinar dari material hasil sintesis di daerah ultraviolet dan sinar tampak. Dari data DRS juga dapat ditentukan energi celah pita material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder* kemudian diukur persentase reflektansinya pada rentang panjang gelombang 200-600 nm.

3.6 Analisis Data

1. Hasil yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan XRD (difraktogram) dibandingkan dengan standar ICSD. Selanjutnya data XRD akan di *refinement* dengan menggunakan program *Rietica* dan metode Le Bail untuk mendapatkan data krsitalografi dari material baru yang dihasilkan. Ukuran kristal ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots \dots \dots (3.1)$$

dengan D adalah ukuran partikel (nm), λ adalah panjang gelombang radiasi, K adalah konstanta (0,9), β adalah lebar setengah puncak (FWHM, radian).

2. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS akan dianalisa dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.2.

$$F(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s} \dots \dots \dots (3.2)$$

dengan $F(R)$ = faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S adalah koefisien *scattering*, R adalah nilai reflektan yang diukur terhadap standar. Nilai energi *band gap* ditentukan dari membuat plot antara antara $(F(R)*hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu x). Energi foton (hv) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $hv=hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x (hv =energi celah pita) ketika $y=0$.

3. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDS adalah mikrograf dan spektra atomik. Dari gambar yang diperoleh selanjutnya akan

dianalisis dengan menggunakan *software image-J* untuk mengetahui ukuran partikelnya.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis material fotokatalis TiO_2 terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dilakukan dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,4; 0,5; dan 0,6 % menggunakan metode sol-gel sonikasi. Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu (1) sintesis material fotokatalis TiO_2 terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dengan variasi konsentrasi dopan 0; 0,4; 0,5; dan 0,6 %, (2) sampel yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa dan sistem kristal material fotokatalis TiO_2 dan TiO_2 -Gd, spektroskopi Raman untuk mengetahui pengaruh dopan gadolinium terhadap modus vibrasi Raman dari TiO_2 , SEM-EDS digunakan untuk mengetahui morfologi partikel dan jumlah komposisi unsur penyusun material fotokatalis hasil sintesis, XRF untuk mengidentifikasi logam yang terkandung dalam sampel, UV-Vis DRS untuk mengetahui karakteristik serapan sinar dan energi celah pita.

4.1 Sintesis Titanium Dioksida (TiO_2) Terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dengan Metode Sol-Gel Sonikasi

Sintesis material fotokatalis TiO_2 terdoping Gadolinium (Gd^{3+}) dengan variasi konsentrasi dopan yang dilakukan dengan metode sol-gel sonikasi menghasilkan padatan putih yang ditampilkan pada Gambar 4.1. Reaktan direaksikan dalam sonikator hingga terbentuk larutan yang homogen. Dopan Gadolinium nitratheksahidrat ($\text{Gd}(\text{NO}_3)_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) yang ditambahkan pada waktu sintesis berperan sebagai sumber ion Gd^{3+} yang akan mengalami substitusi atau intertisi kedalam kisi TiO_2 . Penambahan asam asetat berperan sebagai nukleofil yang mengganti satu gugus isopropoksi pada TTIP menjadi gugus asetat

membentuk monomer $\text{Ti}(\text{iPrO})_3(\text{OAc})$. Hal ini disebabkan karena gugus isopropoksi yang dapat bertindak sebagai ligan kurang kuat dibandingkan dengan ligan asetat. Selanjutnya sampel diaramkan (*aging*) selama 24 jam dan membentuk sol, kemudian ditambahkan air destilat dan disonikasi sampai membentuk gel. Gel yang terbentuk dioven selama 3 jam pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ dan dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam.

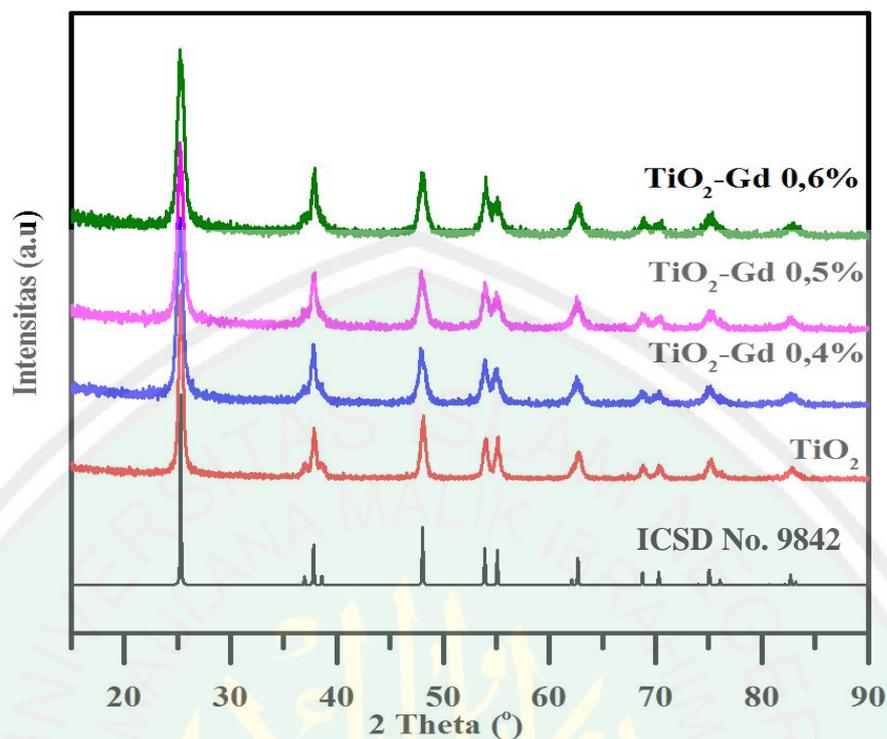


Gambar 4.1 Tahap pembentukan (a) sol, (b) gel, (c) hasil sintesis material fotokatalis TiO_2 , (d) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,4%, (e) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,5%, (f) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,6%

4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO_2 Terdoping Gadolinium (Gd^{3+})

4.2.1 Karakterisasi menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan untuk mengidentifikasi karakteristik struktur senyawa hasil sintesis. Hasil analisis karakterisasi XRD ditampilkan pada Gambar 4.2.

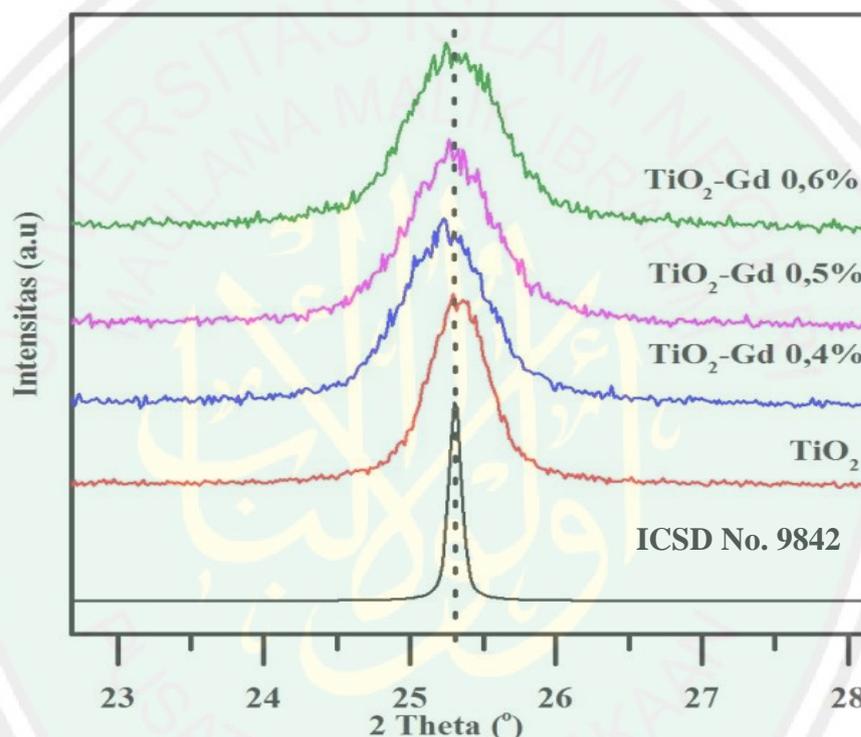


Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X material fotokatalis TiO₂ dengan variasi konsentrasi dopan

Pola difraksi material fotokatalis pada Gambar 4.2 dicocokkan dengan data standar TiO₂ *international crystallography standar data* (ICSD) No. 9842 dan diperoleh hasil bahwa antara puncak standar dengan hasil sintesis mempunyai kemiripan yang signifikan. Hal ini mengindikasikan bahwa sampel hasil sintesis berfasa tunggal yaitu anatase. Puncak khas dari TiO₂ anatase ditemukan pada 2θ (°): 25,34; 37,85; dan 48,07 dimana puncak pada posisi 2θ (°): 25 dengan intensitas paling tinggi adalah ciri khas dari pola difraksi TiO₂ anatase bidang *hkl* 101.

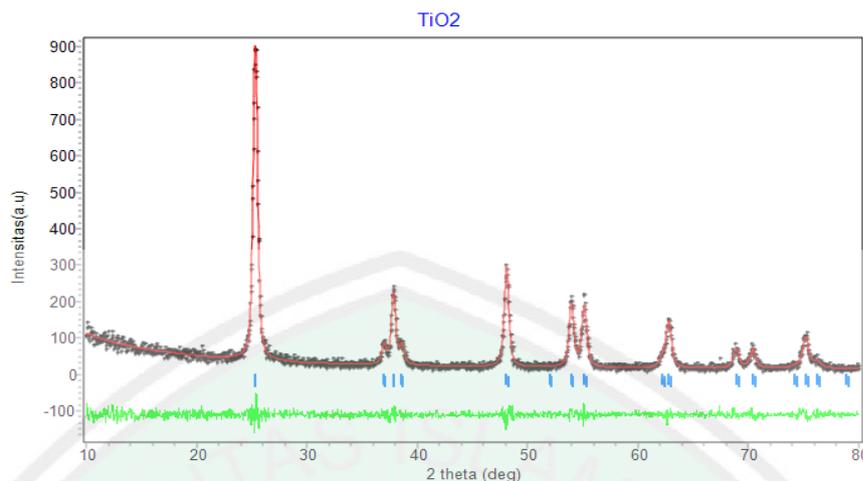
Perbesaran puncak pada posisi 2 theta 25-26 (°) ditampilkan pada Gambar 4.3. Pada data XRD ini tidak teramati adanya pergeseran puncak akan tetapi mengalami pelebaran puncak. Banerjee, dkk. (2012) melaporkan bahwa intertisi menyebabkan pelebaran puncak pada pola difraksi sinar-X. Pelebaran puncak ini

dapat disebabkan adanya intertisi dopan Gd^{3+} pada kisi TiO_2 karena dopan Gd^{3+} ($0,94 \text{ \AA}$) memiliki jari-jari lebih besar dibandingkan dengan Ti^{4+} ($0,74 \text{ \AA}$) sebesar 27%. Oleh karena itu, dapat diprediksikan sistem TiO_2 -Gd lebih cenderung mengalami intertisi dibandingkan dengan substitusi.



Gambar 4.3 Hasil perbesaran pola difraksi sinar-X material fotokatalis TiO_2 dengan variasi konsentrasi dopan pada rentang 2θ ($^\circ$): 23-28

Data XRD yang diperoleh selanjutnya di *refinement* menggunakan program *Rietica* dengan metode Le Bail untuk mengetahui kecocokan struktur dan informasi parameter sel satuan. Data standar yang digunakan adalah JCPDS No. 73-1764 dengan grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter kisi $a=b=3,776(\text{\AA})$, $c=9,486(\text{\AA})$, $Z=4$. Hasil *refinement* ditampilkan pada Gambar 4.4 dan dirangkum dalam Tabel 4.1.

Gambar 4.4 Plot hasil *refinement* TiO₂ tanpa dopanTabel 4.1 Parameter sel satuan material fotokatalis TiO₂ dan TiO₂ terdoping Gd (0,4; 0,5; dan 0,6%) dengan metode Le Bail

Parameter	Material fotokatalis			
	TiO ₂	TiO ₂ -Gd 0,4%	TiO ₂ -Gd 0,5%	TiO ₂ -Gd 0,6%
Sistem Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Grup Ruang	I4 ₁ / amd	I4 ₁ / amd	I4 ₁ / amd	I4 ₁ / amd
Jumlah Satuan Asimetrik (Z)	4	4	4	4
Panjang $a=b$	3,787(5)	3,778(0)	3,776(2)	3,769(3)
Panjang c	9,535(1)	9,484(6)	9,484(5)	9,478(7)
Volume Sel (V)	136,785	135,373	135,277	134,671
R_p (%)	10,75	11,01	11,31	11,26
R_{wp} (%)	8,99	9,37	9,72	10,12
GoF (χ^2)	0,113	0,119	0,113	0,111

Nilai R_p (%) dan R_{wp} (%) yang diperoleh untuk semua sampel adalah $\leq 15\%$.

Hal ini mengindikasikan bahwa data eksperimen mempunyai kecocokan yang besar dengan data standar. Nilai parameter kisi (a , b , dan c) tidak mengalami perubahan yang signifikan, akan tetapi nilainya cenderung turun. Nilai volume kisi kristal (V) juga cenderung turun, seharusnya nilai volume kisi kristal naik karena jari-jari ion Gd³⁺ lebih besar daripada Ti⁴⁺. Penurunan nilai volume kristal dapat

mengindikasikan adanya dopan gadolinium yang memiliki multivalensi pada keadaan oksidasi (2, 3, dan 4) yang dapat tersubstitusi dalam kisi kristal TiO₂ (Paul, dkk., 2014).

Crystallite size TiO₂ dan TiO₂-Gd hasil sintesis dihitung dengan menggunakan persamaan Debye-Schererr ($D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta)$) dan hasilnya dirangkum pada Tabel 4.2. Diketahui bahwa ukuran kristal dari TiO₂ dan TiO₂-Gd secara berturut-turut adalah TiO₂ < 0,6% < 0,4% < 0,5%. Beberapa faktor yang dapat menyebabkan ukuran kristal material fotokatalis cenderung menjadi besar, antara lain (a) ion Gd³⁺ cenderung menempati permukaan TiO₂, dan (b) lama waktu *sintering*. Menurut Eddy, dkk. (2016) dalam penelitiannya melaporkan bahwa adanya dopan Gd³⁺ menyebabkan *crystallite size* yang cenderung semakin besar dikarenakan ion Gd³⁺ tidak menempati kisi kristal TiO₂ serta adanya pengaruh lama *sintering* yang menyebabkan ukuran kristal semakin besar dan beraglomerasi.

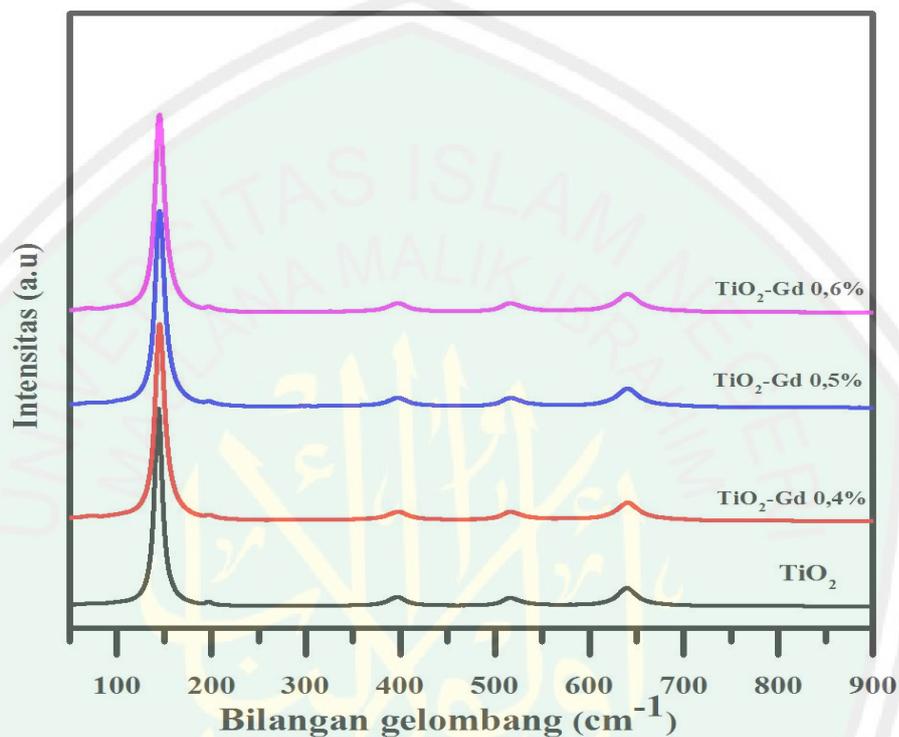
Tabel 4.2 Ukuran kristal material fotokatalis TiO₂ dan TiO₂-Gd

Material	Ukuran kristal (nm)
TiO ₂	18,09
TiO ₂ -Gd 0,4%	47,69
TiO ₂ -Gd 0,5%	59,25
TiO ₂ -Gd 0,6%	29,68

4.2.2 Karakterisasi dengan Spektroskopi Raman

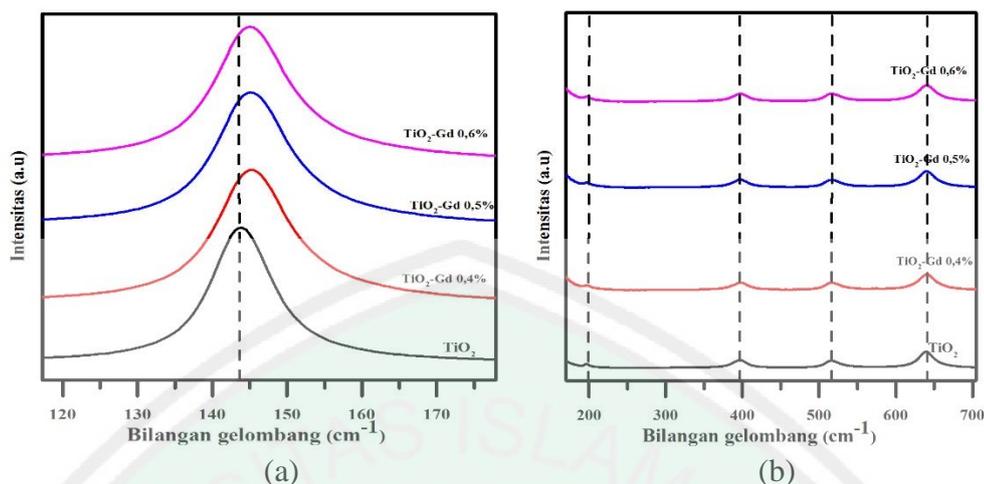
Karakterisasi menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi Raman dari TiO₂ dan TiO₂-Gd variasi konsentrasi dopan. Hasil karakterisasi spektroskopi Raman ditampilkan pada Gambar 4.5. Gambar 4.5 menunjukkan spektra khas fasa anatas dari TiO₂ pada bilangan gelombang 144, 196, 396, 517, dan 639 cm⁻¹. Menurut Thuy, dkk. (2012) dan

Kahatta, dkk. (2013) melaporkan bahwa spektra Raman khas TiO_2 fasa anatas terdapat pada bilangan gelombang 144(E_g), 396(B_{1g}), 517(A_{1g}) dan 639(E_g).



Gambar 4.5 Hasil spektra Raman TiO_2 tanpa dopan dan $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ variasi dopan (0; 0,4; 0,5; dan 0,6%)

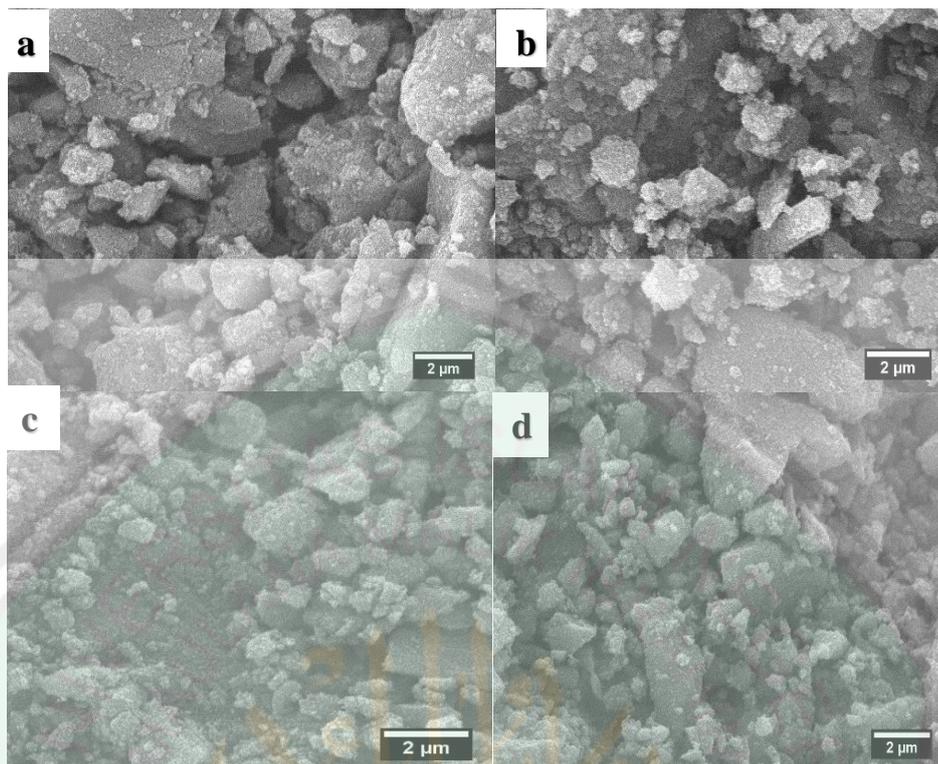
Perbesaran spektra Raman ditampilkan pada Gambar 4.6. Diperoleh hasil bahwa modus vibrasi Raman pada bilangan gelombang 144 cm^{-1} mengalami pergeseran puncak ke kanan. Hal ini mengindikasikan adanya perubahan panjang ikatan Ti-O yang mengalami pemendekan ikatan sehingga energi ikatan yang dimiliki juga semakin besar.



Gambar 4.6 Puncak vibrasi Raman pada posisi (a) 146, (b) 196, 396, 517, dan 639 cm⁻¹

4.2.3 Karakterisasi dengan SEM-EDS

Karakterisasi menggunakan SEM-EDS bertujuan untuk mengetahui morfologi partikel dan jumlah komposisi material fotokatalis. Data SEM menunjukkan hasil bahwa partikel hasil sintesis mempunyai bentuk yang tidak seragam dan mengalami aglomerasi yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Hasil pengujian EDS diperoleh persentase unsur-unsur yang terkandung dalam sampel antara lain Ti, O, dan Gd. Hal ini menunjukkan bahwa Gd terdeteksi dalam sampel. Hasil pengukuran EDS dirangkum pada Tabel 4.3. Dari Tabel 4.3 diperoleh hasil bahwa dopan Gadolinium yang terdeteksi pada sampel sangat sedikit.



Gambar 4.7 Hasil karakterisasi menggunakan SEM pada material fotokatalis perbesaran 6.000x (a) TiO_2 , (b) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,4%, (c) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,5%, (d) $\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,6%

Tabel 4.3 Jumlah komposisi material fotokatalis TiO_2 terdoping Gd dengan variasi konsentrasi dopan

Material	Unsur	Komposisi atom (%)	Berat %
TiO_2	Ti	44,45	70,46
	O	55,55	29,46
	Gd	0,00	0,00
$\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,4%	Ti	36,54	36,10
	O	63,20	62,46
	Gd	0,26	1,44
$\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,5%	Ti	23,70	47,10
	O	75,93	50,43
	Gd	0,38	2,47
$\text{TiO}_2\text{-Gd}$ 0,6%	Ti	45,51	69,95
	O	54,04	27,77
	Gd	0,45	2,28

4.2.4 Karakterisasi dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan untuk mengetahui kandungan semua logam yang terdapat dalam sampel. Hasil analisa XRF ditampilkan pada Tabel 4.4. Dari Tabel 4.4 diperoleh hasil bahwa dopan Gadolinium terdeteksi pada sampel. Hal ini berkorelasi dengan hasil karakterisasi SEM-EDS bahwa dopan gadolinium telah berhasil terdoping kedalam kisi TiO₂.

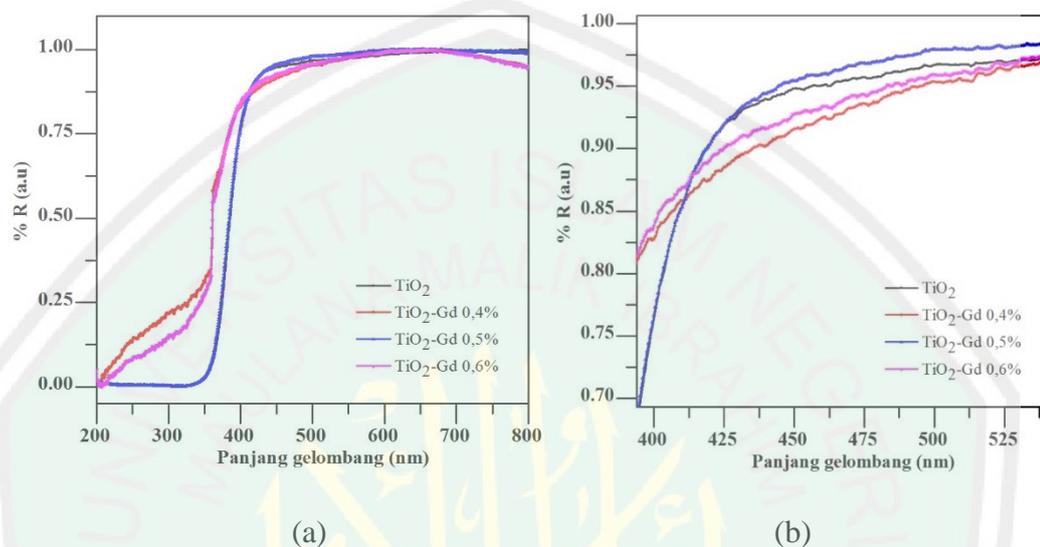
Tabel 4.4 Hasil XRF material fotokatalis TiO₂ dan TiO₂-Gd 0,6%

TiO ₂		TiO ₂ -Gd 0,6%	
Unsur	Konsentrasi (%)	Unsur	Konsentrasi (%)
P	0,13	P	0,14
Ca	0,11	Ca	0,11
Ti	99,01	Ti	96,48
Br	0,17	Zn	0,22
W	0,35	Gd	2,5
Pt	0,23	W	0,22
		Re	0,08
		Pt	0,21

4.2.5 Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS

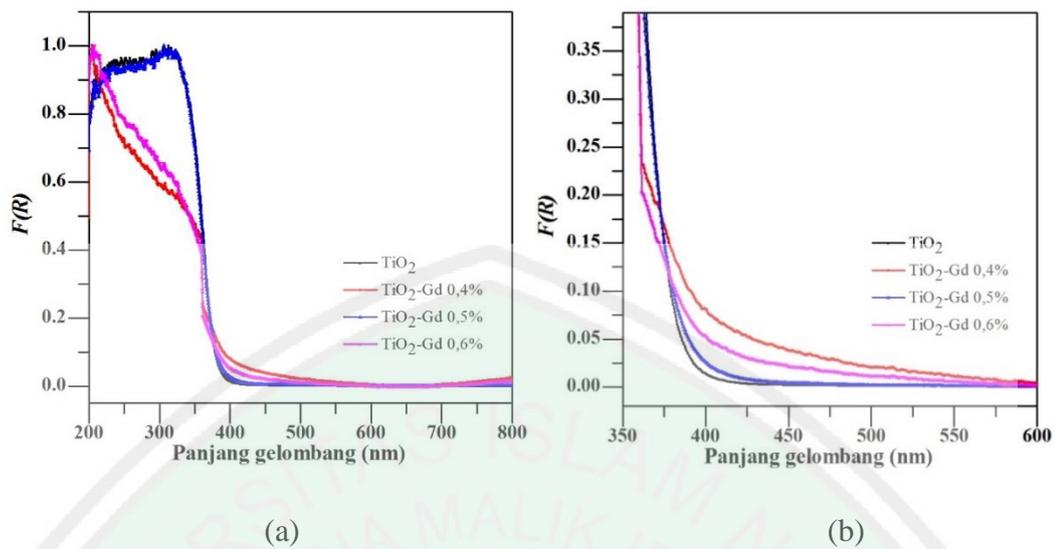
Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui karakteristik serapan sinar pada daerah ultraviolet maupun sinar tampak dan menentukan energi celah pita dari material semikonduktor hasil sintesis. Hasil pengukuran menggunakan UV-Vis DRS ditampilkan pada Gambar 4.8. Pada Gambar 4.8 komposisi TiO₂-Gd 0,4% memiliki nilai persen reflektansi yang paling rendah. Hal ini menandakan TiO₂-Gd 0,4% memiliki nilai koefisien absorbansi yang lebih tinggi dibandingkan dengan TiO₂ maupun komposisi lain didaerah sinar tampak. Nilai reflektansi yang semakin menurun akan memberikan

potensi penyerapan sinar yang semakin besar, sehingga diharapkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih efektif.



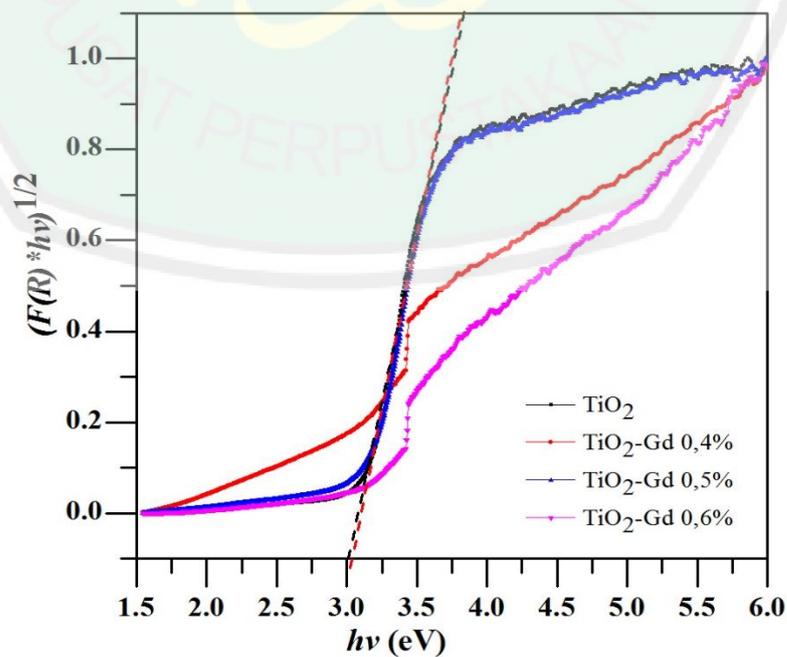
Gambar 4.8 Spektra UV DRS material fotokatalis TiO₂ dan TiO₂-Gd pada panjang gelombang (a) 200-800 nm, dan (b) 400-525 nm

Penentuan nilai koefisien absorpsi dari nilai reflektansi ditampilkan pada Gambar 4.9. Diperoleh hasil bahwa fungsi Kubelka-Munk yang setara dengan koefisien absorpsi per *scattering* (koefisien absorpsi optik) dari material fotokatalis mengalami perubahan nilai dengan adanya dopan Gadolinium. TiO₂-Gd pada berbagai variasi konsentrasi dopan memiliki koefisien absorpsi yang lebih baik dibandingkan TiO₂ tanpa dopan di daerah sinar tampak, sedangkan pada daerah UV TiO₂ dan TiO₂-Gd 0,5% memberikan absorpsi sinar yang berhimpitan. Berdasarkan data tersebut material fotokatalis TiO₂-Gd 0,4% merupakan komposisi yang paling berpotensi pada sinar tampak dibandingkan dengan komposisi lain.



Gambar 4.9 Hubungan antara faktor Kubelka-Munk $F(R)$ dengan panjang gelombang (a) 200-800 nm, dan (b) 350-600 nm

Nilai energi *band gap* diperoleh dari perhitungan data DRS dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk. Plot yang dihasilkan ditampilkan pada Gambar 4.10. Hasil perhitungan energi celah pita dirangkum pada Tabel 4.5.



Gambar 4.10 Hubungan antara $(F(R) * hv)^{1/2}$ dengan energi celah pita (hv)

Tabel 4.5 Nilai energi celah pita (*band gap*) dan serapan sinar panjang gelombang material fotokatalis hasil sintesis

Material	Energi celah pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO ₂	3,1	400,26
TiO ₂ -Gd 0,4 %	3,38	367,10
TiO ₂ -Gd 0,5%	3,09	401,56
TiO ₂ -Gd 0,6%	3,4	364,94

Dari Tabel 4.5 diperoleh hasil bahwa material TiO₂-Gd 0,5% memiliki nilai energi celah pita yang optimum yaitu sebesar 3,09 eV yang setara dengan panjang gelombang 401,56 nm.

4.3 Kegunaan Material Fotokatalis TiO₂-Gd dalam Perspektif Islam

Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi dan langit ini tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah. Seperti firman Allah dalam surat Shaad (38): 27.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بُطُلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۗ
فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”

Tafsir Ibnu Katsir (2002) menjelaskan bahwa Allah SWT tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya dengan sia-sia. Kesemuanya itu diciptakan Allah atas kekuasaan dan kehendak-Nya sebagai rahmat yang tak ternilai harganya. Anggapan ini tentunya bagi orang-orang yang bertakwa. Namun sebaliknya bagi orang-orang kafir, alam raya dan isinya disalah

gunakan dengan membuat kerusakan demi ambisi serakahnya maka tidak ada balasan yang pantas bagi orang-orang kafir kecuali adzab yang pedih.

Manusia merupakan makhluk yang berakal, sudah semestinya untuk menggunakan pikirannya untuk selalu mengambil manfaat dari setiap apapun yang Allah SWT ciptakan didunia ini. Salah satu bentuk berfikir manusia mengenai ciptaan Allah SWT adalah modifikasi material fotokatalis TiO_2 agar dapat bekerja di daerah sinar tampak. Modifikasi tersebut dilakukan dengan menambahkan dopan gadolinium dengan konsentrasi 0; 0,4; 0,5; dan 0,6 %. Material fotokatalis TiO_2 -Gd dapat dimanfaatkan untuk mendegradasi limbah zat warna yang berbahaya bagi lingkungan, seperti metilen biru. Pengolahan limbah zat warna tersebut merupakan bentuk tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* yang ditugaskan untuk menjaga, mengelolah, melindungi dan memanfaatkannya secara lestari demi kemaslahatan manusia dan makhluk hidup lainnya. Perintah untuk menjaga lingkungan telah tercantum dalam firman Allah dalam surat al-A'raf (7): 56.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا ۚ إِنَّ رَحْمَةَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi setelah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah sangat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Tafsir Quraish Shihab (2005) menafsirkan وَلَا تُفْسِدُوا dalam ayat tersebut bahwa Allah SWT melarang perbuatan yang menimbulkan kerusakan di muka bumi ini setelah adanya perbaikan oleh Allah. Kerusakan yang dimaksud adalah dengan menebar kemaksiatan, kedzaliman dan permusuhan. Maka Allah menganjurkan

untuk berdoa dengan rasa takut akan siksa-Nya dan mengharapkan pahala-Nya yang sangat dekat dengan orang yang berbuat baik.

Melalui berbagai pemaparan diatas kita dapat memahami bahwa begitu pentingnya untuk menjaga dan memperbaiki lingkungan. Oleh sebab itu, sebagai seorang muslim dan pelajar kita harus mengembangkan teknologi yang ramah terhadap lingkungan, salah satunya adalah fotokatalis. Penelitian ini diharapkan memberikan sumbangan informasi kepada bidang kimia lingkungan dan industri khususnya, supaya mampu mengembangkan dan mendesain fotokatalis TiO_2 untuk mendegradasi berbagai macam limbah berbahaya.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penambahan dopan gadolinium (Gd^{3+}) pada TiO_2 menghasilkan material fotokatalis TiO_2 -Gd berfasa tunggal, yaitu anatas. Modus vibrasi khas dari TiO_2 anatas terdeteksi pada bilangan gelombang 144, 196, 396, 517, dan 639 cm^{-1} . Penambahan dopan Gd^{3+} menyebabkan adanya aglomerasi pada permukaan material fotokatalis TiO_2 . Komposisi TiO_2 -Gd 0,4% memiliki nilai reflektansi yang paling rendah dan nilai kenaikan absorpsi yang paling tinggi di daerah sinar tampak dibandingkan dengan TiO_2 tanpa doping dan komposisi lain. Hal ini mengindikasikan bahwa komposisi TiO_2 -Gd 0,4% merupakan komposisi yang paling potensial diaplikasikan di daerah sinar tampak.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi PL (*Photoluminescence Spectroscopy*) untuk mengetahui pengaruh dopan Gd^{3+} terhadap laju rekombinasi elektron dan *hole* dalam sampel.
2. Perlu dilakukan karakterisasi dengan XPS untuk mengetahui muatan elektron valensi yang masuk ke dalam kisi kristal TiO_2 .
3. Perlu dilakukan uji aktivitas lebih lanjut pada daerah sinar UV dan sinar tampak pada material fotokatalis terhadap degradasi metilen biru.
4. Pemilihan dopan logam tanah jarang yang memiliki jari-jari lebih kecil atau mendekati Ti (perbedaan jari-jari $\leq 15\%$) agar substitusi dapat terjadi secara optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Antic, Z., Krasmanovic, R. M. Nikolic, M. G., Marinovic-Cincovic, M., Mitric, M., Polizzi, S., dan Dramicanin, M. D. 2012. Multisite Luminescence of Rare Earth Doped TiO₂ Anatase Nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 135(2-3): 1064-1069.
- Arutanti, O., Abdullah, M., Khairurrijal, K., dan Mahfudz, H. 2009. Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂). *Journal Nanosains Nanoteknologi*, Edisi Khusus: 2-4.
- Banerjee, A. N, Joo, S. W, dan Min Bong-Ki. 2012. Photocatalytic Degradation of Organic Dye by Sol-Gel Derived Gallium-Doped Anatase Titanium Oxide Nanoparticles for Enviromental Remediation. *Journal of Nanomaterials*, 2012: 1-4.
- Chen, R. F., C. X. Zhang, J. Deng, dan G. Q. Song. 2009. Preparation and Photocatalytic Activity of Cu²⁺ Doped TiO₂/SiO₂. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 16: 220-225.
- Chen, X dan Mao S.S. 2007. Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, And Applications. *Chemical Reviews*, 10 (7): 2891-2959.
- Cheng, X. Q., Ma, C. Y., Yi, X. Y., Yuan, F., Xie, Y., Hu, J. M., Hu, B. C., dan Zhang, Q. Y. 2016. Structural, Morphological, Optical and Photocatalytic Properties of Gd-Doped TiO₂ Films. *Thin Solid Films*, 615: 13-18.
- Cherepy, N.J., Smestad, G. P., Gratzel, M., dan Zhang, J.Z. 1997. Ultrafast Electron Injection: Implication For a Photoelectrochemical Cell Utilizing an Antocyanin Dye-Sensitized TiO₂ Nanocrystalline Electrode. *The Journal of Physical Chemistry B*, 101(1): 9342-9351.
- Choi, J., Park, H., dan Hofmann, M.R. 2009. Combinatorial Doping of TiO₂ with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V) and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Material Research*, 25(1): 149-158.
- Deng, Q. R., Xia, X. H., Guo, M. L., Gao, Y., dan Shao, G. 2011. Mn Doped TiO₂ Nanopowders with Remarkable Visible Light Photocatalytic Activity. *Materials Letters*, 65(13): 2051-2054.
- Diebold. A, 2003. *The Surface Science of Titanium Oxide*. Australia: Tulane University Press.

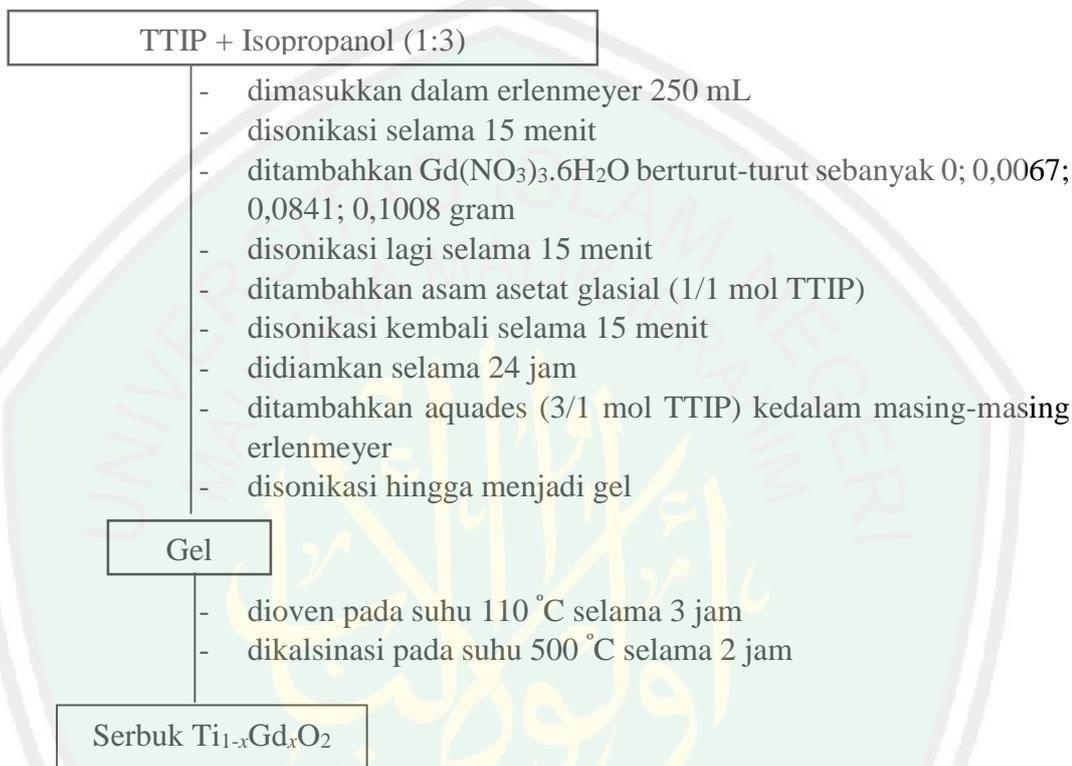
- Eddy, D. R., Dwiyantri, D., Rahayu, I., Hastiawan, I., dan Bahti, H. H. 2016. Synthesis of Gadolinium Doped Titanium (IV) Oxide and Their Photocatalytic Activity to Decrease Chemical Oxygen Demand (COD) Value of Water Pollutans. *Prosiding AIP Conference*: 030003-1-03000-6.
- Effendi. M. dan Bilalodin. 2012. Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂ Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating. *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY*. ISSN: 0853-0823.
- Effendy. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing.
- El-Bahy, Z. M., Ismail, A. A., dan Mohammed, R. M. 2008. Enhancement of Titania by Doping Rare Earth for Photodegradation of Organic Dye (Direct Blue). *Journal of Hazardous Materials*, 166(1): 138-143.
- Ettireddy, P. R., Ettireddy, N., Mamedov, S., Boolchand, P., dan Smirniotis, P. G. 2007. Surface Characterization Studies of TiO₂ Supported Manganese Oxide Catalysts for Low Temperature SCR of NO with NH₃. *Applied Catalysis B: Environmental*, 76(1-2): 123-134.
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang Press.
- Fujishima, A., Rao, T. N., dan Tryk D. A. 2000. Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*.1: 1-21.
- Fujishima, A., Zhang, X., dan Tryk D.A. 2008. TiO₂ Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Report*, 63(12): 515-582.
- Hafez, H. S., Saif, M., McLeskey, J. T. Jr., Abdel-Mottaleb, M. S. A., Yahia, I. S., Story, T., dan Knofl, W. 2009. Hydrothermal Preparation of Gd³⁺-Doped Titanate Nanotubes: Magnetic Properties and Photovoltaic Performance. *International Journal of Photoenergy* : 1-8.
- Hoffmann. M.R., Martin, S.T., Choi, W., dan Bahnemann, D. W. 1995. Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis : *Chemical Reviews*, 95(1): 69-96.
- Hutomo, Dennie Widya. 2012. Sintesis Dan Karakteristik Fotokatalis Mn²⁺-ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*: Universitas Indonesia.
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Kahattha, C., Wongpisutpaisan, N., Vittayakorn, N., dan Pecharapa, W. 2013. Physical Properties of V-doped TiO₂ Nanoparticles Synthesized by Sonochemical-Assisted Process. *Ceramics International*, 39: 389-393.

- Katsir I. 2005. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 8*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Kurniawan, C. 2009. *Pengenalan Analisis Kristal: XRD dan SEM*. Semarang: Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang 95(1): 69-96.
- Li, F. B., Li, X. Z., Hou, M. F., Cheach, K. W., dan Choy, W. C. H. 2005. Enhanced Photocatalytic Activity Of Ce^{3+} - TiO_2 For 2-Mercaptobenzothiazole Degradation in Aqueous Suspension for Odour Control. *Applied Catalysis A: General*, 285(1-2): 181-189.
- Linsebigler, A. L., Lu, G., dan Yates, J. T. 1995. Photocatalysis on TiO_2 Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*, 95(3): 735-758.
- Maryani, Y., Kustiningsih, I., Rakhma, Y.M., dan Nufus, H. 2010. Uji Aktivitas Beberapa Katalis Pada Proses Degradasi Senyawa Aktif Deterjen Secara Fotokatalisis. *Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses* ISSN.1411-4216. Bandung.
- Mohammed, M. A., Shitu, A., dan Ibrahim, A. 2014. Removal of Methylene Blue using Low Cost Adsorbent : A Review. *Research Journal of Chemical Sciences*, 4(1): 91-102.
- Neppolian, B., Wang, Q., Jung, H., dan Choi, H. 2007. Ultrasonic-Assisted Sol-Gel Method of Preparation of TiO_2 Nanoparticles: Characterization, Properties and 4-Chlorophenol Removal Application. *Ultrasonics Sonochemistry*, 15(4): 649-658.
- Padmini E. dan Miranda L.R. 2013. Nanocatalyst From Sol-Sol Doping of TiO_2 with Vanadium and Cerium and Its Application for 3,4 Dichloroaniline Degradation using Visible Light. *Chemical Engineering Journal*, 232: 249-258.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis menggunakan Film TiO_2 . *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Pinjari, D. V., Prasad, K., Gogate, P. R., Mhaske, S.T., dan Pandit A.B. 2015. Synthesis of Titanium Dioxide by Ultrasound Assisted Sol-gel Technique: Effect of Calcination and Sonication Time. *Ultrasonics Sonochemistry*, 23: 185-191.
- Reddy, B. M., Sreekanth, P. M., dan Reddy, P. E. 2002. Surface Characterization of La_2O_3 - TiO_2 and V_2O_5 / La_2O_3 - TiO_2 Catalysts. *Journals Physics and Chemistry*, 106: 5695-5700.
- Saja, S. Al-Taweel., dan Saud, H. R. 2016. New Route for Synthesis of Pure Anatase TiO_2 Nanoparticles Via Ultrasound-Assisted Sol-Gel Method. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 8(2): 620-626.

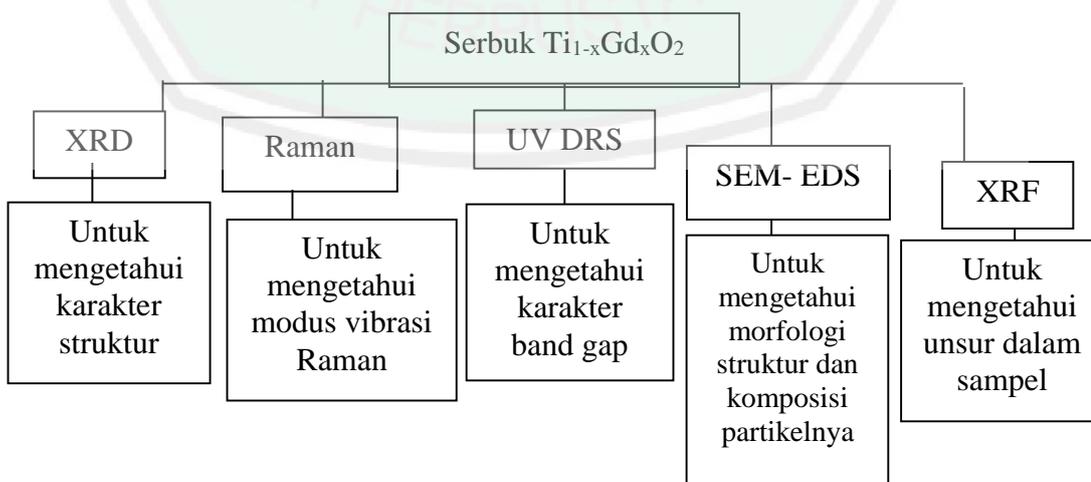
- Shihab, M.Q. 2005. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Thuy, N. M., Van, D. Q., Thi, L., dan Hai, H. 2012. The Visible Light Activity of the TiO_2 and $\text{TiO}_2\text{:V}^{4+}$ Photocatalyst. *Nanomaterials and Nanotechnology*, 2: 1-8.
- Xu, Jingjing., Ao, Yanhui., Fu, Degang., dan Yuan, Chunwei. 2009. Synthesis of Gd-Doped TiO_2 Nanoparticles Under Mild Condition and Their Photocatalytic Activity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 334(1-3): 107-111.
- Yuwono, A.H. 2010. Teknik Sintesis Bottom-Up: Fabrikasi Nanopartikel Oksida Inorganik dengan Proses Sol-Gel dan Surfactant Templating. *Workshop MNI*. Depok: Departemen Metalurgi dan Material Universitas Indonesia.
- Zaleska, A. 2008. Doped- TiO_2 : A Review. *Recent Patent on Engineering*, 2(3): 157-164.
- Zhang, J., Wu, W., Yan, S., Chu, G., Zhao, S., dan Wang, X, Li, C. 2015. Enhanced Photocatalytic Activity for The Degradation of Rhodamine B by TiO_2 Modified with Gd_2O_3 Calcined at High Temperature. *Applied Surface Science*, 344: 249-256.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

L.1.1 Sintesis $Ti_{1-x}Gd_xO_2$ ($x= 0; 0,004; 0,005; 0,006$) dengan Metode Sol-Gel Soinikasi

L.1.2 Karakterisasi Fotokatalis



Lampiran 2. Perhitungan dalam Sintesis Material Fotokatalis
L.2.1 Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan (TTIP dan Gd(NO₃)₃·6H₂O)

Diketahui :

Mr TTIP : 284,22 gr/mol

ρ TTIP : 0,967 gr/cm³

Target Sintesis : 3 gram

L.2.1.1 Menghitung % massa Ti 100 %

$$\begin{aligned} \text{massa TTIP} &= \frac{\text{Ar Ti}}{\text{Mr TiO}_2} \times \frac{\text{Mr TIP}}{\text{Ar Ti}} \times 3 \text{ gr} \\ &= \frac{47,9}{79,86} \times \frac{284,22}{47,9} \times 3 \text{ gr} \\ &= 10,6705 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{10,6705 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 11,0346 \text{ mL}$$

$$\text{Ti (gr)} = \text{massa TIP (gr)} \times \frac{\text{Ar (Ti)}}{\text{Mr TIP}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 10,6705 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 1,7979 \text{ gr}$$

L.2.1.2 Menghitung % massa Ti 99,6 %

$$\begin{aligned} \text{massa TTIP} &= \frac{0,996 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,996}\text{Gd}_{0,004}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TTIP}}{\text{Ar Ti}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,996 \times 47,9}{(0,996 \times 47,9) + (0,004 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 3 \text{ gram} \\ &= 10,5726 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{10,5726 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 10,9334 \text{ mL}$$

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

$$\text{Ti (gr)} = 10,5726 \text{ gram} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 1,78148 \text{ gram}$$

L.2.1.3 Menghitung % massa Gd 0,4 %

$$\begin{aligned} \text{massa Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{0,004 \times Ar \text{ Gd}}{Mr \text{ Ti}_{0,996}\text{Mn}_{0,004}\text{O}_2} \times \frac{\text{Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{Ar \text{ Gd}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,004 \times 157,26}{(0,996 \times 47,9) + (0,004 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{451,36}{157,25} \times 3 \text{ gram} \\ &= 0,06716 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

$$\text{Gd (gr)} = 0,06716 \text{ gram} \times \frac{157,25 \text{ g/mol}}{451,36 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Gd (gr)} = 0,0234 \text{ gram}$$

L.2.1.4 Menghitung % massa Ti 99,5 %

$$\begin{aligned} \text{massa TTIP} &= \frac{0,995 \times Ar \text{ Ti}}{Mr \text{ Ti}_{0,995}\text{Gd}_{0,005}\text{O}_2} \times \frac{Mr \text{ TTIP}}{Ar \text{ Ti}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,995 \times 47,9}{(0,995 \times 47,9) + (0,005 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 3 \text{ gram} \\ &= 10,5468 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{10,5468 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 10,9067 \text{ mL}$$

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

$$\text{Ti (gr)} = 10,5468 \text{ gram} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 1,777 \text{ gram}$$

L.2.1.5 Menghitung % massa Gd 0,5 %

$$\begin{aligned} \text{massa Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{0,005 \times \text{Ar Gd}}{\text{Mr Ti}_{0,995}\text{Mn}_{0,005}\text{O}_2} \times \frac{\text{Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Gd}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,005 \times 157,26}{(0,995 \times 47,9) + (0,005 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{451,36}{157,25} \times 3 \text{ gram} \\ &= 0,0841 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

$$\text{Gd (gr)} = 0,0841 \text{ gram} \times \frac{157,25 \text{ g/mol}}{451,36 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Gd (gr)} = 0,0293 \text{ gram}$$

L.2.1.6 Menghitung % massa Ti 99,4 %

$$\begin{aligned} \text{massa TTIP} &= \frac{0,994 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,994}\text{Gd}_{0,006}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TTIP}}{\text{Ar Ti}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,996 \times 47,9}{(0,994 \times 47,9) + (0,006 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 3 \text{ gram} \\ &= 10,5217 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{10,5217 \text{ gram}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 10,8808 \text{ mL}$$

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

$$\text{Ti (gr)} = 10,5217 \text{ gram} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Ti (gr)} = 1,773 \text{ gram}$$

L.2.1.7 Menghitung % massa Gd 0,6 %

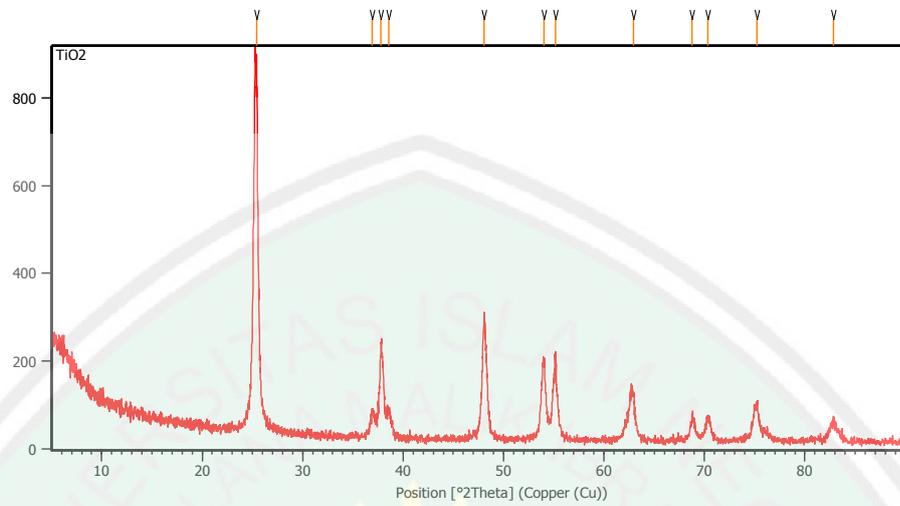
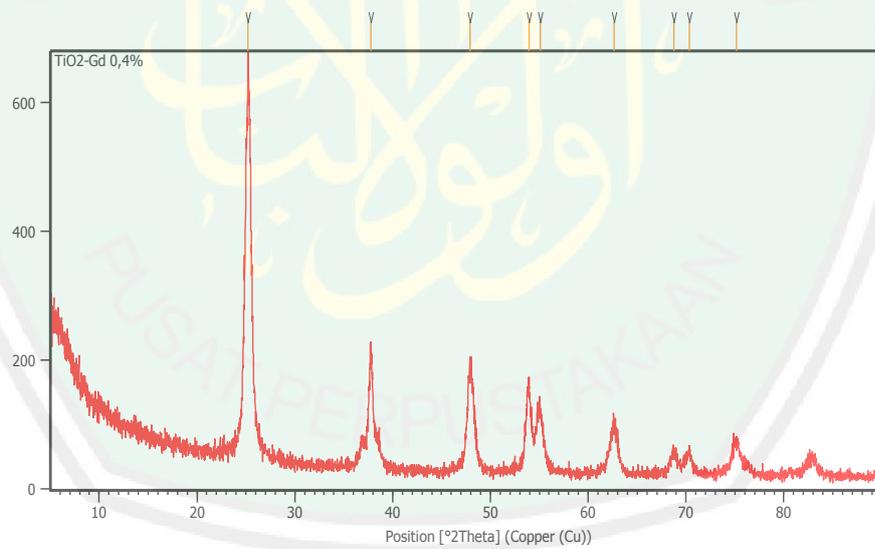
$$\begin{aligned} \text{massa Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \frac{0,006 \times \text{Ar Gd}}{\text{Mr Ti}_{0,994}\text{Mn}_{0,006}\text{O}_2} \times \frac{\text{Gd(NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Gd}} \times 3 \text{ gram} \\ &= \frac{0,006 \times 157,26}{(0,994 \times 47,9) + (0,006 \times 157,25) + (2 \times 16)} \times \frac{451,36}{157,25} \times 3 \text{ gram} \\ &= 0,1008 \text{ gram} \end{aligned}$$

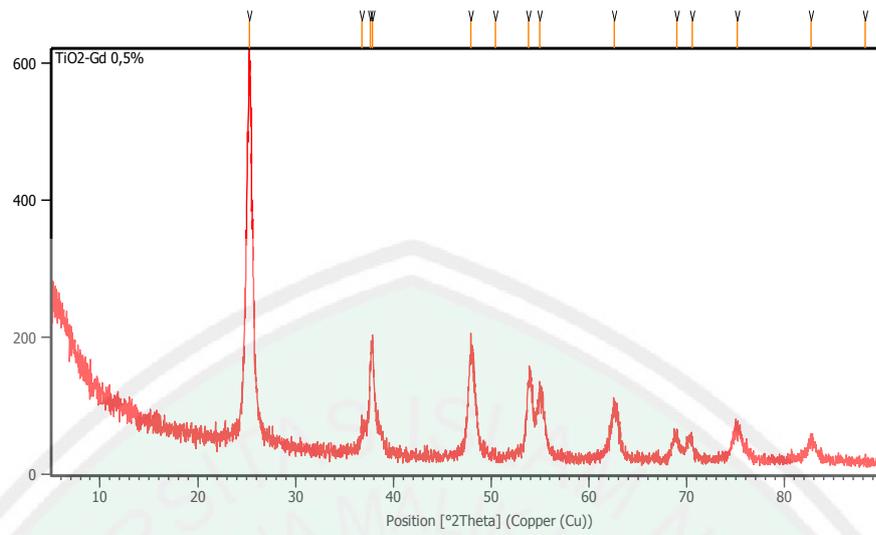
$$Gd \text{ (gr)} = \text{garam (gram)} \times \frac{Ar \text{ (Gd)}}{Mr \text{ (garam)}}$$

$$Gd \text{ (gr)} = 0,1008 \text{ gram} \times \frac{157,25 \text{ g/mol}}{451,36 \text{ g/mol}}$$

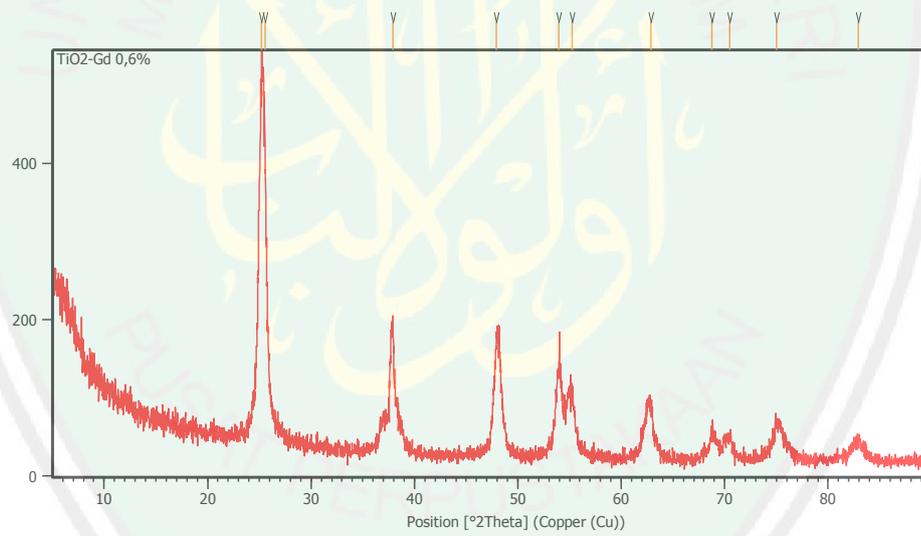
$$Gd \text{ (gr)} = 0,035 \text{ gram}$$



Lampiran 3. Hasil Karakterisasi menggunakan XRDGambar L.3.1 Hasil difraktogram TiO_2 Gambar L.3.2 Hasil difraktogram $\text{TiO}_2\text{-Gd } 0,4\%$

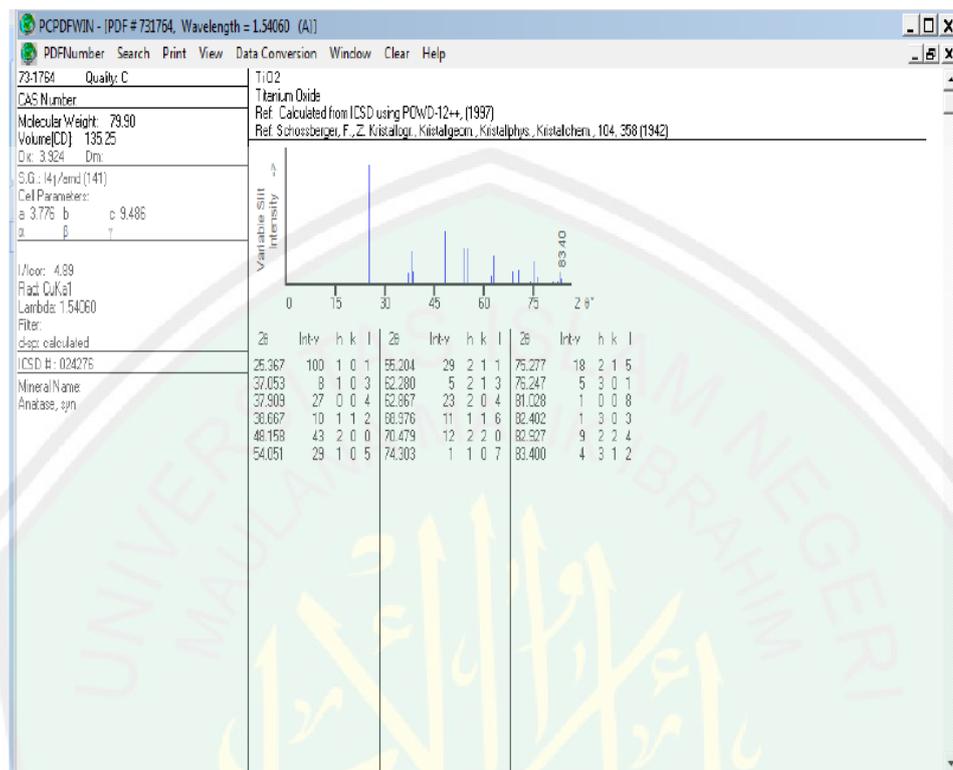


Gambar L.3.3 Hasil difraktogram TiO₂-Gd 0,5%

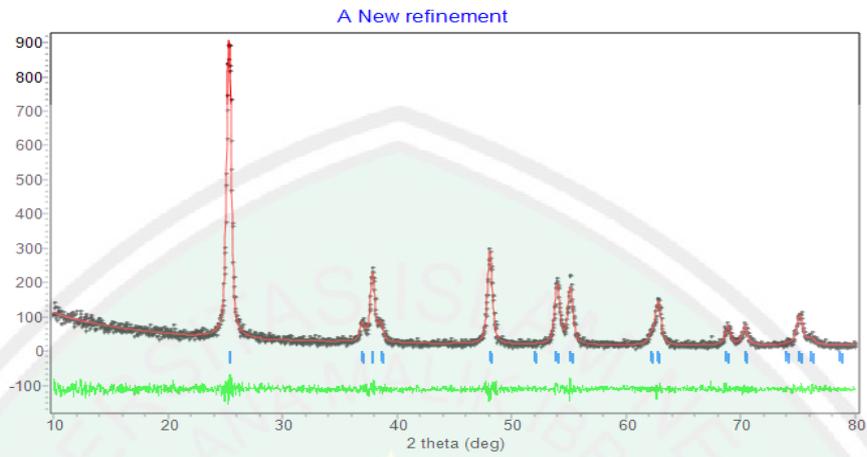


Gambar L.3.4 Hasil difraktogram TiO₂-Gd 0,6%

Lampiran 4. Data JCPDS Standar Anatas

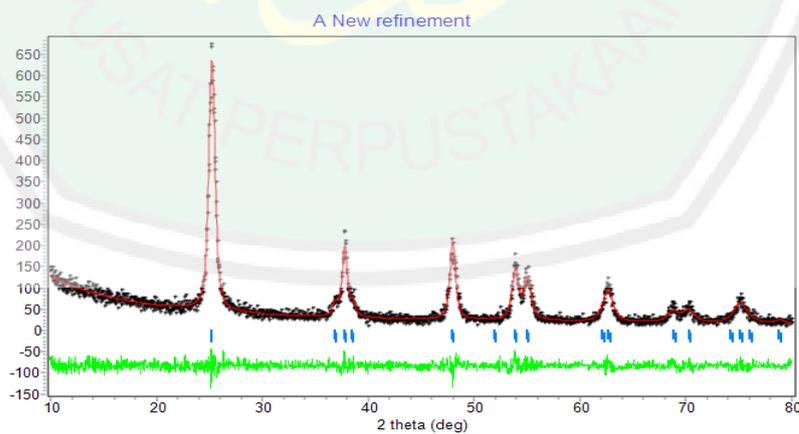


Lampiran 5. *Refinement Data* menggunakan Metode Le Bail dengan Program *Rietica*



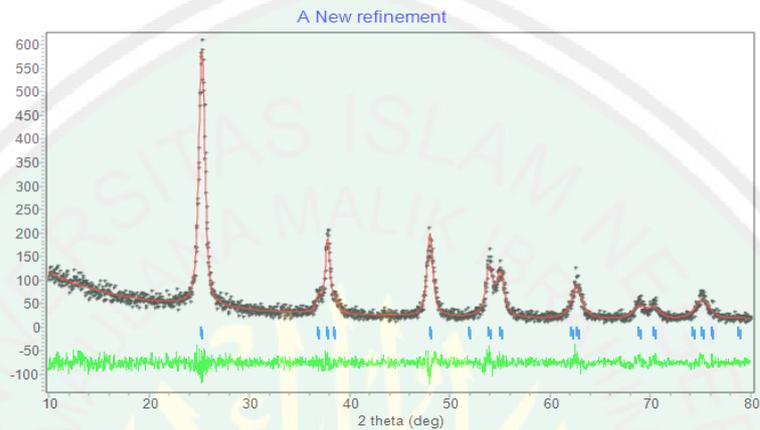
Gambar L.5.1 Plot hasil *refinement* TiO_2

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght
1	10.75	8.99	126.01	5.21	26.74	*****	1.912
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION		
0.1187E+05	0.1105E+06	0.1105E+06	0.2909E+05	0.1131E+00	0.2294E+18		



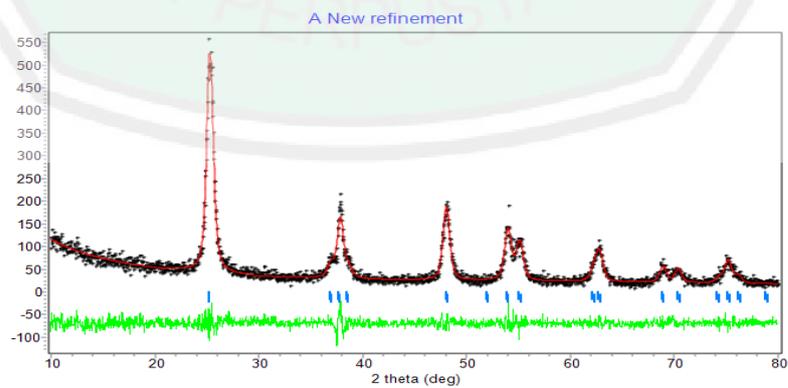
Gambar L.5.2 Plot hasil *refinement* $\text{TiO}_2\text{-Gd } 0,4\%$

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.01	9.37	123.25	6.51	27.09	*****	1.966	2086
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION			
0.1316E+05	0.1195E+06	0.1196E+06	0.2842E+05	0.1195E+00	0.9095E+16			



Gambar L.5.3 Plot hasil *refinement* TiO₂-Gd 0,5%

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.31	9.72	133.95	6.63	28.81	*****	1.904	2083
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION			
0.1291E+05	0.1142E+06	0.1142E+06	0.2510E+05	0.1139E+00	0.2567E+18			



Gambar L.5.4 Plot hasil *refinement* TiO₂-Gd 0,6%

Hist	Rp	Rwp	Rp(-b)	Rwp(-b)	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	11.26	10.12	126.72	7.42	30.37	*****	1.813	2083
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSSQ	GOF	CONDITION			
0.1253E+05	0.1113E+06	0.1113E+06	0.2259E+05	0.1111E+00	0.2570E+18			



Lampiran 6. Hasil Perhitungan Ukuran Kristal dengan Persamaan Debye-Scherrer

1. TiO₂

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54056}{0,007586589 \cos 12.6479181}$$

$$= 182,155 \text{ \AA} \sim 18,2155 \text{ nm}$$

2. TiO₂-Gd 0,4%

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54056}{0.002918456 \cos 12.6144955}$$

$$= 474,544 \text{ \AA} \sim 47,4544 \text{ nm}$$

3. TiO₂ -Gd 0,4%

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54056}{0.002334067 \cos 12.63825}$$

$$= 592,510 \sim 59,2510 \text{ nm}$$

4. TiO₂-Gd 0,6%

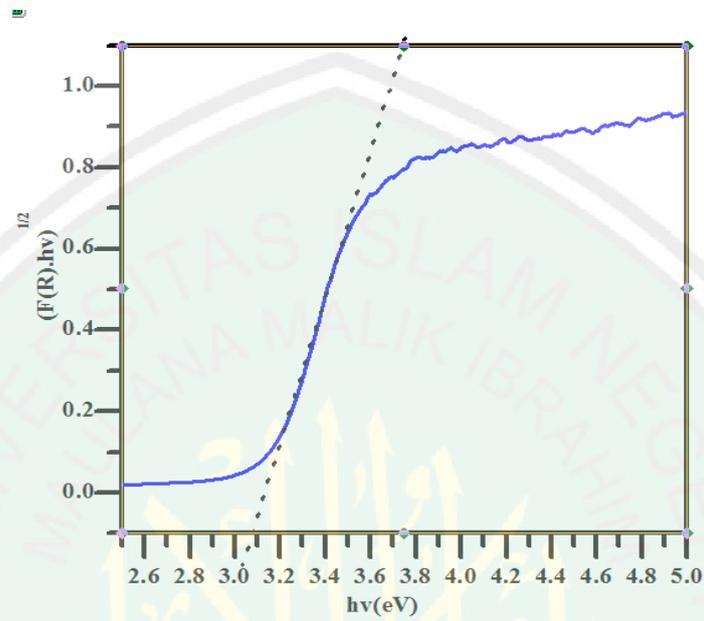
$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$D = \frac{0.9 \times 1.54056}{0.004668133 \cos 12.6005}$$

$$= 296,849 \sim 29,6849 \text{ nm}$$

Lampiran 7. Hasil Penentuan Energi Celah Pita dengan Persamaan Kubelka-Munk

L.7.1 TiO₂



Gambar L.7.1 Nilai *band gap* TiO₂

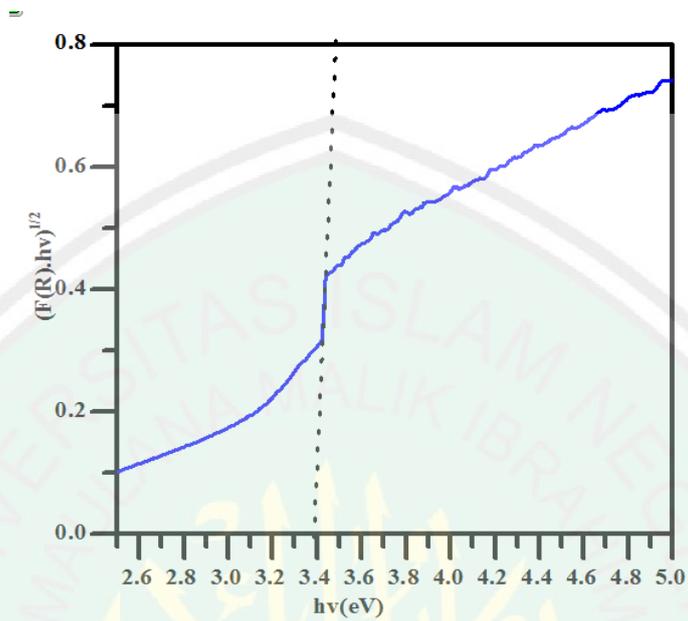
Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

Nilai celah pita pada saat $y=0$

$$\lambda = \frac{h\cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm}\cdot\text{s}}{3,1 \text{ eV}} = 400,26 \text{ nm}$$

L.7.2 TiO₂-Gd 0,4%



Gambar L.7.2 Nilai *band gap* TiO₂-Gd 0,4%

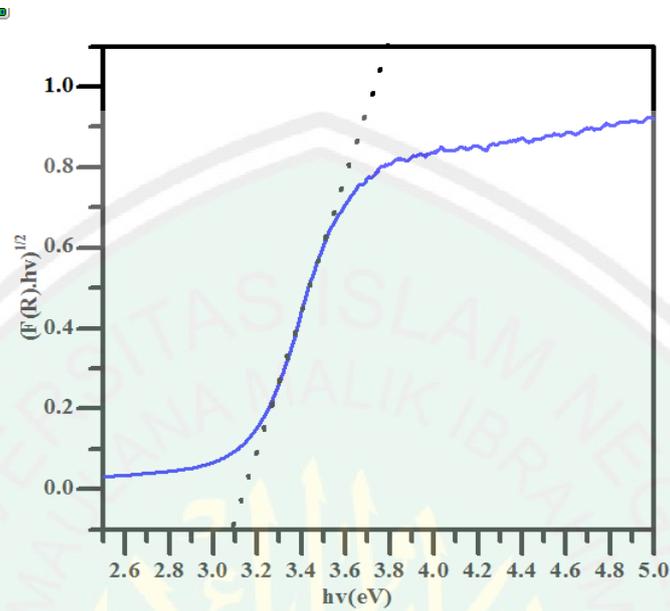
Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J.s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s}$$

Nilai celah pita pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,38 \text{ eV}} = 367,10 \text{ nm}$$

L.7.3 TiO₂-Gd 0,5%



Gambar L.7.3 Nilai *band gap* TiO₂-Gd 0,5%

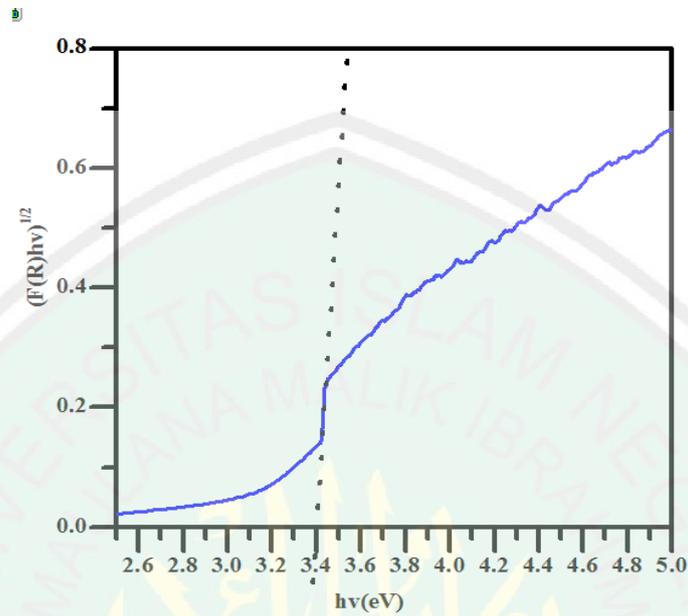
Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

Nilai celah pita pada saat $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmls}}{3,09 \text{ eV}} = 401,56 \text{ nm}$$

L.7.4 TiO₂-Gd 0,6%



Gambar L.7.4 Nilai *band gap* TiO₂-Gd 0,6%

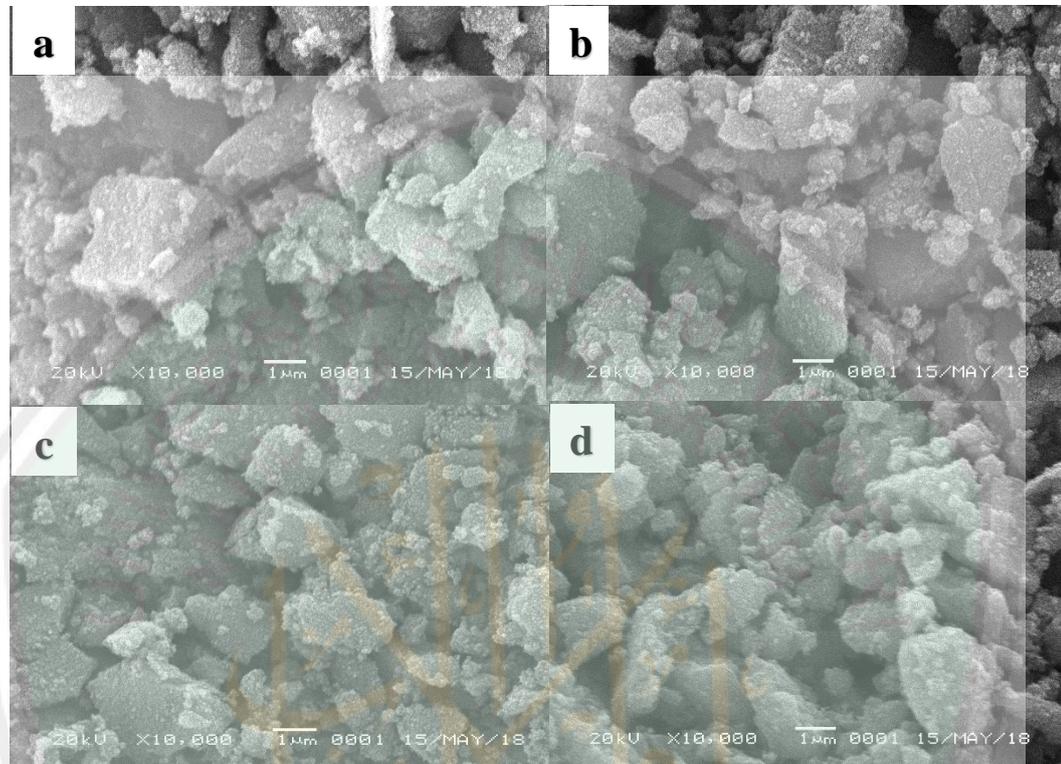
Diketahui:

$$h = \frac{6,626 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{1,602 \times 10^{-19} \text{ J}} \times 1 \text{ eV} = 4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$$

Nilai celah pita pada saat $y=0$

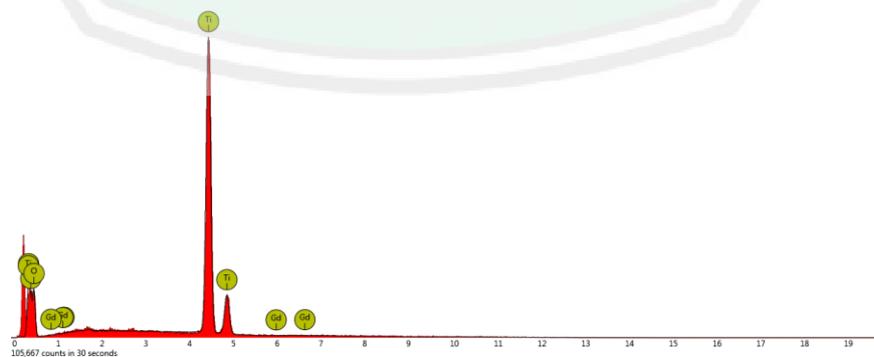
$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmls}}{3,4 \text{ eV}} = 365 \text{ nm}$$

Lampiran 8. Hasil Analisis menggunakan SEM-EDS
L.8.1 Analisis SEM dengan perbesaran 10.000x

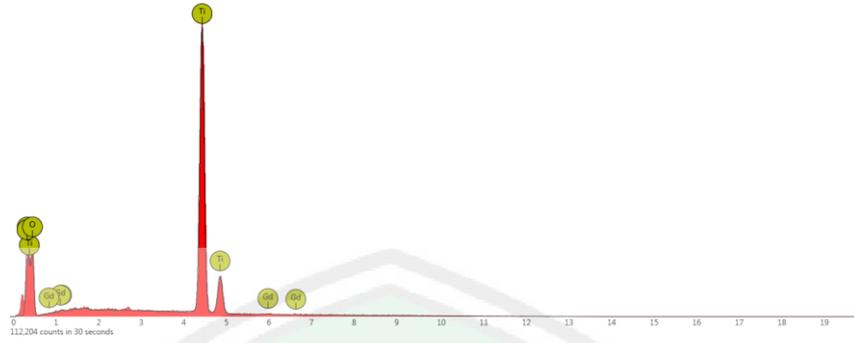


Gambar L.8.1 Hasil karakterisasi (a) TiO₂, (b) TiO₂-Gd 0,4%, (c) TiO₂-Gd 0,5%, dan (d) TiO₂-Gd 0,6%

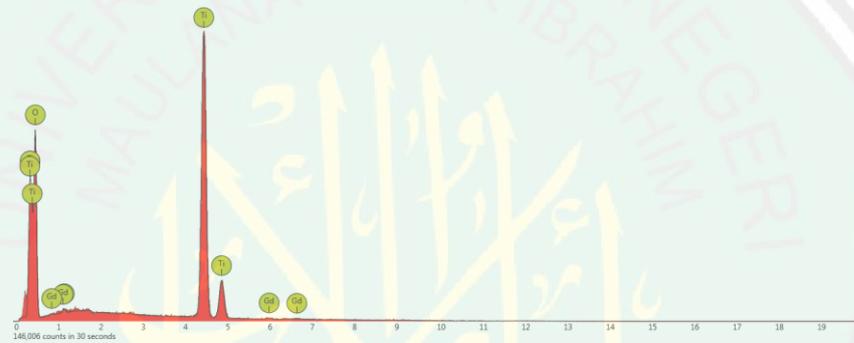
L.8.2 Analisis dengan EDS



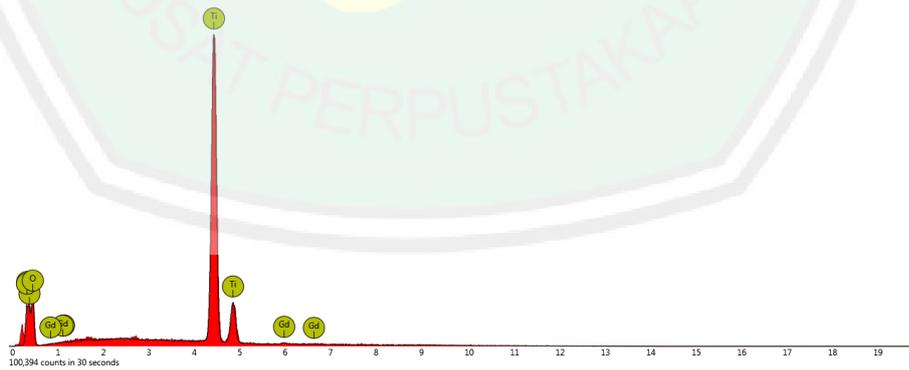
Gambar L.8.2.1 Hasil karakterisasi EDS TiO₂



Gambar L.8.2.2 Hasil karakterisasi EDS TiO₂-Gd 0,4%



Gambar L.8.2.3 Hasil karakterisasi EDS TiO₂-Gd 0,5%



Gambar L.8.2.4 Hasil karakterisasi EDS TiO₂-Gd 0,6%