

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) DIEMBANKAN PADA
NaX MESOPORI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI DENGAN
VARIASI KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{-V} : \text{NaX}$**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MALIH ATSABITI
NIM. 15630066



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) DIEMBANKAN PADA
NaX MESOPORI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI DENGAN
VARIASI KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MALIH ATSABITI
NIM. 15630066

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) 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
2019**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) DIEMBANKAN PADA
NaX MESOPORI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI DENGAN
VARIASI KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MALIH ATSABITI
NIM. 15630066

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 11 Desember 2019

Pembimbing I

Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Pembimbing II

Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008



**Mengesahkan,
Ketua Jurusan**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) DIEMBANKAN PADA
NaX MESOPORI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI DENGAN
VARIASI KOMPOSISI $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX**

SKRIPSI

Oleh:
AHMAD MALIH ATSABITI
NIM. 15630066

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 11 Desember 2019

Penguji Utama : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc
LB. 68004

Sekretaris Penguji : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Anggota Penguji : Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)



Mengesahkan,
Ketua Jurusan

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

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ahmad Malih Atsabiti

NIM : 15630066

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) Diembankan pada NaX Mesopori Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai dengan peraturan yang berlaku.

Malang, 11 Desember 2019
Yang Membuat Pernyataan,



Ahmad Malih Atsabiti
NIM. 15630066

MOTTO

“مَتَى أَعْطَاكَ أَشْهَدَكَ بِرِّهِ، وَمَتَى مَنَعَكَ أَشْهَدَكَ قَهْرِهِ”

“ketika Allah SWT mengabulkan **(memberi)** keinginanmu, maka sesungguhnya Dia sedang memperlihatkan sifat **Rahmaan Rahiim**

(kasih sayang)-Nya kepadamu,

dan ketika Allah SWT belum mengabulkan **(menolak)**

keinginanmu, maka sesungguhnya Dia sedang menunjukkan sifat

Jabbaar Mutakabbir (kekuasaan)-Nya kepadamu.”

HALAMAN PERSEMBAHAN

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

Segala puji hanya bagi Allah SWT, Tuhan semesta alam, atas segala limpahan rahmat dan nikmat-nikmat beserta segala tambahannya. Segala puji bagi-Mu sebanding dengan kemuliaan dan keagungan kekuasaan-Mu. Maha suci Engkau, tiada mampu kami memuji-Mu sebagaimana Engkau memuji dzat-Mu sendiri.

Shalawat dan salam yang terbesar dan mencakup segalanya, teramat suci dan luas jangkauannya, terhaturkan kepada baginda Rasulullah Muhammad SAW yang dengan seksama memenuhi kewajiban penghambaan kepada Tuhannya, dengan menyandang segala sifat sempurna, dan bersungguh-sungguh dalam berbakti kepada Ilahi serta menghadapkan diri pada-Nya dengan sebaik-baik dan sesempurna cara. Shalawat rahmat yang mengukuhkan jalinan ikatan dengan pribadinya bagi si pembaca sholawat atas dirinya, menjadikan hatinya terang benderang tersentuh Nur kecintaan dan kerinduan kepadanya, dan memasukkannya dengan inayah Allah SWT ke dalam kelompoknya. Shalawat dan Salam terus menerus mengalir tiada hentinya selama hembusan angin mengharumi mayapada menyebar sebutan indah mereka semuanya.

Teruntuk Bapak Kisom Fuddin, S.Ag dan Ibu Aliyul Rohmatin, kedua orang tuaku tercinta beserta segenap keluargaku yang selalu mendukung baik secara moril maupun materil, senantiasa memberikan do'a, perhatian, dan kasih sayang yang luar biasa, merawat dan membesarkan dengan cinta, serta mendidik dan menasihati dengan kasih sayang yang tiada terkira. Semoga Allah SWT

senantiasa memberikan rahmat, nikmat, serta balasan dengan sebaik-baik balasan di dunia maupun di akhirat.

Kepada seluruh teman-temanku dan semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah memberikan bantuan motivasi, informasi, dan masukannya kepada penulis selama penyusunan skripsi ini yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu. Semoga Allah SWT memberikan keberkahan atas usaha yang kita lakukan dalam menuntut ilmu selama ini.



KATA PENGANTAR

السَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَحْمَةُ اللَّهِ وَبَرَكَاتُهُ

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq, serta Hidayah-Nya yang tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO_2 -V (0,3%) DIEMBANKAN PADA NaX MESOPORI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI DENGAN VARIASI KOMPOSISI TiO_2 -V : NaX”**. Sholawat tak lupa Salam semoga senantiasa mengalun indah dan tulus terucap kepada Nabi Muhammad SAW, keluarganya, sahabatnya, dan para umat serta pengikutnya.

Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu kriteria kelulusan yang ada di jurusan Kimia. Skripsi ini juga dapat disusun tidak lain karena adanya dukungan, motivasi, serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap guna menguntai sedikit makna kebahagiaan yang telah penulis rasakan. Pada kesempatan ini dengan segenap ketulusan hati Saya menghaturkan banyak terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua dan juga keluarga besar penulis yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, do'a, serta dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin dapat terbalaskan.
2. Ibu Nur Aini, M.Si, Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, dan Bapak Dr. H. Ahmad Barizi, M.A selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan arahan dengan penuh kesabaran dan kearifan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

3. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si dan Ibu Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc selaku konsultan yang juga dengan penuh kearifan dan kesabaran telah memberikan arahan dan pengetahuan tambahan.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M. Si selaku ketua jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, serta wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2015, khususnya Kimia B fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi, informasi, dan masukannya kepada penulis.
7. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penyusunan skripsi ini yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khazanah ilmu pengetahuan bagi banyak pihak. Amin Ya Robbal ‘Alamin.

وَالسَّلَامُ عَلَيْكُمْ وَرَحْمَةُ اللَّهِ وَبَرَكَاتُهُ

Malang, 11 Desember 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR PERSAMAAN	xvii
ABSTRAK	xviii
ABSTRACT	xix
المخلص	xx
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	8
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat	9
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Bahan Semikonduktor TiO ₂ sebagai Material Fotokatalis	10
2.2 Titanium Dioksida (TiO ₂) Sebagai Fotokatalis	14
2.3 Pengembangan TiO ₂ pada NaX Mesopori	20
2.4 Sintesis dan Pengembangan Material Fotokatalis Menggunakan Metode Sonikasi	23
2.5 Material Fotokatalis: Cahaya dan Lingkungan dalam al-Quran	28
 BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	33
3.2 Alat dan Bahan	33
3.2.1 Alat	33
3.2.2 Bahan	33
3.3 Rancangan Penelitian	34
3.4 Tahapan Penelitian	34
3.5 Prosedur Kerja	35
3.5.1 Sintesis NaX Mesopori	35
3.5.2 Sintesis Material Fotokatalis	35
3.5.2.1 Sintesis TiO ₂ -V (0,3%)	35
3.5.2.2 Sintesis TiO ₂ -V/NaX Variasi Komposisi	36
3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan XRD	37
3.5.4 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan UV-Vis DRS	37

3.5.5 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N ₂).....	38
3.5.6 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan SEM-EDX	39

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis NaX Mesopori Menggunakan Metode Hidrotermal.....	40
4.2 Sintesis TiO ₂ -V (0,3%) Menggunakan Metode Sonikasi	43
4.3 Pengembangan TiO ₂ -V (0,3%) pada NaX Mesopori Menggunakan Metode Sonikasi.....	46
4.4 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan XRD	47
4.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan UV-Vis DRS	56
4.6 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N ₂).....	61
4.7 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan SEM-EDX.....	68
4.8 Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis Berdasarkan Perspektif Islam.....	77

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	79
5.2 Saran	80

DAFTAR PUSTAKA.....	81
LAMPIRAN	88

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir	88
Lampiran 2	Perhitungan Sintesis Material	91
Lampiran 3	Dokumentasi Proses Sintesis Material	97
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	98
Lampiran 5	Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS.....	112
Lampiran 6	Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N ₂	118
Lampiran 7	Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX	126



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Mekanisme kerja reaksi fotokatalisis	10
Gambar 2.2	Struktur kristal dari TiO ₂ dengan fasa yang berbeda: (A) <i>anatase</i> , (B) <i>rutile</i> , (C) <i>brookite</i> , (D) TiO ₂ (B).....	11
Gambar 2.3	Spektra XRD dari 0,3% M-TiO ₂ pada suhu 400 °C (A: fase <i>anatase</i> , R: fase <i>rutile</i>)	15
Gambar 2.4	Spektra fluoresensi dari TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ berbagai konsentrasi.....	17
Gambar 2.5	Spektra UV-Vis DRS dari TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ berbagai konsentrasi pada suhu pemanasan 400 °C	18
Gambar 2.6	Spektra Raman dari TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ berbagai konsentrasi pada suhu pemanasan 400 °C	19
Gambar 2.7	Kerangka struktur dari zeolit A, sodalit, dan faujasit	20
Gambar 2.8	Difraktogram dari zeolit NaX, (b) 7%TiO ₂ /NaX, dan (c) 28%TiO ₂ /NaX	21
Gambar 2.9	Spektra FTIR dari 13X, HX, dan TiO ₂ /HX.....	22
Gambar 2.10	Mekanisme dari proses kavitas akustik.....	24
Gambar 2.11	Hasil gambar FESEM dari material fotokatalis: (a) TiO ₂ /CLT(S), (b) TiO ₂ /CLT(I), (c) TiO ₂ /CLT(US), dan (d) TiO ₂ /CLT(UI).....	27
Gambar 4.1	Proses sintesis NaX mesopori: (a) hasil pelarutan NaOH dalam akuades, (b) hasil penambahan γ -Al ₂ O ₃ dalam larutan NaOH, (c) proses pengadukan dengan <i>magnetic stirrer</i>	41
Gambar 4.2	Interaksi antara aluminosilikat dan CTAB.....	42
Gambar 4.3	Proses sintesis TiO ₂ -V (0,3%): (a) hasil pelarutan TTIP dan V(acac) ₃ dalam isopropanol, (b) proses sonikasi, (c) hasil pencampuran larutan TTIP dan larutan V(acac) ₃ , (d) hasil setelah penambahan akuades	43
Gambar 4.4	(a) reaksi hidrolisis TTIP oleh H ₂ O, (b) reaksi hidrolisis Ti(OR) ₃ (OH) oleh H ₂ O, dan (c) reaksi kondensasi Ti(OH) ₄	44
Gambar 4.5	Pembentukan ikatan kovalen Ti-O-Si dan Ti-O-Al antara TiO ₂ dan zeolit	47
Gambar 4.6	Difraktogram NaX mesopori.....	47
Gambar 4.7	Difraktogram NaX mesopori hasil <i>refinement</i>	49
Gambar 4.8	Difraktogram TiO ₂ -V (0,3%)	50
Gambar 4.9	Hasil perbesaran difraktogram TiO ₂ -V (0,3%) dan standar TiO ₂ anatas pada posisi 2 θ (°) 23 sampai 51	51
Gambar 4.10	Difraktogram dari TiO ₂ -V (0,3), NaX mesopori, 5%TiO ₂ -V/NaX, 10%TiO ₂ -V/NaX, dan 15%TiO ₂ -V/NaX	52
Gambar 4.11	Plot hasil DRS TiO ₂ -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi antara reflektansi dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200 – 800 nm dan (b) 220 – 460 nm	57
Gambar 4.12	Plot hasil DRS TiO ₂ -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi antara faktor Kubelka-Munk (<i>F(R)</i>) dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200 – 800 nm dan (b) 220 – 460 nm.....	58

Gambar 4.13	Penentuan nilai energi celah pita $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi.....	60
Gambar 4.14	Isoterm absorpsi-desorpsi N_2 dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 5% $\text{TiO}_2\text{-V}$	62
Gambar 4.15	Penentuan luas permukaan menggunakan BET dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 5% $\text{TiO}_2\text{-V}$	63
Gambar 4.16	Distribusi ukuran pori dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 5% $\text{TiO}_2\text{-V}$	64
Gambar 4.17	Morfologi permukaan partikel dari (a) $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dan (b) NaX Mesopori pada perbesaran 5000x dan 20.000x	68
Gambar 4.18	Morfologi permukaan dari (a) padatan non pori, (b) padatan berpori, (c) partikular, dan (d) partikel katalis tersupport.....	70
Gambar 4.19	Morfologi permukaan partikel dari (a) 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, (b) 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan (c) 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ pada perbesaran 5000x dan 20.000x.....	71
Gambar 4.20	Distribusi ukuran partikel hasil analisis menggunakan <i>software ImageJ</i> dari (a) NaX mesopori, (b) $\text{TiO}_2\text{-V}$, (c) 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, (d) 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan (e) 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	74
Gambar L.3.1	Proses sintesis NaX mesopori: (a) hasil pelarutan NaOH dalam akuades, (b) hasil penambahan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam larutan NaOH, (c) proses pengadukan dengan <i>magnetic stirrer</i>	97
Gambar L.3.2	Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%): (a) hasil pelarutan TTIP dan $\text{V}(\text{acac})_3$ dalam isopropanol, (b) proses sonikasi, (c) hasil pencampuran larutan TTIP dan larutan $\text{V}(\text{acac})_3$, (d) hasil setelah penambahan akuades.....	97
Gambar L.4.1	Difraktogram $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%).....	99
Gambar L.4.2	Difraktogram NaX Mesopori	100
Gambar L.4.3	Difraktogram 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ Mesopori	101
Gambar L.4.4	Difraktogram 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ Mesopori	102
Gambar L.4.5	Difraktogram 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ Mesopori	103
Gambar L.4.6	Plot hasil <i>refinement</i> $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)	104
Gambar L.4.7	Plot hasil <i>refinement</i> NaX mesopori.....	105
Gambar L.4.8	Plot hasil <i>refinement</i> 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ mesopori.....	106
Gambar L.4.9	Plot hasil <i>refinement</i> 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ mesopori.....	108
Gambar L.4.10	Plot hasil <i>refinement</i> 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ mesopori.....	110
Gambar L.5.1	Nilai energi celah pita TiO_2 Anatas SA	112
Gambar L.5.2	Nilai energi celah pita TiO_2 (0,3%)	113
Gambar L.5.3	Nilai energi celah pita TiO_2 (0,3%)	114
Gambar L.5.4	Nilai energi celah pita 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	115
Gambar L.5.5	Nilai energi celah pita 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	116
Gambar L.5.6	Nilai energi celah pita 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	117
Gambar L.6.1	Penentuan luas permukaan pada NaX Mesopori.....	124
Gambar L.6.2	Penentuan luas permukaan pada 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	125
Gambar L.7.1	Morfologi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x	126
Gambar L.7.2	Morfologi NaX Mesopori pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x	126

Gambar L.7.3	Morfologi 5%TiO ₂ -V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x	127
Gambar L.7.4	Morfologi 10%TiO ₂ -V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x	127
Gambar L.7.5	Morfologi 15%TiO ₂ -V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x	128
Gambar L.7.6	Distribusi ukuran partikel dari NaX Mesopori.....	128
Gambar L.7.7	Distribusi ukuran partikel dari TiO ₂ -V (0,3%)	129
Gambar L.7.8	Distribusi ukuran partikel dari 5%TiO ₂ -V/NaX	129
Gambar L.7.9	Distribusi ukuran partikel dari 10%TiO ₂ -V/NaX.....	130
Gambar L.7.10	Distribusi ukuran partikel dari 15%TiO ₂ -V/NaX.....	130



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Data kristalografi dari polimorf TiO_2	12
Tabel 4.1	Data Kristalografi TiO_2 -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi hasil <i>refinement</i> menggunakan metode <i>Le Bail</i>	55
Tabel 4.2	Hasil penentuan energi celah pita TiO_2 -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi	60
Tabel 4.3	Hasil karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2	66
Tabel 4.4	Ukuran partikel dari TiO_2 -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi	72
Tabel 4.5	Data hasil EDX TiO_2 -V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi	75
Tabel L.2.1	Perbandingan komposisi TiO_2 -V/NaX.....	94
Tabel L.2.2	Volume/Massa Prekursor pada Pengembangan TiO_2 -V/NaX.....	96
Tabel L.4.1	Spesifikasi instrumen XRD	98
Tabel L.4.2	Data XRD TiO_2 -V (0,3%)	99
Tabel L.4.3	Data XRD XRD NaX Mesopori	100
Tabel L.4.4	Data XRD 5% TiO_2 -V/NaX Mesopori.....	101
Tabel L.4.5	Data XRD 10% TiO_2 -V/NaX Mesopori.....	102
Tabel L.4.6	Data XRD 15% TiO_2 -V/NaX Mesopori.....	103

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1	Persamaan Kubelka-Munk.....	37
Persamaan 4.1	Reaksi hidrolisis TEOS.....	42
Persamaan 4.2	Reaksi pelarutan alumina.....	42
Persamaan 4.3	Reaksi hidrolisis alumina.....	42
Persamaan 4.4	Gabungan reaksi alumina dengan NaOH dan air	42
Persamaan 4.5	Gabungan reaksi hidrolisis TEOS dan alumina	42
Persamaan 4.6	Reaksi proses nukleasi.....	42
Persamaan 4.7	Reaksi proses kristalisasi	42



ABSTRAK

Atsabit, Ahmad Malih. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi TiO₂-V (0,3%) Diembankan pada NaX Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Komposisi TiO₂-V : NaX**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Pembimbing II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A, Konsultan: Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc.

Kata kunci : TiO₂, Vanadium, NaX Mesopori, Metode Hidrotermal, Metode Sonikasi

Titanium dioksida (TiO₂) terdoping vanadium (0,3%) telah berhasil diembankan pada NaX mesopori dengan menggunakan metode sonikasi. TiO₂ mempunyai energi celah pita yang cukup lebar, yaitu sekitar 3,0 – 3,2 eV. Besarnya energi celah pita tersebut membuat aktivitas fotokatalitik TiO₂ menjadi kurang efektif bekerja pada daerah sinar tampak. Selain itu, TiO₂ juga mempunyai daya adsorpsi yang lemah terhadap polutan organik, sehingga dapat berpengaruh terhadap aktivitas fotokatalitiknya. Upaya untuk mereduksi energi celah pita dan meningkatkan kemampuan adsorpsi dari TiO₂ dapat dilakukan dengan penambahan dopan logam transisi, seperti vanadium dan pengembanan pada material berpori, seperti zeolit.

NaX mesopori disintesis dengan metode hidrotermal, sedangkan proses sintesis TiO₂-V (0,3%) dan pengembanan dilakukan menggunakan metode sonikasi. Adapun komposisi dari TiO₂-V (0,3%) yang diembankan yaitu, sebesar 5, 10, dan 15%. Material hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS), Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N₂), dan *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

Proses pengembanan TiO₂-V (0,3%) pada NaX mesopori dengan berbagai variasi komposisi berhasil dilakukan tanpa menyebabkan perubahan struktur maupun transformasi fasa pada TiO₂-V dan juga NaX mesopori yang cenderung stabil. Adapun komposisi TiO₂-V : NaX mesopori dengan perbandingan 15 : 85 menghasilkan energi celah pita yang paling rendah dibandingkan dengan komposisi lain, yaitu sebesar 3,11 eV, sehingga komposisi tersebut menjadi paling potensial untuk diaplikasikan pada daerah sinar tampak dibandingkan dengan komposisi lain. Hasil karakterisasi menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N₂ menunjukkan bahwa proses pengembanan 15%TiO₂-V pada NaX mesopori dengan metode sonikasi terbukti mampu meningkatkan luas permukaan spesifik dari TiO₂ murni yang semula hanya sebesar 33,6 m²/g menjadi 91,535 m²/g. Adapun hasil morfologi permukaan dari sampel 5%TiO₂-V/NaX dan 10%TiO₂-V/NaX yang diperoleh yaitu, sama-sama berbentuk sferik, sedangkan morfologi dari sampel 15%TiO₂-V/NaX yang dihasilkan adalah agak lonjong. Ketiga sampel tersebut sama-sama memiliki kandungan komposisi unsur Na, Al, Si, Ti, O, dan C.

ABSTRACT

Atsabiti, Ahmad Malih. 2019. **Synthesis and Characterization of TiO₂-V (0.3%) Supported to NaX Using Sonication Method with TiO₂-V : NaX Composition Variation.** Essay. Chemistry Department, Science and Technology Faculty, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A, Co-Supervisor: Febi Yusniyanti, S.Si., M.Sc.

Keywords : TiO₂, Vanadium, Mesoporous NaX, Hydrothermal Method, Sonication Method

Vanadium (0.3%) doped titanium dioxide (TiO₂) has been successfully supported to mesoporous NaX using sonication method. TiO₂ photocatalyst has a fairly wide band gap energy, which is around 3.0 – 3.2 eV. The magnitude of the band gap energy makes photocatalytic activity of TiO₂ less effective in working on visibel light regions. In addition, TiO₂ has a weak adsorption capacity of organic pollutants, which can affect the photocatalytic activity. Efforts to reduce band gap energy and increase the adsorption capacity of TiO₂ can be done by adding transition metal dopants, such as vanadium and supporting of TiO₂ to porous materials, such as zeolite.

Mesoporous NaX was synthesized by the hydrothermal method, while the TiO₂-V (0.3%) synthesis process and the supporting process were carried out using the sonication method. The composition of TiO₂-V (0.3%) which is supported among others, 5, 10, and 15%. The synthesized materials are then characterized using X-Ray Diffraction (XRD), UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS), Nitrogen (N₂) Adsorption-Desorption, and Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).

The supporting process of TiO₂-V (0.3%) to mesoporous NaX with composition variation was successfully carried out without changing the structure or phase transformation of TiO₂-V and also mesoporous NaX which tend to be stable. The composition of TiO₂-V : NaX with a ratio of 15 : 85 produces the lowest band gap energy compared to other compositions, which is 3.11 eV, so that the composition is the most potential to be applied in the visible light compared to other compositions. The characterization results using N₂ Adsorption-Desorption showed that the supporting process of TiO₂-V to mesoporous NaX with sonication method was proven to be able to increase the specific surface area of pure TiO₂ which was originally only 33.6 m²/g to 91.535 m²/g. The surface morphology results from 5%TiO₂-V/NaX and 10%TiO₂-V/NaX samples obtained are, in spherical shape, while the morphology of 15%TiO₂-V/NaX sample produced is rather oblong. The three samples equally contain the composition of the elements Na, Al, Si, Ti, O, and C.

الملخص

الثابتي، أحمد مالح. ٢٠١٩. توليف وتوصيف ثاني أكسيد التيتانيوم-الفاناديوم (٣٪، ٠) المدعوم ل-NaX المسام المتوسط بطريق الصوتنة باختلاف التكوين ثاني أكسيد التيتانيوم-الفاناديوم : NaX. مقال. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرقة الأولى: راحماتوني نينجسيه، الماجستير، المشرف الثاني: الدكتور الحاج بارز، الماجستير، المشرف المشارك: فيبي يوسنياتي، البكالوريوس، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: ثاني أكسيد التيتانيوم، فاناديوم، NaX المسام المتوسط، طريق الحرارة المائية، طريق الصوتنة

تم دعم ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) المتحد بالفاناديوم (٣٪، ٠) بنجاح ل-NaX المسام المتوسط بطريق الصوتنة. يمتلك TiO_2 طاقة فجوة الفرقية كبيرة جدا، هو ٣،٢ - ٣،٠ eV. حجم طاقة فجوة الفرقية يسبب نشاط التحفيز الضوئي ل- TiO_2 أقل فعالية في العمل على مناطق الضوء المرئي. وبالإضافة إلى ذلك، فإن TiO_2 لديه قدرة إمتصاص ضعيفة للملوثات العضوية، وبالتالي يمكن أن تؤثر على نشاط التحفيز الضوئي. يمكن المجهود للحد طاقة فجوة الفرقية ولتحسين قدرة الإمتصاص ل- TiO_2 عن طريق إضافة معادن انتقالية، مثل الفاناديوم ودعم TiO_2 للمواد المسامية، مثل الزيوليت.

تم توليف NaX المسام المتوسط بطريق الحرارة المائية، في حين عملية التوليف TiO_2 -V و عملية الدعم بطريقة الصوتنة. تكوين TiO_2 -V المدعوم هو ٥، ١٠، و ١٥٪. ثم وصف المواد التوليفية باستخدام حيود الاشعة السينية (XRD)، والتحليل الطيفي الانعكاس المنتشر (UV-Vis DRS)، وامتصاص النيتروجين (N_2)، والمجهر الإلكتروني المسحي - الاشعة السينية المشتتة للطاقة (SEM-EDX).

تم عملية الدعم من TiO_2 -V (٣٪، ٠) ل-NaX المسام المتوسط باختلافات التكوين بنجاح دون التسبب في التغييرات الهيكلية من TiO_2 -V و NaX المسام المتوسط الذي يميل إلى أن يكون مستقرا. ينتج عن تكوين TiO_2 -V: NaX بنسبة ١٥ : ٨٥ أقل طاقة فجوة الفرقية مقارنة بالتراكيب الأخرى، هو ٣،١١ eV، بحيث يكون التكوين هو الأكثر المحتملة لتطبيقه على الضوء المرئي مقارنة بالتراكيب الأخرى. أظهرت نتائج التوصيف باستخدام امتصاص النيتروجين (N_2) أن عملية الدعم من TiO_2 -V ل-NaX المسام المتوسط

بطريقة الصوتنة قد أثبتت أنها قادرة على زيادة المساحة السطحية المحددة ل- TiO_2 النقي والتي كانت في الأصل فقط ٣٣،٦ m^2/g إلى ٩١،٥٣٥ m^2/g . ينتج التشكل المورفولوجيا السطحي من عينتان ٥٪- TiO_2 V/NaX

و ١٠٪- TiO_2 -V/NaX المنتجة هي، كروي، في حين أن التشكل المورفولوجيا من عينة ١٥٪- TiO_2 V/NaX المنتجة هي، يضاوي إلى حد ما. تحتوي العينات الثلاثة جميعها على محتوى العناصر Na و Al

Si

و
و Ti و O و C.



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

TiO₂ merupakan salah satu bahan semikonduktor yang secara luas telah banyak digunakan sebagai material fotokatalis. Penggunaan TiO₂ sebagai material fotokatalis terbukti mampu menjadi solusi yang tepat guna mengatasi berbagai permasalahan lingkungan antara lain, degradasi zat warna (Cao, 2017), degradasi polutan (Li, 2015), dan pemurnian udara dalam ruangan (Ouwehand, 2017). Di sisi lain, material TiO₂ juga mampu menjadi solusi dalam mengatasi masalah keterbatasan energi seperti, reduksi CO₂ menjadi bahan bakar (Xie, 2017); serta dapat diaplikasikan dalam bidang kesehatan seperti, disinfeksi bakteri *escherichia coli* (Thakare, 2017).

Material TiO₂ mempunyai potensi yang besar untuk dimanfaatkan sebagai material fotokatalis karena mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan dengan bahan semikonduktor lainnya antara lain, mempunyai aktivitas fotokatalitik dan stabilitas termal yang tinggi, harga yang relatif murah, serta tidak beracun (Khaki, 2017). Akan tetapi, dibalik beberapa keunggulannya tersebut, TiO₂ juga mempunyai kelemahan yang dapat menurunkan aktivitasnya sebagai material fotokatalis. Salah satunya yaitu mempunyai energi celah pita yang dinilai terlalu besar, yakni sebesar 3,0 eV untuk fasa *rutile* dan 3,2 eV untuk fasa *anatase* (Barakat, 2016). Hal ini membuat aktivitas fotokatalitiknya menjadi kurang aktif bekerja pada daerah sinar tampak (*visible*) dan hanya cenderung aktif bekerja pada daerah sinar UV (*ultraviolet*).

Adanya proses rekombinasi pasangan elektron-*hole* selama reaksi fotokatalisis berlangsung juga membuat aktivitasnya menjadi kurang efisien. Park (2013) melaporkan bahwa material TiO₂ mengalami rekombinasi pasangan electron-*hole* pada selang waktu antara 10 – 100 ns setelah terjadinya proses eksitasi elektron. Laju rekombinasi yang terlalu cepat tersebut mengakibatkan jumlah elektron yang dapat berdifusi ke permukaan material fotokatalis menjadi semakin berkurang, sehingga dapat menurunkan kemampuan degradasinya terhadap senyawa target. Selain itu, kemampuan TiO₂ sebagai material fotokatalis juga dinilai kurang efektif akibat daya adsorpsinya yang lemah. Hal ini dipengaruhi oleh luas permukaan dari material TiO₂ yang relatif kecil, yakni sebesar 33,6 m²/g (Zhang, 2013), sehingga dapat menurunkan laju degradasinya terhadap senyawa target.

Beberapa penelitian telah membuktikan bahwa penggunaan dopan pada material TiO₂ secara efektif mampu menurunkan besarnya energi celah pita, serta dapat meminimalisir terjadinya proses rekombinasi pasangan elektron-*hole*. Proses pendopingan dengan logam transisi terbukti mampu meningkatkan respon dari material TiO₂ pada daerah sinar tampak dan juga secara efektif dapat menghambat terjadinya rekombinasi pasangan elektron-*hole* (Rauf, 2011). Beberapa logam transisi yang berpotensi untuk digunakan sebagai dopan antara lain, Ag (Aydin, 2018), Fe (Ambati, 2017), Cu (Dahlan, 2017), Ni, V, Cr, dan juga Pt (Choi, 2009). Kubacka (2008) melaporkan bahwa doping beberapa jenis logam (V, Mo, Nb, dan W) pada struktur TiO₂ *anatase* secara signifikan dapat meningkatkan absorptivitasnya pada sinar tampak dibandingkan dengan TiO₂ murni (tanpa doping). Kurang dari 5% doping vanadium yang ditambahkan

mampu menghasilkan penurunan energi celah pita yang paling signifikan dibandingkan dengan ketiga jenis doping lainnya (Mo, Nb, dan W), serta menunjukkan aktivitas yang paling optimum dalam proses fotoeliminasi toluena hingga mencapai 95%.

Logam vanadium dinilai menjadi kandidat yang potensial untuk dijadikan sebagai doping mengingat jari-jari ion V^{3+} (0,78 Å) yang hampir sama dengan jari-jari ion Ti^{4+} (0,745 Å) pada kisi TiO_2 (Choi, 2009). Doping vanadium dengan konsentrasi rendah terbukti mampu menurunkan energi celah pita dari TiO_2 secara signifikan, serta tidak sampai merusak struktur asli dari material TiO_2 itu sendiri. Choi (2009), melaporkan bahwa sebanyak 0,3% vanadium yang ditambahkan mampu menggeser aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 yang asalnya hanya aktif pada $\lambda \sim 400$ nm menjadi aktif pada rentang $400 < \lambda < 700$ nm.

Pengembangan TiO_2 pada material berpori dengan luas permukaan yang besar terbukti mampu meningkatkan daya absorpsi TiO_2 terhadap senyawa target dan juga secara efektif mampu mencegah terjadinya proses aglomerasi. Beberapa material berpori yang banyak digunakan sebagai pengembangan material fotokatalis TiO_2 antara lain, karbon aktif (Shi, 2010), silika, alumina (Sakthivel, 2002), lempung (Paul, 2012), serta zeolit (Zhang, 2013). Di antara material berpori lainnya, zeolit mempunyai keunikan dan keunggulan tersendiri untuk diaplikasikan sebagai bahan pendukung fotokatalis.

Allah berfirman dalam al-Quran surat ali-Imran (3) ayat 190.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِلافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَبْصَارِ

Artinya : “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.” (QS. ali-Imran (3): 190).

Lafadz إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ menjelaskan bahwa dalam *ihwal* ketinggian dan keluasan langit maupun diantara keduanya seperti lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, dan lain-lain terdapat tanda-tanda kekuasaan yang besar (Katsir, 2010). Kemudian penggalan ayat لَا يَاتِ لَأُولَى الْأَلْبَابِ dijelaskan dengan makna *tadzakkur* (mengingat) dan *tafakkur* (berfikir) sehingga sampai kepada *khidmah* yang ada di balik proses mengingat dan berfikir tersebut, yaitu mengetahui, memahami, dan menghayati bahwa di balik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya sang pencipta, aturan-aturan yang dibuatnya, serta karunia dan berbagai manfaat yang terkandung di dalamnya (alam semesta). Seperti halnya pada zeolit yang diciptakan oleh Allah SWT dengan sangat melimpah di muka bumi dan mempunyai beragam manfaat yang dapat membantu dan memenuhi kebutuhan manusia.

Material zeolit mempunyai saluran serta pori-pori teratur dan juga seragam yang berguna dalam menjebak partikel TiO_2 , sehingga dapat menyebar secara merata ke seluruh pori-pori zeolit (Anandan, 2003). Colmenares (2013), melaporkan bahwa material fotokatalis Cr-TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit ($\text{Cr-TiO}_2/\text{ZeUI}$) memiliki selektivitas yang lebih tinggi dalam proses fotooksidasi glukosa menjadi asam glukonat dan asam glukarat dibandingkan dengan Cr-TiO_2 yang diimbangkan pada silika ($\text{Cr-TiO}_2/\text{SiO}_2$). $\text{Cr-TiO}_2/\text{ZeUI}$ menghasilkan selektivitas total untuk fotooksidasi glukosa sebesar 99,7%, sedangkan $\text{Cr-TiO}_2/\text{SiO}_2$ hanya menghasilkan selektivitas total untuk fotooksidasi glukosa sebesar 84,9%.

NaX merupakan salah satu jenis zeolit tipe faujasit (FAU) yang memiliki rasio Si/Al antara 1,2 – 1,5 (Kovo, 2009). NaX memiliki beberapa keunggulan

yang mendukung penggunaannya sebagai pengemban material fotokatalis, diantaranya bersifat *inert*, luas permukaan yang besar, serta stabilitas termal dan kimia yang tinggi (Wajima, 2008). Xu (1997), melaporkan bahwa NaX sebagai pengemban TiO₂ menunjukkan hasil lebih baik dibandingkan dengan NaY dalam proses fotodegradasi asetofenon. Di samping itu, TiO₂ yang diemban pada NaX menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil, yaitu sebesar 4,6 nm dibandingkan dengan pengembanan pada NaY yang menghasilkan ukuran partikel sebesar 6,5 nm. NaX juga telah banyak diaplikasikan sebagai pengemban TiO₂ dalam beberapa proses fotokatalisis di antaranya, degradasi zat warna *methyl orange* (Wang, 2010), hidrogenasi asetofenon menjadi fenil etanol (Lavorato, 2017), serta dalam proses fotodegradasi asetofenon dan toluena dalam air (Amereh, 2010). Torkian (2016), juga melaporkan bahwa TiO₂ yang diemban pada NaX dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya hingga mampu mendegradasi zat warna *orange G* mencapai 90% lebih besar dibandingkan dengan TiO₂ murni yang hanya mencapai 81,87%.

Ukuran dan keseragaman partikel fotokatalis juga dapat berpengaruh terhadap aktivitas dan efisiensinya. Ukuran partikel yang kecil dan seragam akan menghasilkan dispersi yang homogen dalam larutan serta menghasilkan luas permukaan yang besar, sehingga membuat aktivitas fotokatalitiknya menjadi semakin meningkat. Pemilihan metode sintesis yang tepat menjadi salah satu faktor yang perlu dipertimbangkan guna menghasilkan ukuran partikel yang kecil dan juga seragam. Beberapa metode sintesis yang banyak digunakan dan berpotensi untuk dikembangkan antara lain, metode sonikasi (Kahatta, 2013),

metode hidrotermal (Kamegawa, 2009), metode padatan (Neppolian, 2016), metode sol gel (Liu, 2014), serta metode imregnasi (Kamegawa, 2013).

Metode sonikasi mempunyai potensi yang besar untuk diaplikasikan mengingat prosesnya yang sederhana, efisien, serta ramah lingkungan. Di samping itu, adanya efek kavitasi akibat pancaran gelombang ultrasonik mampu menghasilkan material fotokatalis dengan ukuran partikel yang kecil dan juga seragam (Teh, 2017). Zunic (2014) melakukan sintesis nanopartikel Pt-TiO₂ dengan variasi metode yang berbeda yaitu, sol-presipitasi, sonikasi, dan juga hidrotermal. Proses sintesis dengan metode sonikasi menghasilkan material Pt-TiO₂ dengan ukuran partikel yang paling kecil (7 nm) dibandingkan dengan metode sol-presipitasi (14 nm) dan metode hidrotermal (16 nm). Hasil analisis BET juga menunjukkan bahwa luas permukaan dari material Pt-TiO₂ yang disintesis dari metode sonikasi (72 m²/g) lebih besar dibandingkan dengan metode sol-presipitasi (62 m²/g) dan metode hidrotermal (66 m²/g).

Pengembangan nanopartikel TiO₂ pada grafen dengan metode sonikasi menghasilkan ukuran rata-rata nanopartikel TiO₂ antara 4 – 5 nm yang dapat terdispersi secara homogen pada lembaran grafen, sehingga mampu menghambat terjadinya proses rekombinasi pasangan elektron-hole (Guo, 2011). Sene (2017) juga melaporkan bahwa penggunaan metode sonikasi pada pengembangan TiO₂ pada zeolit *clinoptilolite* menghasilkan material fotokatalis dengan morfologi yang seragam, dispersi yang homogen pada situs aktif zeolit, luas permukaan yang besar, serta menghasilkan interaksi yang kuat antara TiO₂ dan zeolit. Adanya perlakuan sonikasi pada pengembangan TiO₂ pada zeolit *clinoptilolite* dengan metode padatan dapat meningkatkan aktivitasnya dalam produksi hidrogen hingga

mencapai $569,88 \mu\text{mol h}^{-1}$ dibandingkan dengan tanpa perlakuan sonikasi yang hanya mencapai $282,48 \mu\text{mol h}^{-1}$.

Berdasarkan uraian di atas, maka akan dilakukan pengembanan material fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) pada NaX mesopori menggunakan metode sonikasi. Perubahan karakteristik material fotokatalis yang telah dihasilkan, dipelajari terhadap karakter struktur, serapan sinar dan energi celah pita, karakter partikel dan komposisi unsur, serta luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana karakter struktur dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V} : \text{NaX}$ mesopori,
2. Bagaimana serapan sinar dan energi celah pita dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V} : \text{NaX}$ mesopori,
3. Bagaimana karakter partikel dan komposisi unsur dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V} : \text{NaX}$ mesopori, serta
4. Bagaimana luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V} : \text{NaX}$ mesopori.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah yang diajukan, maka tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini antara lain:

1. Untuk mengetahui karakter struktur dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX mesopori,
2. Untuk mengetahui serapan sinar dan energi celah pita dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX mesopori,
3. Untuk mengetahui karakter partikel dan komposisi unsur dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX mesopori, serta
4. Untuk mengetahui luas permukaan spesifik dan distribusi ukuran pori dari TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX mesopori.

1.4 Batasan Masalah

1. Dopan vanadium yang ditambahkan adalah sebesar 0,3% rasio berat unsur,
2. Zeolit yang digunakan adalah NaX mesopori dengan rasio Si/Al sebesar 1,5,
3. Sintesis NaX mesopori dilakukan dengan metode hidrotermal, sedangkan pengembanan $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada NaX mesopori menggunakan metode sonikasi, serta
4. Variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori yang digunakan adalah sebesar 0% : 100%, 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85%, dan 100% : 0%.

1.5 Manfaat Penelitian

Diharapkan penelitian ini dapat memberikan referensi baru mengenai karakter struktur, serapan sinar dan energi celah pita, karakter partikel dan komposisi unsur, serta luas permukaan dan distribusi ukuran pori dari material fotokatalis TiO_2 terdoping vanadium (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori. Di sisi lain, diharapkan material fotokatalis yang dihasilkan dapat diaplikasikan untuk mengatasi berbagai masalah lingkungan dan juga untuk produksi energi terbarukan.

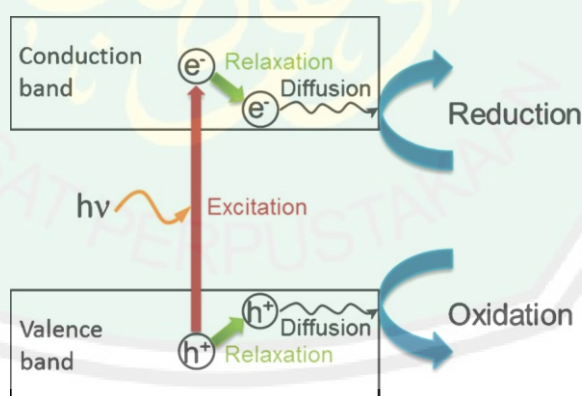


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Semikonduktor TiO_2 sebagai Material Fotokatalis

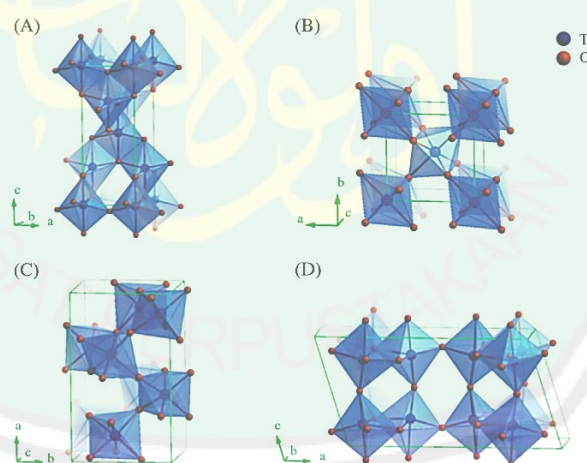
Bahan semikonduktor merupakan suatu material yang mempunyai pita valensi dan pita konduksi yang dipisahkan oleh energi celah pita antara 0 – 4 eV (Yu, 2010). Suatu bahan semikonduktor mempunyai kemampuan dalam menghasilkan pembawa muatan (*charge carriers*) ketika dikenai oleh suatu energi tertentu. Di sisi lain, adanya energi celah pita yang sesuai (antara 1,7 – 3,2 eV), daya absorpsi cahaya yang efisien, kemampuan mobilitas muatan yang tinggi, serta kestabilan kimianya yang tinggi membuat bahan semikonduktor dapat diaplikasikan sebagai material fotokatalis. Prinsip kerja material fotokatalis didasarkan pada pembentukan pasangan elektron-hole yang dihasilkan dari proses eksitasi elektron pada suatu material semikonduktor (Ramirez, 2015).



Gambar 2.1 Mekanisme kerja reaksi fotokatalisis (Nakata, 2012).

Gambar 2.1 menunjukkan serangkaian proses yang terjadi ketika suatu reaksi fotokatalisis berlangsung. Pada suhu 0 K, pita valensi dari bahan semikonduktor terisi penuh oleh elektron, sedangkan pita konduksinya kosong.

Ketika suatu bahan semikonduktor dikenai oleh cahaya dengan energi yang lebih besar atau minimal sama dengan energi celah pitannya, maka sebagian elektron pada pita valensi akan tereksitasi menuju ke pita konduksi. Hal ini menyebabkan pita konduksi yang semula kosong menjadi terisi oleh beberapa elektron dari pita valensi. Sedangkan pada pita valensi akan terbentuk *hole* akibat dari kekosongan yang ditinggalkan oleh elektron yang telah tereksitasi ke pita konduksi. Terbentuknya *hole* yang bermuatan positif pada pita valensi serta elektron yang bermuatan negatif pada pita konduksi akan menghasilkan pasangan elektron-*hole* yang dapat berdifusi menuju permukaan dari material semikonduktor. Selanjutnya, pasangan elektron-*hole* yang telah mencapai permukaan akan menginisiasi reaksi redoks dan bereaksi dengan senyawa target yang teradsorpsi pada permukaan material semikonduktor (Khaki, 2017).

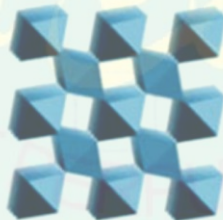


Gambar 2.2 Struktur kristal dari TiO_2 dengan fasa yang berbeda. (A) *anatase*, (B) *rutile*, (C) *brookite*, (D) TiO_2 (B) (Zong, 2018).

TiO_2 merupakan salah satu bahan semikonduktor tipe-n yang secara luas telah banyak diaplikasikan sebagai material fotokatalis. TiO_2 mempunyai pita valensi yang tersusun atas tumpang tindih dari orbital 2p atom O, sedangkan pita

konduksinya terbentuk dari tumpang tindih dari orbital 3d atom Ti (Zhong, 2018). TiO_2 bekerja aktif sebagai material fotokatalis dengan menyerap sinar pada $385 < \lambda < 410 \text{ nm}$ atau setara dengan energi celah pita antara $3,0 - 3,2 \text{ eV}$ ($\sim 3,0 \text{ eV}$ untuk *rutile* dan $\sim 3,2 \text{ eV}$ untuk *anatase*) (Barakat, 2016). TiO_2 mempunyai 4 (empat) struktur kristalin (polimorf) antara lain, *anatase* (tetragonal), *rutile* (tetragonal), *brookite* (orthorhombik), dan $\text{TiO}_2(\text{B})$ (monoklinik) (Gambar 2.2). Keempat polimorf tersebut sama-sama terdiri dari unit TiO_6 oktahedral, yang masing-masing struktur dibedakan dengan distorsi unit oktahedral serta distribusi sudut yang berbeda. Karakteristik dari masing-masing polimorf secara lengkap disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Data kristalografi dari polimorf TiO_2 (Barakat, 2016).

	Rutile	Anatase	Brookite
Crystallographic structure	Tetragonal	Tetragonal	Orthorhombic
Space group	$P4_2/mnm$	$I4_1/amd$	$Pcab$
Cell parameters (Å)	$a = 4,5933$ $b = -$ $c = 2,9592$	$a = 3,7852$ $b = -$ $c = 9,5139$	$a = 9,1819$ $b = 4,4558$ $c = 5,1429$
Z (molecules/cell)	2	4	8
Structure			
Ti coordination	6	6	6
Density	4,24	3,83	4,17
Ti-O distances (Å)	2 at 1,946 4 at 1,984	2 at 1,937 4 at 1,964	2 at 1,993 1 at 1,865 1 at 1,919 1 at 1,945 1 at 2,040

Rutile merupakan struktur kristal yang paling stabil dibandingkan dengan *anatase* dan juga *brookite* yang bersifat metastabil (Khaki, 2017). Kedua bentuk metastabil tersebut dapat bertransformasi menjadi *rutile* ketika dipanaskan pada suhu antara 600 – 700 °C dan bersifat *irreversible*. Proses transformasi *anatase* menjadi *rutile* dapat dipengaruhi oleh beberapa hal antara lain, metode sintesis, cacat oksigen, suhu dan waktu kalsinasi, serta adanya elemen tersubstitusi (Khatun, 2017). Di sisi lain, ukuran partikel dari TiO₂ juga dapat mempengaruhi kestabilan struktur kristalnya. Untuk *Rutile* stabil ketika ukuran partikel di atas 35 nm, sedangkan *anatase* stabil pada ukuran partikel di bawah 11 nm. Adapun *brookite* stabil untuk ukuran partikel antara 11 – 35 nm (Fujishima, 2008).

Baik *rutile* maupun *anatase* mampu menyerap cahaya pada daerah sinar UV. Akan tetapi, *rutile* dapat menyerap cahaya yang lebih dekat pada daerah sinar tampak dibandingkan dengan *anatase*. Meskipun demikian, *anatase* mempunyai aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi daripada *rutile*. Hal ini karena pita konduksi dari *anatase* mempunyai daya reduksi yang lebih kuat dibandingkan dengan *rutile* (Puma, 2008). Aktivitas fotokatalitik yang tinggi dari *anatase* juga juga dipengaruhi oleh kapasitas absorpsi oksigen yang lebih besar, laju rekombinasi lebih lambat, serta transfer muatan antarmukanya yang lebih cepat dibandingkan dengan *rutile* (Carp, 2004).

Di sisi lain, pengombinasian antara *anatase* dan sedikit persentase dari *rutile* terbukti mampu menghasilkan aktivitas fotokatalitik yang lebih tinggi dibandingkan dengan *anatase* murni saja. Hal ini disebabkan adanya interaksi yang sinergis antara *anatase* dan juga *rutile*, sehingga secara efektif meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya. Yan (2005), melaporkan bahwa material fotokatalis

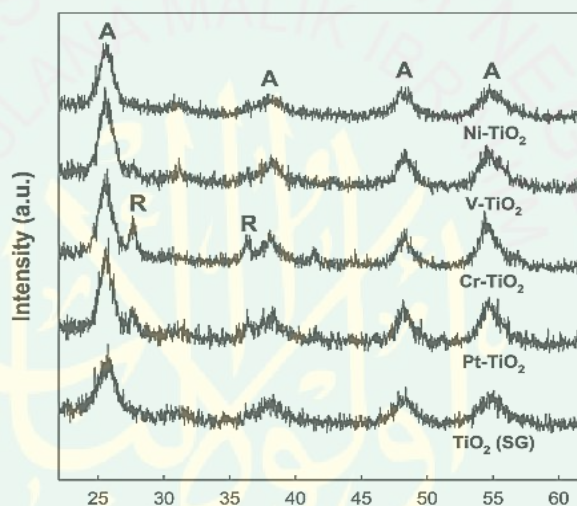
TiO₂ yang mengandung 74% anatase menunjukkan aktivitas fotokatalitik yang paling tinggi dalam proses degradasi biru metilen dibandingkan dengan TiO₂ yang mengandung 100% *rutile* maupun 100% *anatase*.

2.2 TiO₂ Terdoping Logam Vanadium

Penggunaan doping logam merupakan salah bentuk modifikasi yang banyak dilakukan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalitik dari material fotokatalis TiO₂. Sejumlah dopan logam yang ditambahkan akan menciptakan tingkat energi baru di bawah pita konduksi atau di atas pita valensi, sehingga menyebabkan penyempitan celah pita dari TiO₂. Penyempitan celah pita tersebut secara otomatis akan menurunkan energi celah pita dari TiO₂, sehingga mampu meningkatkan absorptivitasnya pada daerah sinar tampak (Ren, 2015). Di sisi lain, adanya tingkat energi baru yang muncul akibat dari pemberian doping juga dapat berperan sebagai situs penjebakan elektron, sehingga secara efektif dapat menghambat laju rekombinasi pasangan elektron-hole. Laju rekombinasi pasangan elektron-hole yang semakin berkurang akan menghasilkan pemisahan pasangan elektron-hole yang mampu berdifusi ke permukaan TiO₂ secara efektif dan efisien (Rossi, 2018).

Doping beberapa jenis logam (Pt, Cr, V, dan Ni) pada material TiO₂ secara signifikan dapat meningkatkan absorptivitasnya pada sinar tampak dibandingkan dengan TiO₂ murni (tanpa doping) (Choi, 2009). Doping logam dengan konsentrasi rendah juga terbukti tidak sampai merusak struktur asli dari material TiO₂. Gambar 2.3 menunjukkan bahwa tidak ada puncak karakteristik dari ion logam atau pengotor lain yang muncul selain puncak karakteristik dari TiO₂. Hal ini membuktikan bahwa proses pendopingan dengan ion logam tidak sampai

merusak struktur asli dari TiO_2 itu sendiri serta ion logam yang ditambahkan dapat terinkorporasi secara sempurna dalam kisi TiO_2 . Ion Pt^{4+} , Cr^{3+} , dan V^{3+} dapat menggantikan ion Ti^{4+} dari TiO_2 karena ketiga ion tersebut (Pt^{4+} : 0.765 Å, Cr^{3+} : 0.755 Å, dan V^{3+} : 0.78 Å) mempunyai jari-jari yang hampir sama dengan jari-jari ion Ti^{4+} (0.745 Å). Adapun ion Ni^{2+} dan Pt^{2+} dapat terinkorporasi dalam kisi TiO_2 secara interstisi karena jari-jari kedua ion tersebut (Ni^{2+} : 0.83 Å dan Pt^{2+} : 0.94 Å) lebih besar dibandingkan dengan jari-jari ion Ti^{4+} (Choi, 2009).



Gambar 2.3 Spektra XRD dari 0,3% M- TiO_2 pada suhu 400 °C (A: fase *anatase*, R: fase *rutile*) (Choi, 2009).

Kubacka (2008), melaporkan bahwa beberapa jenis logam (V, Mo, Nb, dan W) yang ditambahkan pada struktur TiO_2 *anatase* terbukti mampu meningkatkan absorptivitasnya pada sinar tampak dibandingkan dengan TiO_2 *anatase* murni (tanpa doping). Kurang dari 5% doping vanadium yang ditambahkan mampu menghasilkan penurunan energi celah pita yang paling signifikan dibandingkan dengan ketiga jenis doping logam lainnya (Mo, Nb, dan W). Selain itu, pemberian doping vanadium juga menunjukkan aktivitas

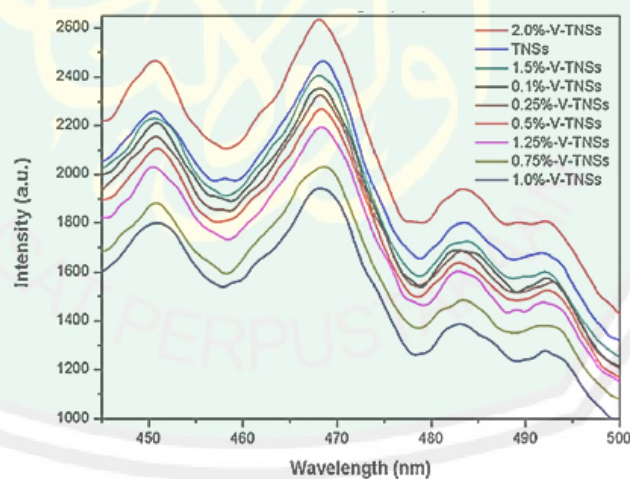
fotokatalitik yang paling optimum dalam proses fotoeliminasi toluena hingga mencapai 95%.

Choi (2009), juga melaporkan bahwa doping vanadium sebanyak 0,3% yang ditambahkan pada TiO_2 menghasilkan perluasan serapan sinar hingga mencapai panjang gelombang 700 nm. Hal ini menjadikan TiO_2 tidak hanya bekerja aktif sebagai material fotokatalis pada rentang panjang gelombang sinar UV, akan tetapi juga dapat aktif bekerja pada rentang panjang gelombang sinar tampak (*visible*). Selain itu, pemberian doping vanadium juga mampu meningkatkan luas permukaan dari material fotokatalis TiO_2 yang semula hanya sebesar $104 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ menjadi $132 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$. Hasil degradasi *methyl orange* dan oksidasi iodida juga menunjukkan bahwa aktivitas fotokatalitik dari TiO_2 menjadi semakin meningkat dengan adanya doping vanadium yang ditambahkan dalam jumlah yang relatif sedikit.

Khatun (2017), melaporkan bahwa penambahan dopan vanadium dapat menyebabkan perubahan suhu dari proses transformasi *anatase* menjadi *rutile*, dimana proses transformasi fasa yang asalnya baru akan terjadi pada suhu $\sim 750^\circ\text{C}$ mengalami penurunan suhu hingga di bawah 600°C untuk dapat mengalami transformasi fasa. Hasil analisis XANES menunjukkan bahwa keberadaan vanadium dalam kisi TiO_2 berupa campuran antara ion V^{4+} dan V^{5+} , dimana konsentrasi dari ion V^{4+} semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi dopan. Di sisi lain, penambahan dopan vanadium sebanyak 6% juga dapat menurunkan energi celah pita dari TiO_2 *rutile* yang asalnya sebesar 3,04 eV menjadi 1,76 eV. Penurunan energi celah pita tersebut mampu menggeser panjang gelombang yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron dari sinar UV ke arah sinar

tampak. Hal ini secara efektif mampu meningkatkan absorptivitas cahaya dari TiO_2 , sehingga aktivitas fotokatalitiknya menjadi semakin meningkat.

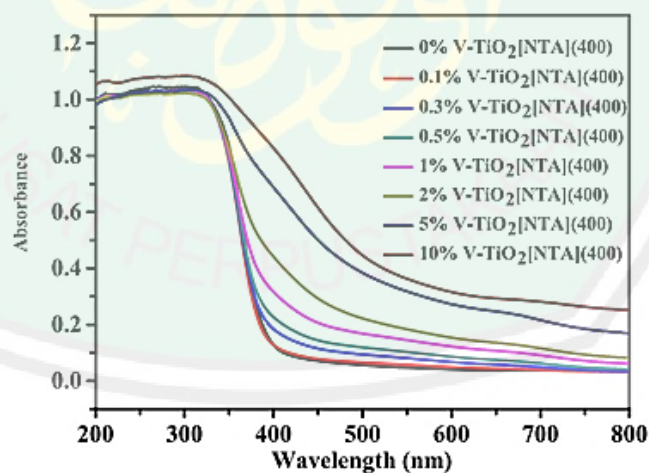
Lu (2015) melaporkan bahwa doping vanadium sebanyak 1% pada material fotokatalis TiO_2 menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan ukuran partikel dari TiO_2 murni, yaitu sekitar 4 – 5 nm. Ukuran partikel yang lebih kecil akan memperkecil jalur difusi yang akan ditempuh oleh pasangan elektron-hole untuk mencapai permukaan dari material fotokatalis. Hal ini berguna dalam mengurangi intensitas terjadinya rekombinasi elektron-hole serta semakin banyak menghasilkan situs aktif pada permukaan material fotokatalis. Hal ini terbukti dengan meningkatnya laju degradasi RhB menjadi 9,27 kali lipat setelah ditambahkan dopan vanadium, dibandingkan dengan laju degradasi dari TiO_2 murni yang hanya sebesar 3,25 kali lipat.



Gambar 2.4 Spektra fluoresensi dari TiO_2 tanpa doping dan V- TiO_2 berbagai konsentrasi (Lu, 2015).

Gambar 2.4 menunjukkan bahwa variasi dopan vanadium 0,1 – 1,5% yang ditambahkan pada material TiO_2 menghasilkan intensitas puncak fluoresensi yang lebih rendah dibandingkan dengan TiO_2 tanpa doping, dimana intensitas puncak

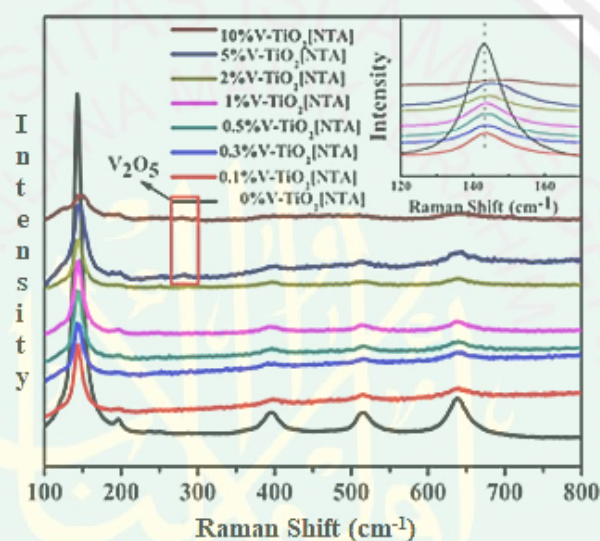
fluoresensi semakin berkurang seiring dengan meningkatnya konsentrasi dopan vanadium. Tinggi rendahnya intensitas puncak fluoresensi dikaitkan dengan cepat lambatnya laju rekombinasi pasangan elektron-hole. Semakin rendah intensitas puncak fluoresensi mengindikasikan laju rekombinasi pasangan elektron-hole yang semakin lambat. Dengan demikian, penambahan dopan vanadium hingga batas konsentrasi tertentu (0,1 – 1,5%) mampu menurunkan laju rekombinasi dibandingkan dengan TiO_2 tanpa doping. Hal ini dapat diasumsikan bahwa adanya ion vanadium dapat menyediakan situs yang berperan sebagai penjebak elektron, sehingga dapat menurunkan laju rekombinasi pasangan elektron-hole. Di sisi lain, penambahan doping vanadium yang melebihi batas yang diperuntukkan (lebih dari 1,5%) malah akan menjadi pusat rekombinasi selama reaksi fotokatalisis berlangsung, yang ditandai dengan meningkatnya intensitas puncak dari 2% V- TiO_2 .



Gambar 2.5 Spektra UV-Vis DRS dari TiO_2 tanpa doping dan V- TiO_2 berbagai konsentrasi pada suhu pemanasan 400°C (Ren, 2015).

Ren (2015) juga melaporkan bahwa penambahan dopan vanadium dengan berbagai konsentrasi pada material TiO_2 menyebabkan terjadinya pergeseran

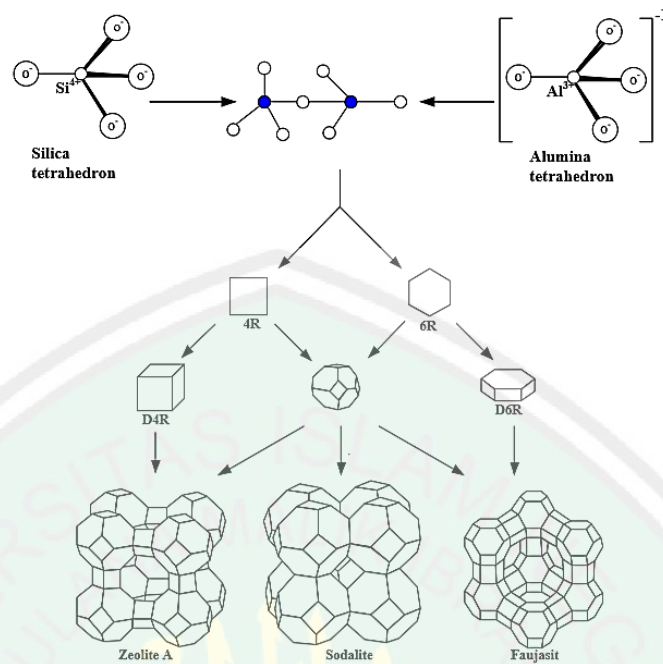
panjang gelombang ke arah rentang panjang gelombang yang lebih besar, sehingga meningkatkan absorptivitasnya pada daerah sinar tampak. Gambar 2.5 menunjukkan bahwa pergeseran panjang gelombang ke arah sinar tampak semakin besar seiring dengan meningkatnya konsentrasi dopan vanadium. Hal ini juga mengindikasikan bahwa energi celah pita dari TiO_2 semakin berkurang seiring dengan meningkatnya konsentrasi dopan.



Gambar 2.6 Spektra Raman dari TiO_2 tanpa doping dan V-TiO_2 berbagai konsentrasi pada suhu pemanasan 400°C (Ren, 2015).

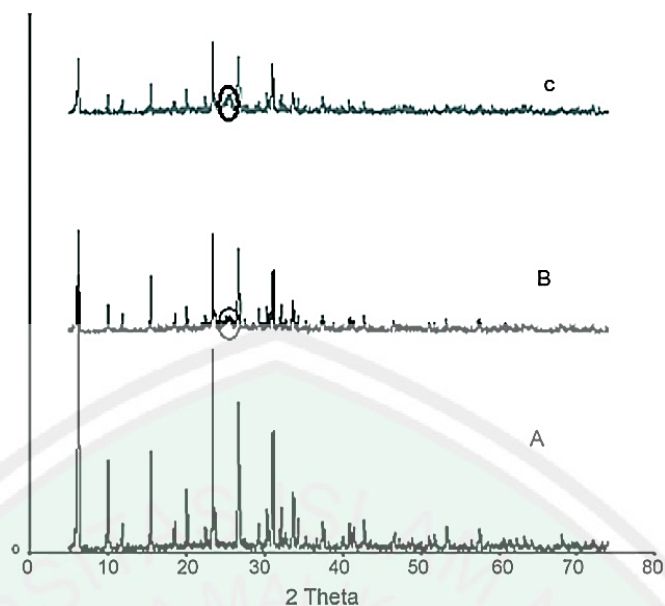
Di sisi lain, semakin meningkatnya konsentrasi dopan vanadium dapat menyebabkan semakin menurunnya kristalinitas dari material TiO_2 . Hal ini karena vanadium yang ditambahkan tidak lagi terinkorporasi secara sempurna dalam kisi TiO_2 , akan tetapi berada pada permukaan TiO_2 dalam bentuk V_2O_5 . Hal ini dibuktikan dengan hasil spektra Raman yang menunjukkan adanya puncak karakteristik dari V_2O_5 ketika konsentrasi dopan vanadium mencapai 5% atau lebih (Gambar 2.6).

2.3 Pengembangan TiO_2 pada NaX Mesopori



Gambar 2.7 Kerangka struktur dari zeolit A, sodalit, dan faujasit (Masoudian, 2013).

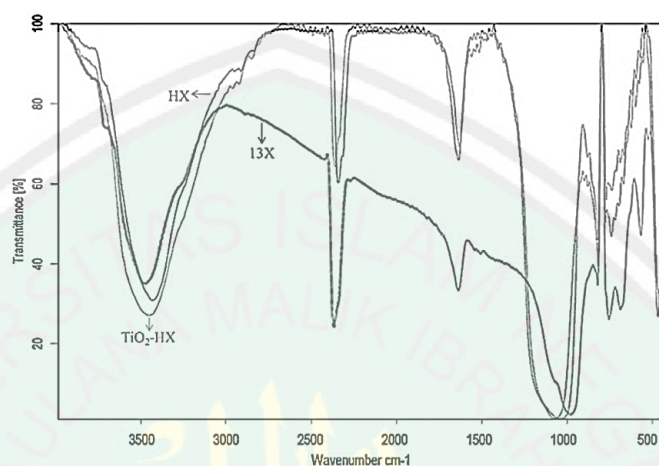
Zeolit NaX merupakan salah satu jenis zeolit tipe faujasit (FAU) yang memiliki rasio Si/Al kurang dari 1,2 – 1,5 (Kovo, 2009). NaX tersusun atas unit bangun primer yang berupa $(\text{SiO}_4)^{4-}$ dan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ tetrahedral. Unit bangun primer tersebut saling berhubungan satu sama lain membentuk 2 (dua) unit bangun sekunder yaitu, unit sodalit (*cubooctahedron*) dan unit cincin segienam ganda (D6R). Unit sodalit dan unit cincin segienam ganda tersebut akan saling berikatan melalui sisi cincin segienam dari unit sodalit membentuk suatu struktur 3 (tiga) dimensi yang disebut dengan faujasit (FAU) sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 (Edanol, 2018).



Gambar 2.8 Difraktogram dari zeolit NaX, (b) 7%TiO₂/NaX, dan (c) 28%TiO₂/NaX (Amareh, 2010).

NaX mempunyai 2 (dua) jenis rongga, yaitu rongga sodalit (β cage) dengan pori berbentuk cincin segi enam berdiameter $\sim 2,0$ Å dan *supercage* (α cage) dengan pori berbentuk cincin segi-12 berdiameter 7,4 Å (Kalogeras, 1998). Luas permukaan yang besar dengan berbagai situs aktif, struktur pori yang khas, bersifat inert, serta stabilitas termal dan kimianya yang tinggi menjadikan NaX sebagai kandidat yang potensial untuk diaplikasikan sebagai pendukung material fotokatalis TiO₂. Amareh (2010) melakukan pengembangan material fotokatalis TiO₂ pada NaX dengan variasi komposisi TiO₂ : NaX menggunakan metode sol-gel. Variasi komposisi TiO₂ : NaX memberikan dampak pada intensitas puncak XRD dari NaX yang semakin menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi dari TiO₂ yang diimbangkan. Sebaliknya, intensitas puncak dari TiO₂ semakin meningkat berbanding lurus dengan meningkatnya konsentrasi TiO₂ yang diimbangkan, akan tetapi tidak sampai merusak struktur dari NaX (Gambar 2.8). Hasil spektra FTIR menunjukkan bahwa tidak ada karakteristik puncak vibrasi

dari Ti-O-Si yang muncul pada spektra, sehingga dapat diketahui bahwa antara TiO_2 dan NaX hanya bercampur secara fisik saja tanpa membentuk ikatan kimia baru.



Gambar 2.9 Spektra FTIR dari 13X, HX, dan TiO_2/HX (Malakootian, 2016).

Malakootian (2016) juga melakukan sintesis material fotokatalis TiO_2 yang diimbangkan pada zeolit HX menggunakan metode pertukaran ion. Hasil spektra FTIR menunjukkan bahwa muncul puncak pada bilangan gelombang 910 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi ikatan Ti-O-Si (Gambar 2.9). terdeteksinya ikatan Ti-O-Si menunjukkan bahwa terjadi interaksi secara kimia antara TiO_2 dan zeolit HX melalui pembentukan ikatan kovalen Ti-O-Si. Proses pengembangan tersebut mampu meningkatkan efisiensi degradasi limbah asetaminofen hingga mencapai 95,45% pada kondisi optimum (pH 7, kadar TiO_2/HX sebesar 500 mg/L, dan konsentrasi asetaminofen sebesar 1 mg/L).

Lavorato (2017) juga melaporkan bahwa penggunaan zeolit faujasit sebagai pendukung material fotokatalis TiO_2 mampu meningkatkan kapasitas adsorpsinya terhadap molekul target, sehingga dapat meningkatkan konsentrasi

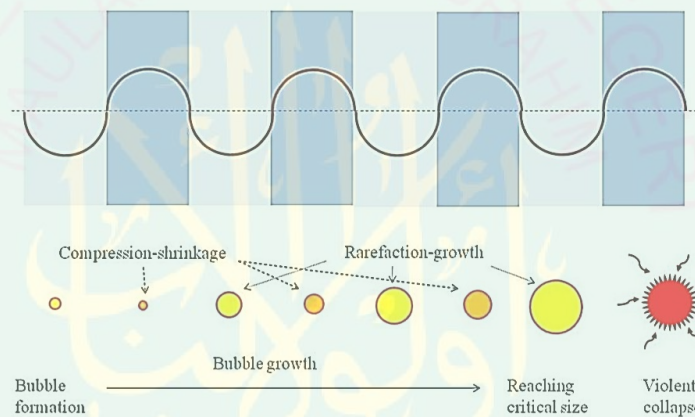
molekul target yang berada di sekitar TiO_2 . Di sisi lain, dispersi dari material TiO_2 yang homogen pada saluran dan pori-pori dari zeolit faujasit membuat jumlah situs aktif yang terdapat pada permukaan zeolit faujasit menjadi semakin meningkat. Hal ini sangat berguna untuk meningkatkan interaksi antara material fotokatalis TiO_2 dengan molekul target, sehingga laju degradasinya menjadi semakin meningkat. Terlebih lagi, sifat elektrostatik yang kuat dalam kerangka struktur zeolit faujasit dapat meningkatkan proses pemisahan pasangan elektron-hole menjadi lebih efektif, sehingga menyebabkan laju rekombinasi menjadi semakin berkurang.

Torkian (2016) melakukan sintesis material fotokatalis TiO_2 yang diembankan pada zeolit NaX dan diuji aktivitas fotokatalitiknya dengan degradasi zat warna *orange* G. Proses pengembanan TiO_2 pada zeolit NaX mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya dalam proses degradasi zat warna *orange* G hingga mencapai lebih dari 92,1% dibandingkan dengan TiO_2 murni yang hanya sebesar 81,87%. Selain itu, proses pengembanan juga dapat menghasilkan material fotokatalis yang stabil, efisien, serta dapat digunakan kembali tanpa mengurangi aktivitas fotokatalitiknya.

2.4 Sintesis dan Pengembanan Material Fotokatalis Menggunakan Metode Sonikasi

Metode sonikasi atau yang biasa dikenal dengan sonokimia merupakan suatu metode yang memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan frekuensi antara 20 kHz – 2 MHz sebagai sumber energi yang dapat menginisiasi atau mengaktifasi suatu reaksi kimia (Ingenieur, 2011). Sonokimia menjadi salah metode sintesis yang berpotensi untuk diaplikasikan mengingat prosesnya yang

efisien, sederhana, serta ramah lingkungan. Selain itu, adanya efek kavitasi akustik yang dihasilkan oleh pancaran gelombang ultrasonik memberikan keunggulan tersendiri yang tidak dimiliki oleh metode lain. Efek kavitasi akustik tersebut mampu menghasilkan suhu dan tekanan lokal yang tinggi dalam larutan, sehingga membuat reaksi kimia dapat berlangsung dengan cepat pada suhu sintesis yang relatif rendah. Di sisi lain, adanya efek kavitasi akustik tersebut mampu menghasilkan ukuran partikel material fotokatalis yang kecil dan seragam, serta mempunyai kemurnian yang tinggi (Cota, 2016).



Gambar 2.10 Mekanisme dari proses kavitasi akustik (Ingenieur, 2011).

Efek kavitasi akustik dapat dideskripsikan sebagai pembentukan, pertumbuhan, serta pemecahan atau penghancuran dari *bubbles* (gelembung) di dalam suatu larutan (Gambar 2.10). Proses kavitasi akustik mulai berlangsung ketika gelombang ultrasonik dengan frekuensi tertentu mengenai suatu larutan, sehingga menyebabkan terbentuknya *bubbles* (gelembung) di dalam larutan tersebut. *Bubbles* tersebut akan terus tumbuh dan berkembang menjadi semakin besar hingga mencapai ukuran maksimal tertentu (*critical size*). Setelah mencapai ukuran maksimalnya, *bubbles* akan pecah dalam waktu yang singkat

menghasilkan panas lokal dan tekanan yang tinggi. Kondisi ini disebut dengan titik panas (*hot spot*) yang mempunyai suhu hingga mencapai ~ 5000 °C, tekanan ~ 1000 atm, serta laju pendinginan di atas 10^{10} °C/s (Ingenieur, 2011). *Hot spot* tersebut mampu menyediakan energi tinggi yang berguna untuk mengaktivasi suatu reaksi kimia.

Penggunaan metode sonikasi telah terbukti mampu menghasilkan material fotokatalis dengan ukuran partikel yang kecil dan juga seragam, sehingga menghasilkan luas permukaan yang tinggi. Di samping itu, pengaplikasian metode sonikasi dalam pengembangan material fotokatalis pada material berpori dapat membuat dispersi yang merata dari partikel fotokatalis dalam pori-pori pengembangan tanpa menutup (*mem-block*) keseluruhan pori-porinya. Zunic (2014) melakukan sintesis nanopartikel Pt-TiO₂ menggunakan 3 (tiga) metode sintesis yang berbeda yaitu, sol-presipitasi, sonikasi, dan hidrotermal dengan prekursor dan media yang sama. Hasil analisis BET menunjukkan bahwa material Pt-TiO₂ yang disintesis menggunakan metode sonikasi menghasilkan ukuran partikel yang paling kecil yaitu sebesar 7 nm, dibandingkan dengan metode sol-presipitasi dan metode hidrotermal yang masing-masing menghasilkan ukuran partikel sebesar 14 nm dan 16 nm. Ukuran partikel yang paling kecil tersebut menghasilkan luas permukaan yang paling besar yaitu sebesar 72 m²/g, dibandingkan dengan 2 (dua) metode lain yang masing-masing hanya sebesar 62 m²/g dan 66 m²/g.

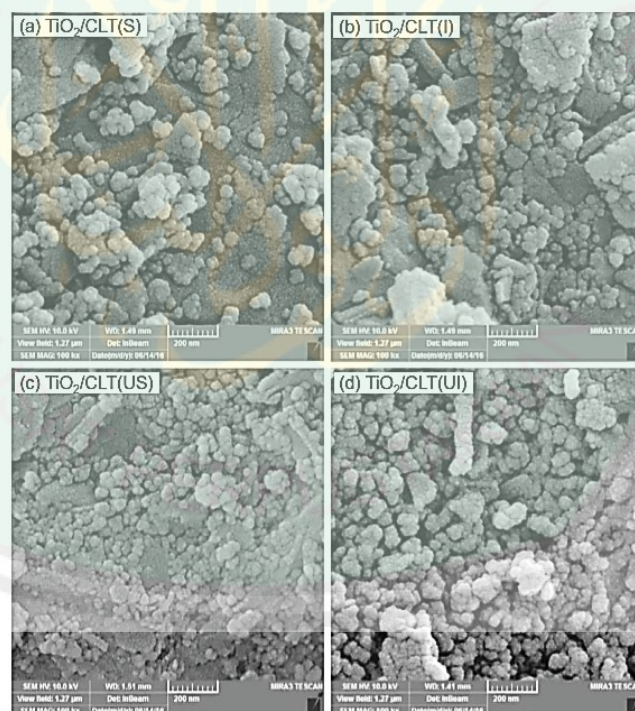
Guo (2011) melaporkan bahwa penggunaan metode sonikasi mampu menghasilkan inkorporasi yang homogen dari pengembangan nanopartikel TiO₂ pada lembaran grafen serta ukuran rata-rata nanopartikel TiO₂ yang sangat kecil, yaitu antara 4 – 5 nm. Sebanyak 25% TiO₂ yang diembankan pada grafen

menghasilkan laju degradasi (nilai k) biru metilen sebesar 0,0139 lebih besar dibandingkan dengan TiO_2 yang hanya sebesar 0,0054. Hal ini dapat dicapai dengan menggunakan metode sonikasi yang berperan dalam menghasilkan ukuran partikel yang sangat kecil, sehingga luas permukaannya menjadi semakin meningkat. Di samping itu, penggunaan metode sonikasi juga berperan dalam membuat partikel TiO_2 dapat terdispersi secara merata pada permukaan dan juga *interlayer* dari grafen, sehingga menghasilkan interaksi yang kuat antara partikel TiO_2 dan grafen. Interaksi yang kuat tersebut akan membuat pemisahan pasangan elektron-*hole* menjadi semakin efektif serta laju rekombinasi pasangan elektron-*hole* menjadi semakin berkurang.

Zhu (2009) melaporkan bahwa sonokimia merupakan metode yang efisien untuk membuat partikel TiO_2 dapat terdispersi secara merata dalam pori-pori silika mesopori (SBA-15) tanpa mem-*block* keseluruhan pori-porinya. Sebanyak 7 – 18,5% TiO_2 yang diembankan dapat tersebar secara merata dalam pori-pori SBA-15 tanpa mengubah ukuran diameter porinya, yaitu sebesar 6,5 nm. Sedangkan ketika jumlah persentase TiO_2 yang diembankan dinaikkan menjadi 28%, terjadi penyempitan ukuran diameter pori yang semula sebesar 6,5 nm menjadi 4,7 nm. Akan tetapi tidak sampai menutup total keseluruhan pori-porinya.

Sene (2017) juga melaporkan bahwa adanya perlakuan sonikasi pada pengembanan TiO_2 pada zeolit *clinoptilolite* dengan metode padatan mampu meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya untuk produksi hidrogen hingga mencapai 569,88 $\mu\text{mol h}^{-1}$ dibandingkan dengan tanpa perlakuan sonikasi yang hanya mencapai 282,48 $\mu\text{mol h}^{-1}$. Aktivitas fotokatalitik yang semakin meningkat ini dipengaruhi oleh semakin kecilnya ukuran partikel material fotokatalis akibat

perlakuan sonikasi. Hasil gambar FESEM menunjukkan bahwa material fotokatalis yang disintesis tanpa perlakuan sonikasi ($\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{S})$ dan $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{I})$) mempunyai partikel yang lebih besar dan tidak seragam serta banyak mengalami proses aglomerasi (penggumpalan). Sedangkan material fotokatalis yang disintesis dengan perlakuan sonikasi ($\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{US})$ dan $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{UI})$) mempunyai ukuran partikel yang kecil dan juga seragam serta sangat sedikit mengalami proses aglomerasi (Gambar 2.11). Ukuran partikel yang lebih kecil akan menghasilkan luas permukaan yang lebih serta mampu menyediakan lebih banyak situs aktif pada permukaan material fotokatalis, sehingga membuat aktivitas fotokataliknya menjadi semakin meningkat.



Gambar 2.11 Hasil gambar FESEM dari material fotokatalis: (a) $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{S})$, (b) $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{I})$, (c) $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{US})$, (d) $\text{TiO}_2/\text{CLT}(\text{UI})$ (Sene, 2017).

2.5 Material Fotokatalis: Cahaya dan Lingkungan dalam al-Quran

Allah SWT telah berfirman dalam al-Quran surat al-A'raf (7) ayat 10 yang berbunyi:

وَلَقَدْ مَكَّنَّاكُمْ فِي الْأَرْضِ وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعَايِشَ قَلِيلًا مَّا تَشْكُرُونَ

Artinya: “*Sesungguhnya Kami telah menempatkan kamu sekalian di muka bumi dan Kami adakan bagimu di muka bumi (sumber) penghidupan. Amat sedikitlah kamu bersyukur.*” (QS. Al-A'raf (2): 10).

Ibnu Katsir (2000) dalam tafsirnya menjelaskan bahwa kenikmatan yang ada di langit maupun di bumi diciptakan untuk manusia. Dia menjadikan bumi sebagai tempat tinggal dan menjadikan padanya gunung-gunung dan sungai-sungai. Dia juga menjadikan untuk mereka rumah-rumah dan tempat tinggal serta menghalalkan segala sumber daya alam di muka bumi untuk mereka.

Ath-Thabari (2007) dalam tafsirnya juga menyebutkan bahwa kata **وَجَعَلْنَا** **لَكُمْ فِيهَا مَعَايِشَ** mempunyai maksud bahwa manusia dapat hidup di muka bumi dengan sumber penghidupan berasal dari Allah SWT, baik berupa makanan maupun minuman, sebagai nikmat dari-Nya atas kalian dan kebaikan dari-Nya untuk kalian. Karunia yang amat besar ini harus dimanfaatkan dengan penuh rasa syukur, bukan sebagai alat kelalaian, pemenuhan hawa nafsu, serta hasratnya yang buruk.

Segala sumber penghidupan yang ada di bumi telah diciptakan oleh Allah SWT untuk dapat diambil manfaatnya oleh manusia. Manusia dengan kekuatan akal dan pikiran yang diberikan oleh Allah SWT dapat memanfaatkan sumber daya alam untuk mencapai tujuan-tujuannya. Salah satu sumber daya alam yang melimpah di bumi adalah bahan tambang. Contoh bahan tambang yang banyak

ditemukan adalah logam dan mineral alam seperti zeolit. Manusia dapat mengambil manfaat dari zeolit dengan menjadikannya sebagai bahan pengemban material fotokatalis.

Segala sesuatu yang telah Allah SWT ciptakan di muka bumi maupun di langit tidak ada yang sia-sia dan tanpa hikmah, tak terkecuali sinar matahari. Allah SWT berfirman dalam al-Quran surat Yunus (10) ayat 5 – 6:

هُوَ الَّذِي جَعَلَ الشَّمْسُ ضِيَاءً وَالْقَمَرَ نُورًا وَقَدَرَهُ مَنَازِلَ لِتَعْلَمُوا عَدَدَ السِّنِينَ وَالْحِسَابَ مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَعْلَمُونَ (٥) إِنَّ فِي اخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَمَا خَلَقَ اللَّهُ فِي السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَّقُونَ (٦)

Artinya : “(5) Dialah yang menjadikan matahari bersinar dan bulan bercahaya, dan Dialah yang menetapkan tempat-tempat orbitnya, agar kamu mengetahui bilangan tahun, dan perhitungan (waktu). Allah tidak menciptakan demikian itu melainkan dengan benar. Dia menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya) kepada orang-orang yang mengetahui. (6) Sesungguhnya pada pergantian malam dan siang dan pada apa yang diciptakan Allah di langit dan di bumi, pasti terdapat tanda-tanda (kekuasaanNya) bagi orang-orang yang bertakwa.” (QS. Yunus (10): 5 – 6).

Jumhur Ulama’ Tafsir (2016) dalam *Tafsir al-Mukhtashar* menjelaskan makna ضِيَاءٌ yaitu cahaya yang keluar dari sesuatu itu sendiri, seperti cahaya matahari. Dan makna نُورًا yakni cahaya yang berasal dari pantulan benda lain, semisal cahaya pantulan dari cermin. Dan cahaya bulan merupakan cahaya hasil pantulan dari cahaya matahari. Ibnu Katsir (2000) dalam tafsirnya juga menjelaskan bahwa Allah SWT menerangkan tentang apa yang telah diciptakan-Nya merupakan tanda-tanda yang menunjukkan kesempurnaan kekuasaan-Nya dan kebesaran kemampuan-Nya. Dia telah menjadikan sinar yang timbul dari

matahari sebagai penerangan dan menjadikan bulan bercahaya. Kata مَا خَلَقَ اللَّهُ ذَلِكَ إِلَّا بِالْحَقِّ bermakna bahwa Dia tidak menciptakan segala sesuatu melainkan di dalamnya terdapat hikmah yang agung dan hujjah (dalil atau argumen) yang sangat dalam.

Firman Allah SWT di atas menjelaskan bahwa sinar matahari yang sangat melimpah mempunyai banyak manfaat bagi manusia. Seperti yang kita ketahui, matahari merupakan sumber energi cahaya yang paling besar di alam semesta. Dalam penelitian ini, sinar matahari tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber foton (cahaya) yang berguna untuk proses eksitasi elektron dalam material fotokatalis, sehingga nantinya dapat diaplikasikan untuk mendegradasi limbah organik menjadi CO₂ dan H₂O yang lebih aman bagi lingkungan. Adapun perintah untuk senantiasa menjaga lingkungan telah termaktub dalam firman Allah SWT surat al-A'raf (7) ayat 56 yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَطَعْمًا إِنَّ رَحْمَةَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya : *“Dan janganlah kamu membuat kerusakan di bumi setelah (Allah SWT) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah SWT sangat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik.” (QS. al-A'raf (7): 56).*

Jumhur Ulama' Tafsir (2016) dalam *Tafsir al-Mukhtashar* menjelaskan bahwa kerusakan yang dimaksud dalam kalimat وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ meliputi perbuatan membunuh sesama manusia, menghancurkan rumah-rumah, membunuh hewan-hewan, menebang pepohonan sembarangan, dan mencemari sungai-sungai. Dan termasuk kerusakan di muka bumi juga syirik terhadap Allah SWT, terjerumus ke dalam kemaksiatan, serta tidak menjalankan aturan sesuai syariat

yang telah ditetapkan-Nya. Al Jazairi (2007) dalam *Tafsir al-Aisar* juga menerangkan bahwa Allah SWT melarang mereka melakukan kerusakan di muka bumi setelah diperbaiki oleh Allah SWT. Kerusakan yang dimaksud adalah syirik dan berbuat maksiat. Kemaksiatan ini mencakup segala perbuatan yang haram, seperti membunuh, merusak tanaman, merusak kehormatan dengan berzina, dan perbuatan-perbuatan dosa lainnya. Kemudian Allah SWT menganjurkan untuk berdoa dengan rasa takut akan azab-Nya dan mengharapkan rahmat-Nya yang sangat dekat dengan orang yang senantiasa berbuat baik.

Al-Qarni (2008) dalam *Tafsir Muyassar* menjelaskan tentang makna kerusakan dalam ruang lingkup yang lebih luas. Allah SWT melarang berbuat kerusakan di bumi setelah Allah SWT memperbaikinya dengan mengutus Nabi Muhammad SAW. Tafsir ini menjelaskan definisi kerusakan secara fisik dan non fisik. Kerusakan secara non fisik meliputi kerusakan akhlak sebelum diutusnya Rasulullah SAW dan juga termasuk di dalamnya meliputi kerusakan secara fisik, seperti kerusakan lingkungan.

Allah SWT telah melarang berbuat kerusakan dalam bentuk apapun di muka bumi, termasuk pencemaran lingkungan. Sebaliknya, Allah SWT menyerukan kepada umat manusia untuk senantiasa menjaga dan merawat ekosistem lingkungan. Karena bumi yang kita tempati sekarang ini adalah milik Allah SWT dan kita hanya diberi amanah untuk menempatnya sampai pada batas waktu yang telah ditetapkan oleh-Nya. Oleh karena itu, manusia tidak boleh semena-mena dalam mengeksplorasi alam tanpa memikirkan akibat yang ditimbulkan. Salah satu upaya untuk mengurangi pencemaran lingkungan adalah dengan pemanfaatan material fotokatalis. Adapun material yang dihasilkan dari

penelitian ini dapat dimanfaatkan untuk mendegradasi limbah organik menjadi senyawa yang lebih sederhana dan tentunya lebih aman bagi lingkungan dengan tingkat aktivitas yang cukup tinggi.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari – Oktober 2019 di Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Kimia Material dan Energi, ITS; karakterisasi UV-Vis DRS dilakukan di Laboratorium Edukasi Kimia Fisika dan Analitik, UIN Maliki Malang; karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N_2) dilakukan di Laboratorium Instrumentasi, Teknik Kimia ITB; dan karakterisasi SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia FMIPA, ITB.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas arloji, spatula, neraca analitik, *hot plate*, *magnetic stirrer*, pipet tetes, corong gelas, batang pengaduk, gelas kimia 50 mL, bola hisap, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 25 mL, erlenmeyer 25 mL, erlenmeyer 250 mL, aluminium foil, oven, *furnice*, statif, mortar *agate*, krusibel, reaktor hidrotermal, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), Instrumen XRD, Spektrofotometer UV-Vis DRS, Instrumen Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N_2), dan Instrumen SEM-EDX.

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Tetraetil ortosilikat (TEOS, Merck, 99%), $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (alumina), Setiltrimetil amonium

bromida (CTABr, Applichem, 99%), Titanium (IV) isopropoksida (TTIP, 97 % Sigma Aldrich, 546-68-9), akuades, isopropanol (E Merck), pH universal (Merck), dan Vanadium (III) asetilasetonat (97%, Sigma Aldrich, 13476-99-8).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk mengetahui karakter struktur, serapan sinar dan energi celah pita, karakter partikel dan komposisi unsur dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi berat $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX menggunakan metode sonikasi. Adapun variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX yang digunakan adalah 5% : 95%, 10% : 90%, 15% : 85% dengan kontrol $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%), dan NaX mesopori. Material hasil sintesis yang diperoleh akan dikarakterisasi dengan XRD, UV-Vis DRS, Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N_2), dan SEM-EDX.

3.4. Tahapan Penelitian

1. Sintesis NaX mesopori menggunakan metode hidrotermal
2. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) menggunakan metode sonikasi
3. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3 %)/NaX menggunakan metode sonikasi dengan variasi komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX
4. Karakterisasi dan analisis data:
 - a. XRD
 - b. UV-Vis DRS
 - c. Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N_2)
 - d. SEM-EDX

3.5. Prosedur Penelitian

3.5.1. Sintesis NaX Mesopori

NaX mesopori disintesis menggunakan metode hidrotermal yang dilakukan oleh Zhang (2013), dengan menggunakan sumber silika dan alumina yang berbeda. Mula-mula, padatan NaOH dilarutkan ke dalam akuades. $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebagai sumber alumina ditambahkan ke dalam larutan NaOH dan dilanjutkan dengan TEOS sebagai sumber silika dengan rasio $\text{Si/Al} = 1,5$. Selanjutnya dilakukan proses pengadukan menggunakan *magnetic stirer* selama 40 menit, sehingga campuran yang diperoleh mempunyai perbandingan mol $3,2 \text{ Na}_2\text{O} : 2,9 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 150 \text{ H}_2\text{O}$. Setelah larut sempurna, setiltrimetil amonium bromida (CTAB) ditambahkan ke dalam campuran hingga diperoleh rasio molar $\text{CTAB/Al}_2\text{O}_3 = 0,00007379$. Kemudian, dilakukan proses kristalisasi dalam reaktor hidrotermal pada suhu 90°C selama 20 jam. Padatan yang terbentuk selanjutnya disaring, dicuci dengan akuades hingga pH ~ 8 , dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam. Surfaktan (CTA+) dihilangkan dengan proses kalsinasi pada 500°C selama 4 jam.

3.5.2. Sintesis Material Fotokatalis

3.5.2.1 Sintesis TiO_2 -Vanadium (0,3%)

Sintesis TiO_2 -Vanadium dilakukan dengan cara ditambahkan sebanyak 11,0014 mL TTIP ke dalam 30 mL isopropanol dan disonikasi selama 15 menit (Larutan A). Kemudian Vanadium (III) asetilasetonat sebanyak 0,07975 gram dilarutkan dalam 10 mL isopropanol dan disonikasi selama 15 menit (Larutan B). Ditambahkan larutan B ke dalam larutan A dan dimasukkan dalam sonikator (40 kHz, 100 W) selama 15 menit. Campuran ini kemudian dimasukkan ke dalam 30

mL akuades secara perlahan dan disonikasi selama 2 jam. Larutan dieramkan selama 2 x 24 jam. Kemudian disaring untuk menghilangkan pelarutnya. Material yang didapat dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam.

3.5.2.2 Sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)/NaX dengan Variasi Komposisi

Proses sintesis dilakukan dengan cara ditambahkan sebanyak 0,386 mL TTIP ke dalam larutan isopropanol 10 mL pada suhu kamar dan disonikasi selama 15 menit (Larutan A). Vanadium (III) asetilasetonat sebanyak 0,0014 gram dilarutkan dalam 5 mL isopropanol dan disonikasi selama 15 menit (Larutan B). Dicampurkan larutan B ke dalam larutan A dan dimasukkan dalam sonikator selama 15 menit.

Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dilakukan dengan cara ditambahkan sebanyak 2 gram NaX mesopori ke dalam 50 mL akuades dan distirer selama 30 menit. Kemudian ditambahkan campuran Larutan A dan B ke dalam larutan zeolit secara perlahan. Campuran ini kemudian disonikasi selama 120 menit dan diberikan waktu pemeraman selama 2 x 24 jam, kemudian disaring. Material yang didapat dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam dan dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam. Prosedur ini menghasilkan material dengan komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) sebesar 5% dan NaX mesopori 95%. Prosedur yang sama digunakan untuk sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3 %)/NaX dengan perbandingan komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX 10% : 90%, dan 15% : 85%. Perhitungan komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX terdapat pada **Lampiran 2**.

3.5.3 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan XRD

Pengukuran pada XRD dilakukan dengan logam target Cu K α ($\lambda = 1,5405$ Å) pada arus 30 mA, dan generator 40 kV dan pada sudut $2\theta = 10^\circ - 90^\circ$. Preparasi material ini dengan menghaluskan sampel menjadi bubuk halus, kemudian dimasukkan dalam sampel *holder* untuk dikenai sinar-X. Hasil dari karakterisasi dengan XRD adalah difraktogram yang mana akan dibandingkan dengan standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Pengolahan data yang diperoleh akan direfinement dengan program Rietica dan metode *Le Bail*.

3.5.4 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan UV-Vis DRS

Preparasi sampel dilakukan dengan menggerus sampel sampai berbentuk bubuk halus kemudian ditempatkan pada *sample holder*. Selanjutnya sampel diukur persen reflektansinya pada panjang gelombang 200 – 800 nm. Data reflektansi yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan DRS akan diolah dengan menggunakan persamaan Kubelka-Munk yang ditunjukkan pada Persamaan 3.1.

$$F(R) = \left(\frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{K}{S} \right) \dots\dots\dots(3.1)$$

dengan $F(R)$ adalah faktor Kubelka-Munk, K adalah koefisien absorpsi molar, S = koefisien *scattering*, dan R adalah nilai reflektansi yang diukur.

Nilai energi celah pita ditentukan dengan membuat plot antara antara energi foton ($h\nu$) (sebagai sumbu x) dan $(F(R).h\nu)^{1/2}$ (sebagai sumbu y). Energi foton ($h\nu$) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana $h\nu = hc/\lambda$ dengan c adalah tetapan cahaya dan h adalah tetapan plank. Energi celah pita dihitung secara regresi linier pada nilai x ($h\nu$ = energi celah pita) ketika $y = 0$.

3.5.5 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N₂

Metode yang digunakan untuk menentukan luas permukaan adalah metode Brunauer-Emmet-Teller (BET), sedangkan metode yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori adalah metode Barret-Joyner-Halenda (BJH). Langkah pertama yang dilakukan pada saat karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N₂ adalah dilakukan proses *degassing* untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan material hasil sintesis. *Degassing* dilakukan dengan cara memanaskan pada suhu antara 200 – 300°C selama ≥ 6 jam dalam kondisi vakum. Kemudian ditimbang material hasil sintesis setelah *degassing*.

Karakterisasi dan analisis luas permukaan beserta distribusi ukuran pori dilakukan pada sampel NaX mesopori dan sampel NaX mesopori terembankan 15% TiO₂-V hasil sintesis. Adapun data yang didapatkan dari analisis menggunakan adsorpsi-desorpsi N₂ yaitu berupa data tekanan kesetimbangan adsorb (P), tekanan penjenjutan adsorpsi-desorpsi cuplikan pada suhu rendaman pendingin (P_0), volume gas N₂ yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel (cm³/g), luas permukaan spesifik (m²/g), dan ukuran pori (nm). Langkah selanjutnya yaitu dibuat grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dengan cara menghubungkan tekanan relatif (P/P_0) sebagai sumbu x dengan volume gas N₂ yang diadsorpsi dan didesorpsi per gram sampel (cm³/g) sebagai sumbu y . Hasil grafik yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan tipe grafik isoterm adsorpsi-desorpsi yang telah ditetapkan oleh *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), sehingga dapat diketahui karakteristik pori dari sampel. Kemudian dibuat plot hubungan ukuran pori (nm) sebagai sumbu x dengan volume gas N₂ yang diadsorpsi per gram sampel (cm³/g) sebagai sumbu y .

Ukuran pori dari sampel ditunjukkan oleh titik optimum yang didapatkan dari grafik tersebut.

3.5.6 Karakterisasi dan Analisis Data Menggunakan SEM-EDX

Sampel yang akan dianalisis dengan SEM-EDX dimasukkan dalam sampel *holder* sebanyak 50 mg sampel. Pengamatan sampel dilakukan pada perbesaran 3000 dan perbesaran 20000. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan SEM-EDX adalah mikrograf dan spektra atomik. Hasil karakterisasi SEM-EDX diolah menggunakan program *image-J* untuk mengetahui morfologi dan distribusi partikel.

BAB IV

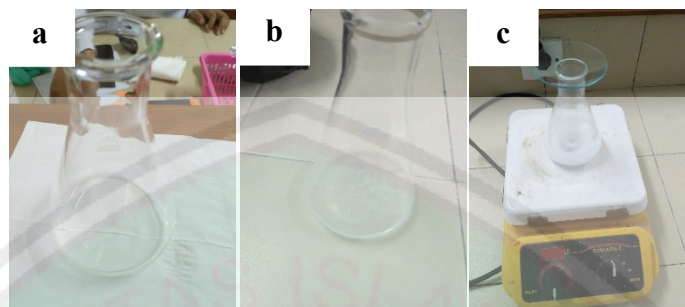
HASIL DAN PEMBAHASAN

NaX mesopori dalam penelitian ini disintesis dengan metode hidrotermal, sedangkan sintesis material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dan proses pengembanan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX mesopori dilakukan menggunakan metode sonikasi. Adapun proses pengembanan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX mesopori dilakukan dengan variasi komposisi berat $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori 0 : 100; 5 : 95; 10 : 90; 15 : 95; dan 100 : 0. Material hasil sintesis dan pengembanan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen (a) XRD untuk mengidentifikasi karakter struktur, (b) UV-Vis DRS untuk mengetahui karakter serapan sinar dan energi celah pita, (c) Adsorpsi-Desorpsi N_2 untuk mengetahui luas permukaan dan distribusi ukuran pori, serta (d) SEM-EDX untuk mengetahui karakter partikel dan komposisi unsur.

4.1 Sintesis NaX Mesopori Menggunakan Metode Hidrotermal

Sintesis NaX mesopori dilakukan dengan menggunakan prekursor TEOS sebagai sumber silika, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sebagai sumber alumina, NaOH, CTAB, dan pelarut akuades. Padatan NaOH yang dilarutkan dalam akuades menghasilkan larutan bening tanpa terbentuk endapan seperti yang terlihat pada Gambar 4.1a. Larutan NaOH yang asalnya tidak berwarna tanpa endapan berubah menjadi larutan bening dengan endapan putih ketika ditambahkan dengan TEOS dan juga $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (Gambar 4.1b). Proses pengadukan yang dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* (Gambar 4.1c) bertujuan untuk meningkatkan proses pelarutan sekaligus mempercepat waktu *aging* atau pemeraman. Adapun Proses *aging* atau

pemeraman sendiri berfungsi untuk menghomogenkan campuran reaktan sehingga reaksi pembentukan kristal zeolit dapat berjalan dengan maksimal.

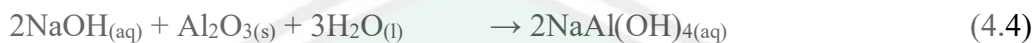
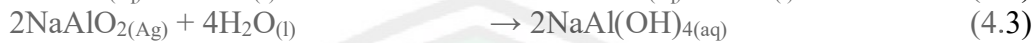
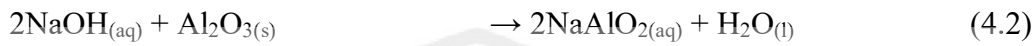
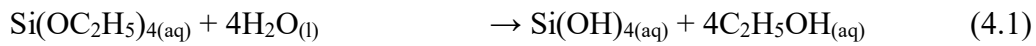


Gambar 4.1 Proses sintesis NaX mesopori: (a) hasil pelarutan NaOH dalam akuades, (b) hasil penambahan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam larutan NaOH, (c) proses pengadukan dengan *magnetic stirrer*.

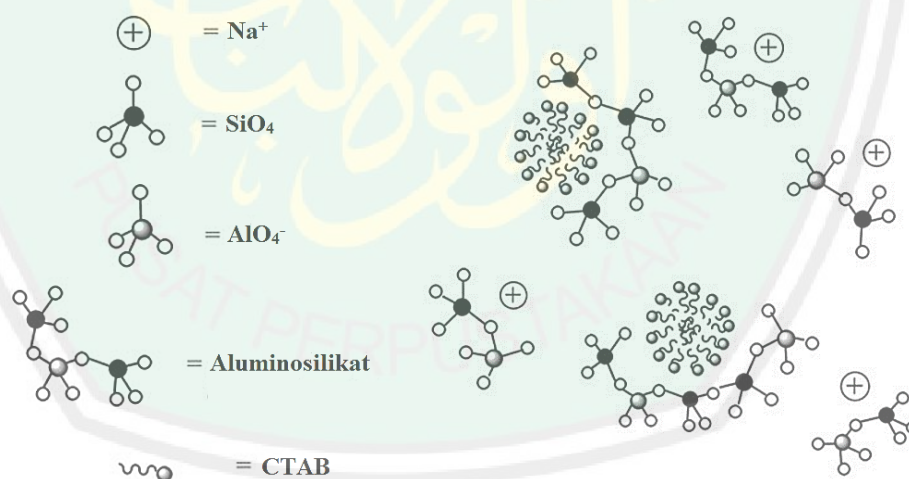
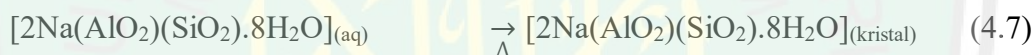
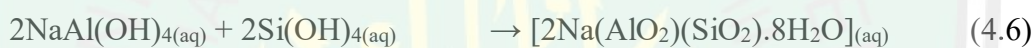
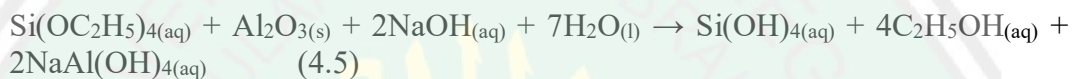
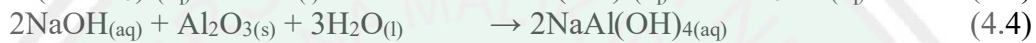
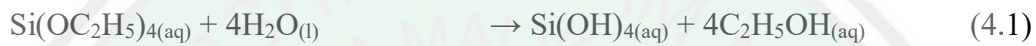
TEOS sebagai sumber silika akan bereaksi (hidrolisis) dengan air membentuk spesi silikat (Persamaan 4.1), sedangkan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ akan bereaksi dengan NaOH membentuk sodium aluminat (Persamaan 4.2) yang kemudian akan membentuk spesi aluminat (Persamaan 4.3). Spesi silikat yang terbentuk bersifat reaktif karena memiliki pasangan elektron bebas dari atom oksigen, sehingga akan bereaksi dengan spesi silikat lainnya atau mengikat spesi aluminat untuk membentuk polimer aluminosilikat.

Proses pembentukan kristal zeolit dilanjutkan dengan proses nukleasi dan kristalisasi yang terjadi selama proses hidrotermal berlangsung. Pada saat proses nukleasi, terjadi penataan ulang campuran aluminosilikat membentuk suatu inti zeolit NaX (Persamaan 4.6). Inti tersebut selanjutnya akan tumbuh menjadi kristal zeolit NaX dengan ukuran yang lebih besar atau yang disebut dengan kristalisasi (Persamaan 4.7). Adanya proses pemanasan membantu untuk menyempurnakan dan menyeragamkan pertumbuhan kristal zeolit NaX, sehingga strukturnya menjadi semakin teratur. Adapun mekanisme reaksi secara umum yang terjadi

saat proses hidrotermal dapat dilihat pada Persamaan 4.1 sampai dengan 4.7 (Prasetyoko, 2011).



Gabungan antara Persamaan 4.1 dan 4.4

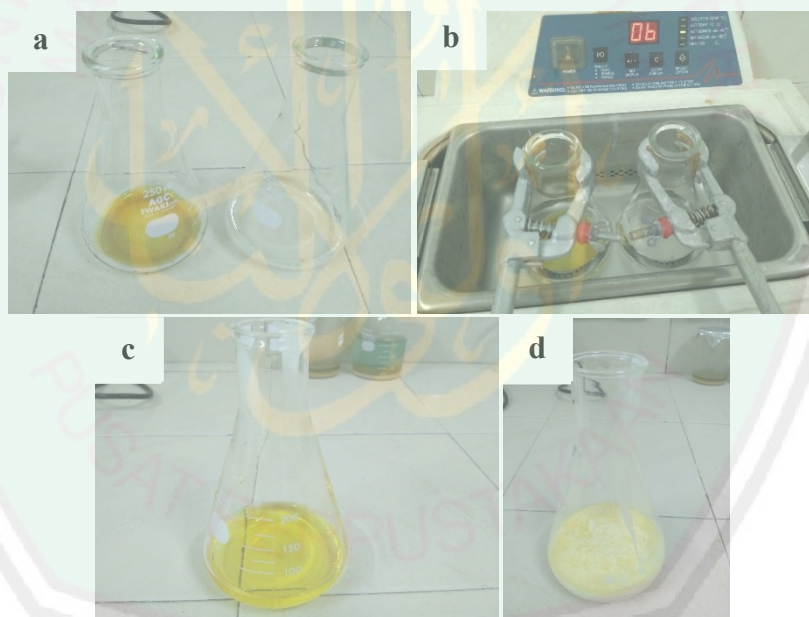


Gambar 4.2 Interaksi antara aluminosilikat dan CTAB (Krachumram, 2017).

Adapun penambahan CTAB yang dilakukan setelah proses pengadukan bertujuan untuk membentuk pori berukuran meso (2 – 50 nm). Pembentukan pori berukuran meso diinisiasi dengan adanya pembentukan misel pada titik *critical*

micelle concentration (CMC) dimana bagian hidrofilik dan hidrofobik dari CTAB akan berkumpul hingga terjadi kesetimbangan dari bagian hidrofobik dan tolakan ionik antara bagian hidrofilik. Selanjutnya polimer aluminosilikat akan berinteraksi secara elektrostatik melalui atom oksigen bermuatan negatif (O^-) dari spesi aluminat dengan bagian hidrofilik dari CTAB yang berupa ion amonium (NH_4^+) (Gambar 4.2). Selain itu, polimer aluminosilikat juga dapat bereaksi dengan CTAB melalui ikatan hidrogen yang terjadi antara atom hidrogen pada permukaan aluminosilikat dengan ion amonium pada CTAB (Krachumram, 2017).

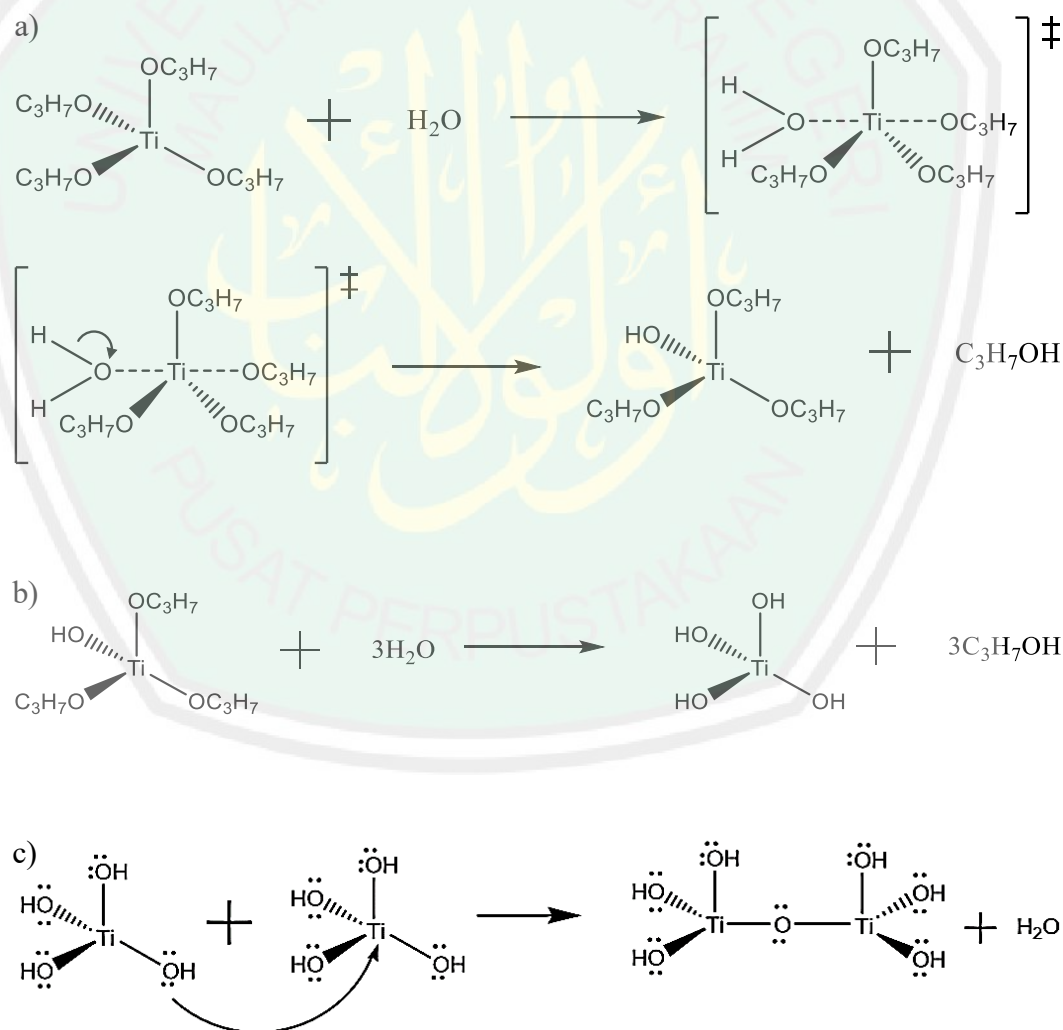
4.2 Sintesis TiO_2 -V (0,3%) Menggunakan Metode Sonikasi



Gambar 4.3 Proses sintesis TiO_2 -V (0,3%): (a) hasil pelarutan TTIP dan $V(acac)_3$ dalam isopropanol, (b) proses sonikasi, (c) hasil pencampuran larutan TTIP dan larutan $V(acac)_3$, (d) hasil setelah penambahan akuades.

Sintesis TiO_2 -V (0,3%) dilakukan dengan menggunakan prekursor TTIP, $V(acac)_3$, akuades, dan pelarut isopropanol. TTIP yang dilarutkan dalam isopropanol menghasilkan larutan tidak berwarna, sedangkan $V(acac)_3$ yang

terlarut dihasilkan warna kuning kecoklatan sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 4.3a. Adapun campuran dari kedua larutan tersebut menghasilkan warna kuning tanpa endapan seperti yang terlihat pada Gambar 4.3c. Penambahan akuades secara perlahan ke dalam campuran larutan tersebut bertujuan untuk mempercepat proses hidrolisis TTIP menjadi monomer $\text{Ti}(\text{OH})_4$ dan dilanjutkan dengan proses kondensasi-polimerisasi menjadi polimer TiO_2 . Proses hidrolisis yang terjadi oleh air (H_2O) ditunjukkan dengan terbentuknya gumpalan-gumpalan (flok-flok) berwarna kuning pucat seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3d.



Gambar 4.4 (a) reaksi hidrolisis TTIP oleh H_2O (Park, 2003), (b) reaksi hidrolisis $\text{Ti}(\text{OR})_3(\text{OH})$ oleh H_2O , dan (c) reaksi kondensasi $\text{Ti}(\text{OH})_4$.

Tahapan reaksi yang terjadi selama pembentukan polimer TiO_2 yaitu, hidrolisis, kondensasi, dan polimerisasi. Tahapan reaksi hidrolisis terjadi antara TTIP dengan H_2O , dimana tipe reaksi yang terjadi adalah reaksi substitusi nukleofilik bimolekuler (S_N^2) (Park, 2003). Gambar 4.4a menunjukkan tahap awal reaksi hidrolisis dimulai dengan nukleofil H_2O yang menyerang ion Titanium (Ti^{4+}) pada TTIP yang merupakan asam Lewis kuat. Selanjutnya secara bersamaan gugus isopropoksida dapat tergantikan oleh gugus hidroksil, dimana nukleofilisitas dari H_2O lebih kuat dibandingkan dengan isopropanol. Reaksi hidrolisis tersebut terjadi secara bertahap hingga keempat gugus isopropoksida dapat tergantikan oleh gugus hidroksil (Gambar 4.4b).

Tahap berikutnya yaitu reaksi kondensasi dimana terjadi penggabungan antara monomer $\text{Ti}(\text{OH})_4$ satu dengan monomer lain membentuk dimer $(\text{OH})_3\text{Ti}-\text{O}-\text{Ti}(\text{OH})_3$ disertai dengan pelepasan molekul sederhana, seperti H_2O (Gambar 4.4c). Dimer $(\text{OH})_3\text{Ti}-\text{O}-\text{Ti}(\text{OH})_3$ ini selanjutnya akan mengalami reaksi polimerisasi dengan cara bereaksi dengan dimer $(\text{OH})_3\text{Ti}-\text{O}-\text{Ti}(\text{OH})_3$ yang lain membentuk polimer TiO_2 .

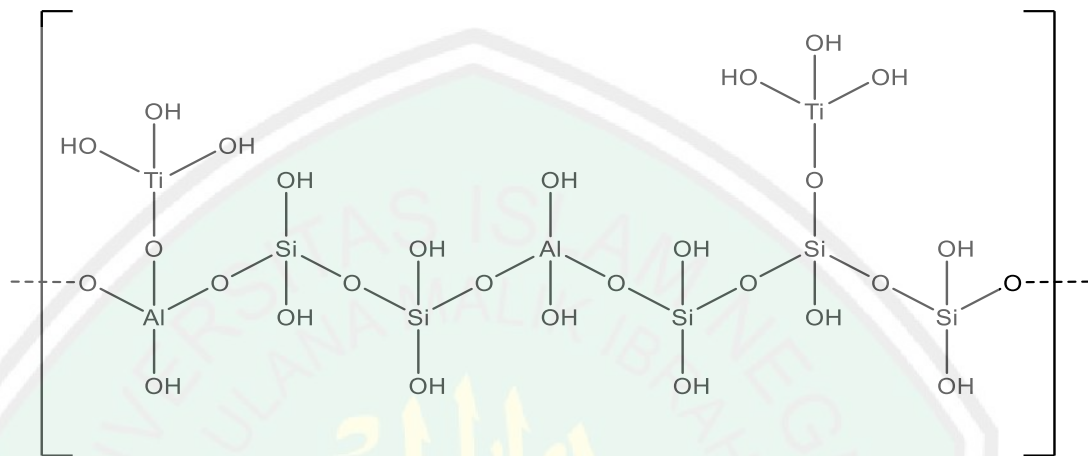
Vanadium asetilasetonat ($\text{V}(\text{acac})_3$) yang dilarutkan dalam isopropanol akan menghasilkan kation vanadium dengan bilangan oksidasi +3 (V^{3+}). Kation V^{3+} tersebut akan masuk dalam kisi TiO_2 secara substitusi, dimana sebagian kation Ti^{4+} dalam kisi TiO_2 akan digantikan oleh V^{3+} sebanyak konsentrasi dari $\text{V}(\text{acac})_3$ yang ditambahkan. Interaksi secara substitusi lebih disukai dikarenakan perbedaan jari-jari antara kation Ti^{4+} dan V^{3+} kurang dari 15%, dimana jari-jari kation V^{3+} (0,78 Å) sedikit lebih besar dibandingkan dengan jari-jari kation Ti^{4+} (0,745 Å) pada kisi TiO_2 .

4.3 Pengembangan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX Mesopori Menggunakan Metode Sonikasi

Proses pengembangan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX mesopori dilakukan dengan menggunakan prekursor TTIP, $\text{V}(\text{acac})_3$, pelarut isopropanol, NaX mesopori hasil sintesis, dan pelarut akuades. Adapun proses awal yang dilakukan sama dengan proses yang dilakukan pada saat sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%). Adapun perbedaan perlakuan terdapat pada larutan $\text{V}(\text{acac})_3$ yang telah dicampur dengan larutan TTIP tidak langsung disonikasi, akan tetapi dimasukkan terlebih dahulu ke dalam larutan zeolit NaX yang sebelumnya telah diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Campuran ketiga larutan tersebut selanjutnya baru disonikasi, sehingga diharapkan nantinya akan terjadi interaksi antara $\text{TiO}_2\text{-V}$ dan zeolit NaX.

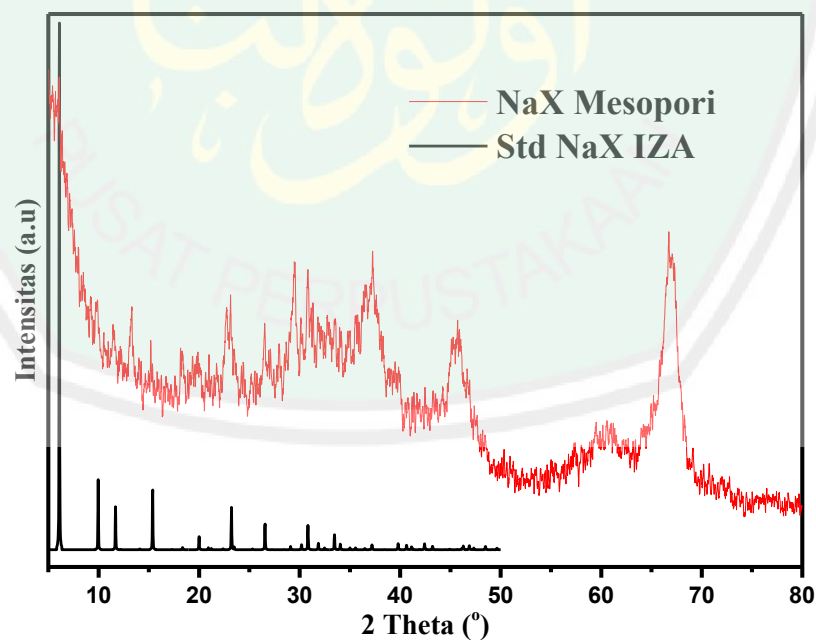
Adapun interaksi yang terjadi antara $\text{TiO}_2\text{-V}$ dan zeolit NaX dapat berupa interaksi secara kimia melalui pembentukan ikatan baru atau interaksi melalui gaya tarik antar molekul. Interaksi secara kimia dilaporkan terjadi melalui pembentukan ikatan kovalen Ti-O-Si yang muncul sebagai vibrasi asimetrik pada bilangan gelombang $950 - 960 \text{ cm}^{-1}$ (Huang, 2008). Gambar 4.5 menunjukkan terjadinya ikatan kovalen Ti-O-Si antara zeolit dan TiO_2 . Gugus hidroksil (HO^-) yang terikat pada atom Si dari zeolit akan bereaksi dengan atom hidrogen (H) pada permukaan TiO_2 menghasilkan molekul air (H_2O). Selanjutnya atom oksigen dari TiO_2 yang telah kehilangan atom H akan bereaksi dengan atom Si dari zeolit membentuk ikatan kovalen Ti-O-Si . Di sisi lain, interaksi secara kimia antara TiO_2 dan zeolit juga dapat terjadi melalui ikatan kovalen Ti-O-Al . Adapun mekanisme reaksi yang terjadi sama dengan mekanisme pembentukan ikatan Ti-O-Si . Hanya saja gugus hidroksil (HO^-) yang bereaksi dengan atom hidrogen (H) dari TiO_2 adalah gugus HO^- yang terikat pada atom Al dari zeolit (Li, 2005).

Adapun interaksi melalui gaya tarik antar molekul seperti, dipol-dipol, dan atau ikatan hidrogen ketika TiO_2 -V terdispersi di permukaan maupun dalam rongga NaX mesopori.



Gambar 4.5 Pembentukan ikatan kovalen Ti–O–Si dan Ti–O–Al antara TiO_2 dan zeolit (Li, 2005).

4.4 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan XRD



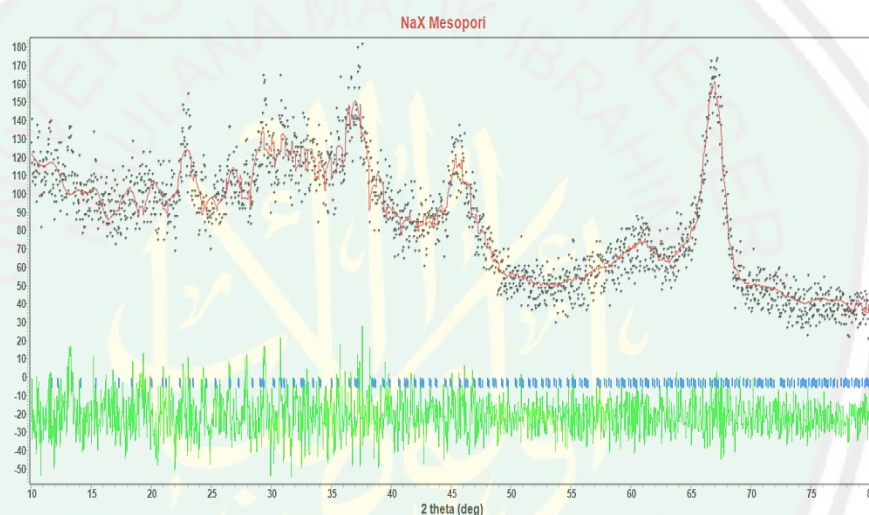
Gambar 4.6 Difraktogram NaX mesopori.

Karakterisasi material hasil sintesis menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui karakter struktur material hasil sintesis dan juga pengaruh variasi komposisi berdasarkan difraktogram yang dihasilkan. Difraktogram dari NaX mesopori hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.6. Berdasarkan Gambar 4.6 tersebut, NaX mesopori hasil sintesis memiliki karakteristik puncak khas pada sudut 2θ ($^{\circ}$) tertinggi pada sudut 6,09; 9,88; 11,4; 15,2; 23,15; 26,51; dan 33,5. Nilai 2θ tersebut memiliki kesesuaian dengan difraktogram standar NaX dari *International Zeolite Association* (IZA), yaitu pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 6,1; 9,96; 11,68; 15,38; 23,24; 26,56; dan 33,44.

Akan tetapi, berdasarkan Gambar 4.6 juga dapat diamati bahwa muncul satu puncak yang kurang sesuai dengan standar NaX (IZA), yaitu pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4 dikarenakan *range* atau batas sudut 2θ yang tersedia pada standar NaX hanya sampai pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 50. Di samping itu, puncak pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4 tersebut juga dibandingkan dengan standar tipe zeolit (IZA) yang lain, akan tetapi tidak ada satu pun difraktogram standar zeolit (IZA) yang mempunyai puncak karakteristik pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4. Hal ini juga disebabkan oleh batas sudut 2θ dari semua standar zeolit yang tersedia hanya mencapai sudut 2θ ($^{\circ}$) 50.

Ketidaksesuaian antara puncak yang muncul pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4 dengan standar berbagai jenis zeolit (IZA) tersebut dapat dikonfirmasi dengan cara membandingkan puncak tersebut dengan standar NaX yang muncul pada difraktogram hasil *refinement*. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa puncak yang muncul pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4 sesuai dengan standar NaX (garis vertikal warna biru) yang muncul pada difraktogram hasil *refinement*, sehingga dapat diketahui bahwa puncak yang muncul pada sudut 2θ ($^{\circ}$) 67,4 tersebut merupakan puncak

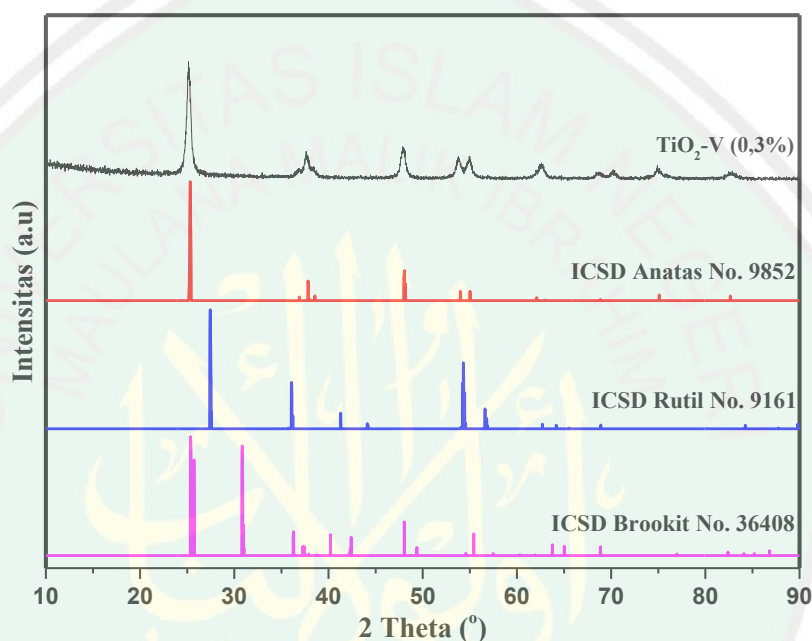
karakteristik dari NaX, bukan berasal dari campuran pengotor maupun campuran dari struktur zeolit lain. Hal tersebut sekaligus menunjukkan bahwa material NaX mesopori hasil sintesis yang terbentuk murni mengadopsi struktur zeolit NaX, tanpa adanya campuran pengotor ataupun campuran fasa lain. Adapun intensitas puncak difraktogram yang lebih rendah dibandingkan dengan intensitas puncak difraktogram standar menunjukkan bahwa struktur dari NaX mesopori yang terbentuk mempunyai kristalinitas yang relatif tidak terlalu tinggi.



Gambar 4.7 Difraktogram NaX mesopori hasil *refinement*.

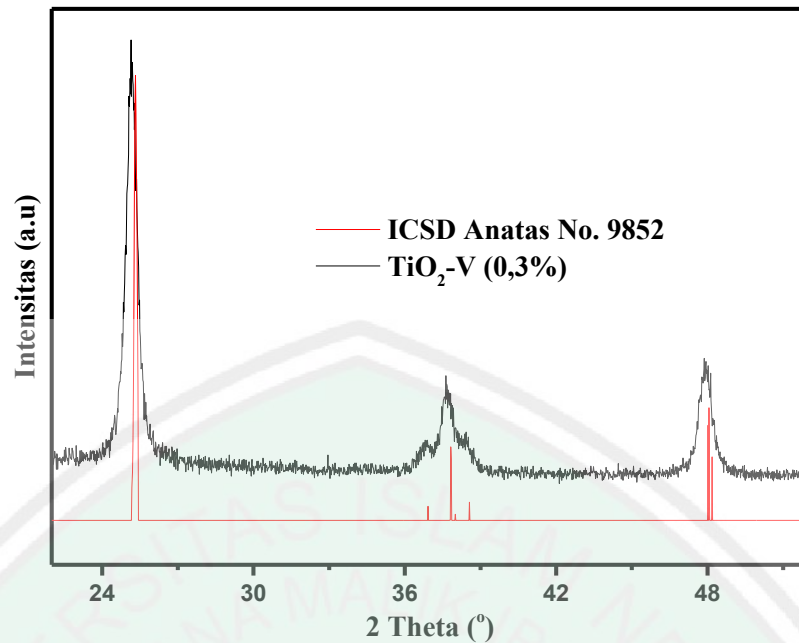
Gambar 4.8 menunjukkan bahwa material $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) hasil sintesis yang terbentuk mengadopsi fasa struktur anatase. Hal ini dapat diketahui dengan cara membandingkan difraktogram $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) hasil sintesis dengan difraktogram standar TiO_2 fasa anatase, fasa rutil, dan juga fasa brookite. Berdasarkan perbandingan tersebut, dapat diidentifikasi bahwa $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) hasil sintesis memiliki karakteristik puncak yang sama dengan karakteristik puncak yang muncul pada standar TiO_2 fasa anatase, yaitu pada posisi sudut 2θ ($^\circ$) 25, 37, 38, 48, 54, 55, 62, 68, 70, 75, dan 83. Berdasarkan Gambar 4.8 juga dapat

diketahui bahwa tidak ada karakteristik puncak dari vanadium oksida (V_2O_3) atau V_2O_5) pada posisi sudut 2θ ($^\circ$) 20, 26, 29, 30, 41, 44, dan 50 yang muncul pada difraktogram TiO_2 -V (0,3%) hasil sintesis. Hal ini mengindikasikan bahwa sebesar 0,3% dopan vanadium yang ditambahkan telah tersubstitusi dalam kisi TiO_2 tanpa membentuk fasa baru.



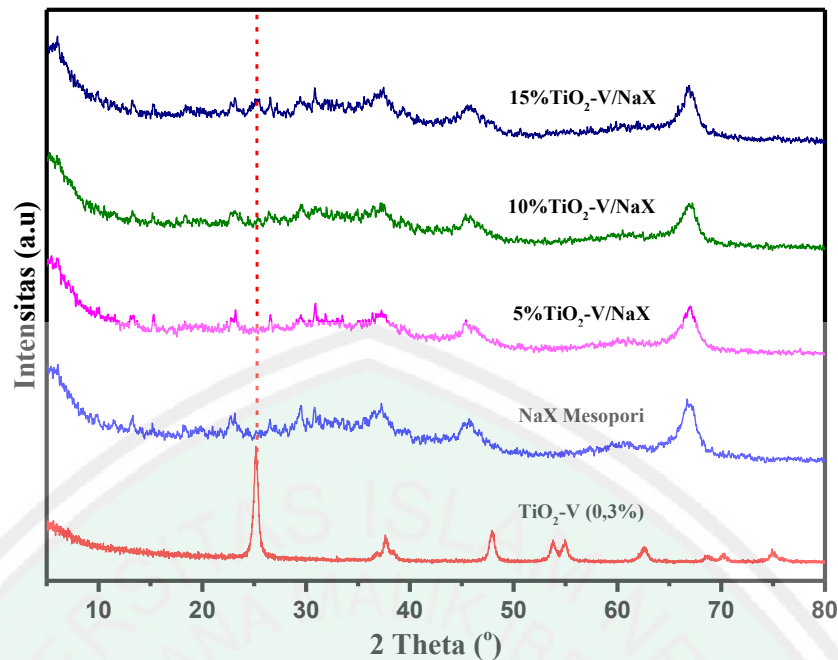
Gambar 4.8 Difraktogram TiO_2 -V (0,3%).

Adanya dopan vanadium dalam kisi TiO_2 dapat diidentifikasi dengan mengamati pergeseran puncak pada difraktogram yang dihasilkan. Akan tetapi, pergeseran puncak yang teramati antara difraktogram TiO_2 -V (0,3%) hasil sintesis dan difraktogram standar tidak cukup signifikan sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 4.9. Hal tersebut dapat disebabkan oleh konsentrasi dopan vanadium yang ditambahkan relatif rendah, sehingga distorsi yang dihasilkan akibat pergantian kation Ti^{4+} oleh V^{3+} tidak terlalu signifikan. Akibatnya, pergeseran puncak yang dihasilkan pun cenderung tidak signifikan.



Gambar 4.9 Hasil perbesaran difraktogram TiO₂-V (0,3%) dan standar TiO₂ anatase pada posisi 2θ (°) 23 sampai dengan 51.

Choi (2009) melaporkan bahwa adanya dopan vanadium yang telah tersubstitusi pada kisi TiO₂ dapat diketahui dari pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang lebih rendah. Pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang lebih rendah menunjukkan bahwa keberadaan logam vanadium dalam kisi TiO₂ memiliki bilangan oksidasi +3 (V^{3+}) dengan jari-jari kation sebesar 0,78 Å, dimana jari-jari tersebut sedikit lebih besar dibandingkan dengan jari-jari kation Ti^{4+} (0,745 Å) pada kisi TiO₂. Proses penggantian (substitusi) ion Ti^{4+} dengan ion V^{3+} yang memiliki jari-jari lebih besar membuat jarak antar bidang (*d interplanar*) dalam kisi TiO₂ mengalami distorsi menjadi semakin lebar, sehingga berdampak pada pergeseran puncak ke arah sudut 2θ yang semakin kecil. Hal ini sesuai dengan Hukum Bragg yang menjelaskan bahwa hubungan jarak antar bidang dengan sudut 2θ adalah berbanding terbalik.



Gambar 4.10 Difraktogram dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3), NaX mesopori, 5% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$.

Adapun difraktogram dari 5% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$ hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.10. Berdasarkan Gambar 4.10 tersebut dapat diamati bahwa tidak ada perubahan pola difraksi yang signifikan antara difraktogram NaX mesopori sebelum dan sesudah pengembangan. Adapun tidak adanya perubahan pola difraksi secara signifikan yang dimaksud adalah tidak adanya puncak baru yang muncul dan juga tidak adanya puncak karakteristik dari NaX mesopori yang hilang setelah dilakukannya proses pengembangan. Hal ini menunjukkan bahwa proses pengembangan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX mesopori yang dilakukan menggunakan metode sonikasi tidak sampai merusak struktur dari NaX mesopori yang relatif stabil. Di samping itu, intensitas dari puncak karakteristik NaX mesopori juga tidak mengalami penurunan yang signifikan setelah dilakukannya proses pengembangan, sehingga dapat diketahui bahwa adanya $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang telah terdispersi secara merata di dalam pori-

pori dan juga saluran NaX mesopori tidak sampai menurunkan kristalinitas dari NaX mesopori yang cenderung stabil.

Dari Gambar 4.10 tersebut juga dapat diidentifikasi bahwa tidak ada puncak karakteristik dari TiO_2 yang muncul pada difraktogram 5% TiO_2 -V/NaX. Hal ini dapat disebabkan oleh konsentrasi dari TiO_2 -V (0,3%) yang diembankan relatif terlalu rendah, sehingga kemungkinan besar tidak dapat terdeteksi oleh instrumen XRD. Di sisi lain, ketika konsentrasi TiO_2 -V (0,3%) yang diembankan meningkat menjadi 10% maka dapat dilihat bahwa muncul puncak karakteristik dari TiO_2 pada sudut 2θ ($^\circ$) 25 dengan intensitas yang relatif rendah. Puncak karakteristik dari TiO_2 juga dapat diamati pada difraktogram 15% TiO_2 -V/NaX dengan intensitas yang semakin tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa intensitas puncak karakteristik dari TiO_2 semakin meningkat berbanding lurus dengan meningkatnya konsentrasi dari TiO_2 -V (0,3%) yang diembankan.

Untuk mendapatkan data kristalografi dari material hasil sintesis dan mengetahui pengaruh variasi komposisi pengembangan terhadap data kristalografi TiO_2 dapat dilakukan dengan proses *refinement*. Adapun proses *refinement* dilakukan menggunakan aplikasi Rietica dengan metode *Le Bail*. Standar TiO_2 yang digunakan dalam proses *refinement* yaitu, TiO_2 fasa anatas no. 9852 dengan struktur tetragonal, grup ruang $I4_1/amd$, panjang a dan b sebesar 3,7842 Å, panjang c sebesar 9,5146 Å, dan volume sel sebesar 136,25 Å³, sedangkan standar NaX yang digunakan yaitu, NaX *IZA Structure Commission* dengan struktur kubus, grup ruang $Fd\bar{3}$, panjang a , b , dan c sebesar 25,099 Å, dan volume sel sebesar 14428,8 Å³.

Hasil *refinement* dari NaX mesopori terembankan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dengan variasi komposisi 0 : 100; 5 : 95; 10 : 90; 15 : 95; dan 100 : 0 dapat dilihat pada Tabel 4.1 yang menunjukkan bahwa data difraksi sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) memiliki kesesuaian yang baik dengan data standar TiO_2 fasa anatas (ICSD no. 9852), dan data difraksi sampel NaX mesopori beserta NaX mesopori terembankan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) variasi komposisi berat juga memiliki kesesuaian yang baik dengan data standar NaX (IZA). Adapun kesesuaian data tersebut ditandai dengan nilai *R-profile* (R_p) yang dihasilkan kurang dari 15%, *R-weight profile* (R_{wp}) kurang dari 20%, serta *Good of Fitness* (χ^2) kurang dari 5 (Andrieux, 2018).

Berdasarkan hasil *refinement* yang dirangkum pada Tabel 4.1, juga dapat diketahui bahwa $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) memiliki panjang a dan b sebesar 3,781736 Å, panjang c sebesar 9,510761 Å, dan volume sel satuan sebesar 136,018387 Å³. Hal ini menunjukkan bahwa sebesar 0,3% dopan vanadium yang ditambahkan menyebabkan perubahan parameter kisi dan volume sel satuan menjadi lebih kecil dibandingkan dengan standar TiO_2 fasa anatas no. 9852 yang mempunyai panjang a dan b sebesar 3,7842 Å, panjang c sebesar 9,5146 Å, dan volume sel satuan sebesar 136,25 Å³. Pemendekan parameter kisi dan penurunan volume sel tersebut menunjukkan terjadinya distorsi akibat sejumlah kation V^{4+} (0,72 Å) yang mensubstitusi kation Ti^{4+} (0,745 Å) dengan jari-jari yang lebih besar dalam kisi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%). Hal tersebut juga berarti bahwa logam vanadium yang semula mempunyai bilangan oksidasi +3 (V^{3+}) mengalami oksidasi terlebih dahulu menjadi V^{4+} sebelum menggantikan kation Ti^{4+} dalam kisi TiO_2 .

Tabel 4.1 Data Kristalografi TiO₂-V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi hasil *refinement* menggunakan metode *Le Bail*

Parameter	Sampel							
	TO ₂ -V (0,3%)	NaX Mesopori	5%TiO ₂ -V/NaX		10%TiO ₂ -V/NaX		15%TiO ₂ -V/NaX	
			Anatas	NaX	Anatas	NaX	Anatas	NaX
Sistem Kristal	Tetragonal	Kubus	Tetragonal	Kubus	Tetragonal	Kubus	Tetragonal	Kubus
Grup Ruang	I4 ₁ /amd	Fd3	I4 ₁ /amd	Fd3	I4 ₁ /amd	Fd3	I4 ₁ /amd	Fd3
Jumlah Satuan	4	32	4	32	4	32	4	32
Asimetrik (Z)								
Panjang <i>a</i> dan <i>b</i> (Å)	3,781736	25,099459	3,779785	25,105141	3,752895	24,725325	3,784835	25,006828
Panjang <i>c</i> (Å)	9,510761	25,099459	9,506922	25,105141	9,435574	24,725325	9,49705	25,006828
Volume Sel Satuan (Å ³)	136,018387	-	135,82323	-	132,89267	-	136,04503	-
R _p (%)	12,24	9,7	9,9	9,9	9,99	9,99	9,99	9,99
R _{wp} (%)	9,51	11,72	11,35	11,35	11,36	11,36	11,16	11,16
GoF (χ ²)	0,1305	0,1876	0,1535	0,1535	0,1556	0,1556	0,1588	0,1588
Persentase Relatif (%)	-	-	0,11	99,89	0,11	99,89	0,11	99,89

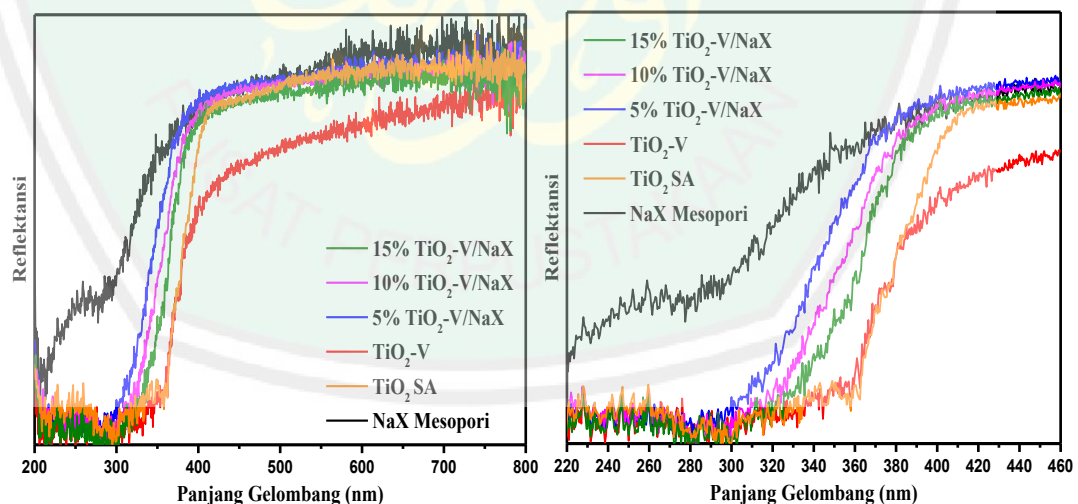
Berbeda halnya dengan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%), NaX mesopori hasil sintesis menghasilkan nilai parameter kisi dengan panjang a , b , dan c sebesar 25,099459 Å, dimana nilai tersebut relatif sama atau tidak mengalami perubahan yang signifikan dibandingkan dengan nilai parameter kisi dari standar NaX IZA *Structure Commission* yang mempunyai panjang a , b , dan c sebesar 25,099 Å. Hal tersebut menunjukkan bahwa material NaX mesopori hasil sintesis yang terbentuk cenderung memiliki struktur dan nilai parameter kisi yang sesuai dengan standar NaX yang diperoleh dari IZA. Adapun parameter kisi dan volume sel masing-masing fasa dari sampel 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ juga dapat dilihat pada Tabel 4.1, dimana pemanjangan atau pemendekan parameter kisi yang dihasilkan cenderung acak. Hal tersebut menunjukkan bahwa peningkatan maupun penurunan parameter kisi pada ketiga sampel tersebut tidak dapat dikaitkan dengan besar kecilnya konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diembankan pada NaX mesopori. Di sisi lain, ketiga sampel tersebut juga memiliki persentase relatif yang sama, yaitu sebesar 0,11% untuk fasa anatas dan 99,89% untuk fasa NaX.

4.5 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan UV-Vis DRS

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui serapan sinar dan juga energi celah pita dari material hasil sintesis. Di samping itu, karakterisasi UV-Vis DRS juga dilakukan pada TiO_2 anatas Sigma-Aldrich (SA) sebagai pembanding karakteristik serapan sinar dan energi celah pita yang dihasilkan dari material hasil sintesis. Hasil karakterisasi yang berupa panjang gelombang dan persentase reflektan diolah menggunakan persamaan Kubelka-Munk menghasilkan 3 (tiga) buah plot grafik. Grafik yang pertama dapat dilihat

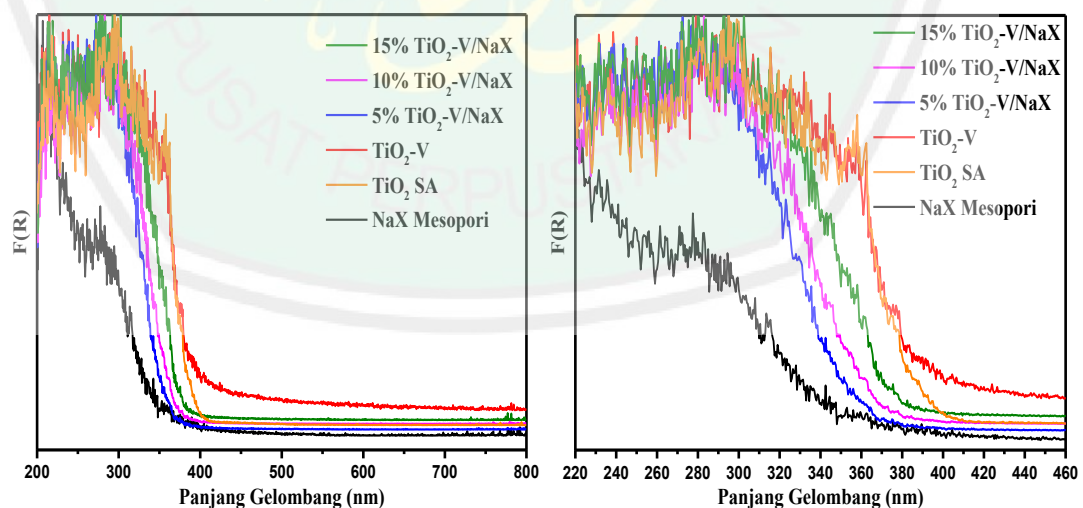
pada Gambar 4.11, yang menunjukkan plot hubungan antara panjang gelombang dan nilai reflektansi.

Berdasarkan Gambar 4.11 dapat diamati bahwa TiO_2 SA memiliki nilai reflektansi yang paling rendah pada daerah sinar UV dengan rentang panjang gelombang 300 – 380 nm, sedangkan ketika memasuki daerah sinar tampak ($\lambda \geq 380$ nm) mengalami kenaikan nilai reflektansi dan cenderung semakin tinggi seiring dengan meningkatnya panjang gelombang sinar tampak. Adapun $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) juga memiliki nilai reflektansi yang serupa dengan nilai reflektansi TiO_2 SA pada daerah sinar UV ($\lambda \leq 380$ nm), akan tetapi ketika mendekati daerah sinar tampak ($\lambda \geq 380$ nm) kenaikan nilai reflektansi yang dihasilkan jauh lebih rendah dibandingkan dengan TiO_2 SA. Berbeda halnya dengan TiO_2 , NaX mesopori yang bukan termasuk material semikonduktor memiliki nilai reflektansi yang relatif paling tinggi, baik pada daerah sinar UV, maupun daerah sinar tampak.



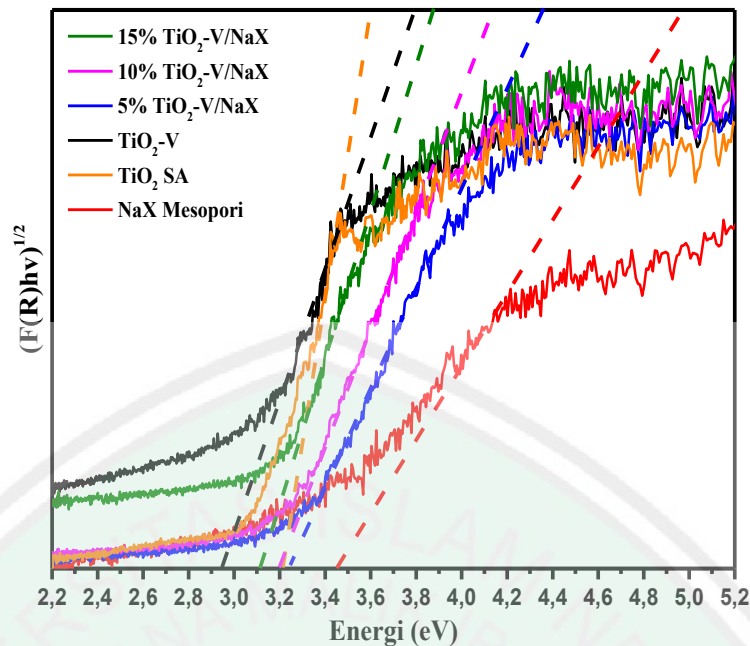
Gambar 4.11 Plot hasil DRS $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi antara reflektansi dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200 – 800 nm dan (b) 220 – 460 nm.

Adanya $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori dengan variasi komposisi mampu menghasilkan nilai reflektansi yang lebih rendah pada daerah sinar UV dan juga sinar tampak dibandingkan dengan nilai reflektansi dari NaX mesopori murni, akan tetapi masih lebih tinggi daripada nilai reflektansi dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%). Hal ini dapat diamati dari nilai reflektansi dari 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ yang berada di antara nilai reflektansi dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dan NaX mesopori, dimana kecenderungan nilai reflektansinya yang semakin tinggi seiring dengan semakin rendahnya konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diimbangkan. Nilai reflektansi yang dihasilkan menunjukkan besarnya sinar yang dipantulkan ketika suatu berkas sinar tertentu mengenai permukaan suatu material dan berbanding terbalik dengan nilai absorbansi atau kemampuan menyerap suatu berkas sinar. Semakin tinggi nilai reflektansi yang dihasilkan, maka kemampuan menyerap sinarnya semakin rendah begitupun sebaliknya.



Gambar 4.12 Plot hasil DRS $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi antara faktor Kubelka-Munk ($F(R)$) dengan panjang gelombang pada rentang (a) 200 – 800 nm dan (b) 220 – 460 nm.

Grafik yang kedua yaitu plot hubungan antara panjang gelombang dan faktor kubelka-munk ($F(R)$) yang ditunjukkan pada Gambar 4.12. Besarnya faktor kubelka-munk berbanding terbalik dengan nilai reflektansi dan berbanding lurus dengan besarnya koefisien absorpsi per *scattering* (k/s), sehingga nilai $F(R)$ menunjukkan besarnya koefisien absorpsi optik atau kemampuan absorpsi sinar. Berdasarkan nilai $F(R)$ yang dihasilkan, TiO_2 SA mempunyai kemampuan menyerap sinar yang cukup baik pada daerah sinar UV, akan tetapi mengalami penurunan ketika memasuki daerah sinar tampak ($\lambda > 360 \text{ nm}$) dan kemampuannya semakin menurun seiring dengan meningkatnya panjang gelombang sinar tampak. Adanya dopan vanadium sebesar 0,3% yang ditambahkan mampu meningkatkan kemampuan menyerap sinar pada daerah sinar tampak secara signifikan dibandingkan dengan TiO_2 tanpa doping (TiO_2 SA). Hal ini dapat diamati dari penurunan nilai $F(R)$ TiO_2 SA yang jauh lebih rendah dibandingkan dengan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) ketika memasuki daerah sinar tampak ($\lambda > 360 \text{ nm}$). Di sisi lain, NaX yang bukan tergolong bahan semikonduktor memiliki kemampuan menyerap sinar yang relatif lebih rendah, baik pada daerah sinar UV, maupun daerah sinar tampak, dibandingkan dengan TiO_2 yang merupakan material semikonduktor. Proses pengembangan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada NaX mesopori terbukti mampu meningkatkan kemampuan menyerap sinar menjadi lebih baik dibandingkan dengan NaX mesopori murni, dimana semakin tinggi konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diembankan menghasilkan peningkatan kemampuan menyerap sinar yang cenderung semakin tinggi. Hal ini dapat diamati dari 5% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}/\text{NaX}$ yang secara berturut-turut memiliki nilai $F(R)$ semakin meningkat.



Gambar 4.13 Penentuan nilai energi celah pita $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi.

Gambar 4.13 menunjukkan grafik yang ketiga, yaitu plot hubungan antara $(F(R)hv)^{1/2}$ dengan energi (eV). Adapun plot ini digunakan untuk menentukan energi celah pita dari TiO_2 SA dan NaX mesopori terembankan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) hasil sintesis. Penentuan energi celah pita dilakukan dengan menarik garis lurus pada grafik hingga memotong sumbu x. Hasil penentuan nilai energi celah pita dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil penentuan energi celah pita $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi

No	Sampel	Energi Celah Pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
1	TiO_2 SA	3,21	385,15
2	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 0,3%	2,94	420,52
3	NaX Mesopori	3,46	357,32
4	5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	3,24	381,58
5	10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	3,2	386,35
6	15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$	3,11	397,53

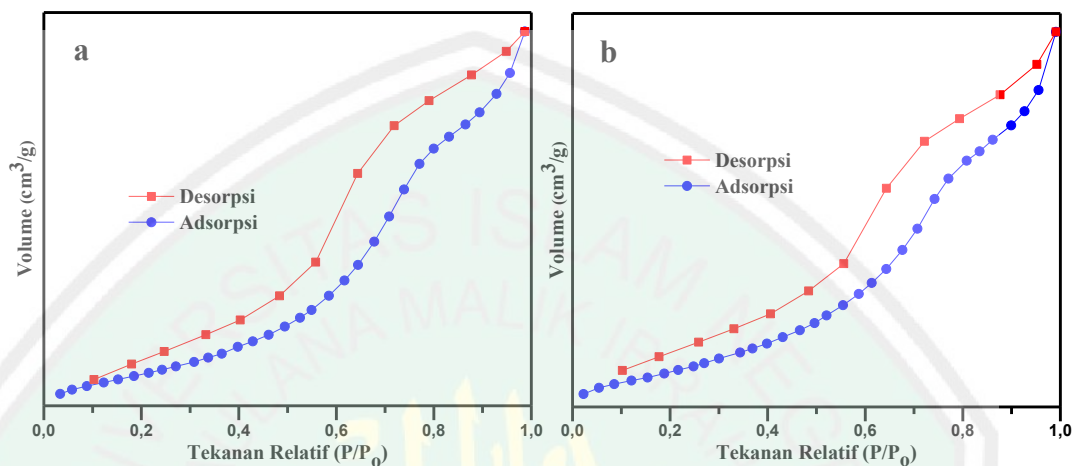
Berdasarkan Tabel 4.2 tersebut dapat diketahui bahwa energi celah pita TiO_2 Anatas SA adalah sebesar 3,21 eV, sedangkan $\text{TiO}_2\text{-V}$ 0,3% memiliki energi celah pita sebesar 2,94 eV. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium sebesar 0,3% mampu menyebabkan penurunan energi celah pita TiO_2 dari 3,21 eV menjadi 2,94 eV. Keberadaan logam vanadium dalam kisi TiO_2 menyebabkan distorsi pada struktur $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang menghasilkan cacat pada kisi TiO_2 , sehingga mengakibatkan terbentuknya sub celah pita baru di antara pita valensi dan pita konduksi. Adanya sub celah pita baru tersebut memungkinkan elektron untuk tereksitasi dengan energi yang lebih rendah atau pada panjang gelombang yang lebih tinggi.

Berdasarkan Tabel 4.2 juga dapat diamati bahwa 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ mempunyai energi celah pita secara berturut-turut yaitu, 3,24; 3,2; dan 3,11 eV. Hal ini menunjukkan pengaruh dari besarnya konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori terhadap energi celah pita yang dihasilkan, dimana besarnya energi celah pita berbanding terbalik dengan besarnya konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diimbangkan. Semakin tinggi konsentrasi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diimbangkan menghasilkan energi celah pita yang semakin kecil begitupun sebaliknya.

4.6 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi Nitrogen (N_2)

Karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 dilakukan untuk mengetahui tipe isotherm, luas permukaan, dan ukuran pori dari sampel NaX mesopori dan juga sampel NaX mesopori terimbangkan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ (15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$) sebagai material hasil sintesis yang mempunyai nilai energi celah pita paling rendah. Analisis luas permukaan dilakukan dengan metode BET,

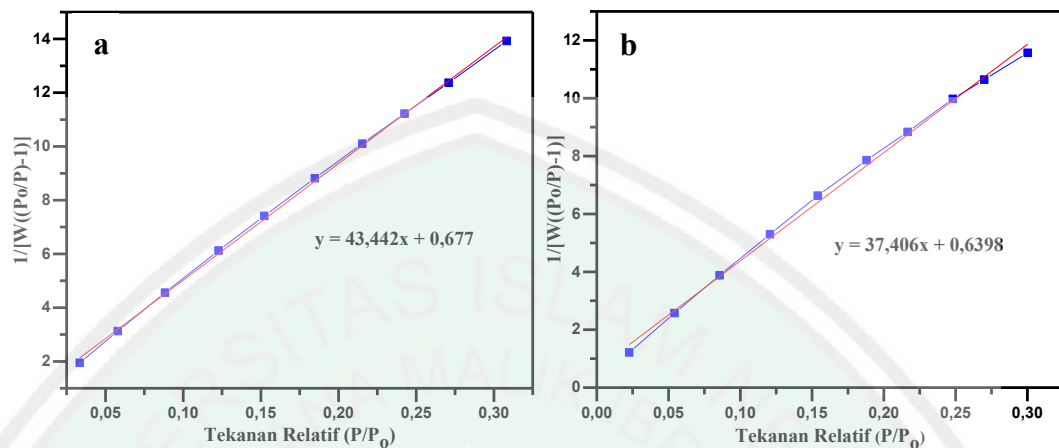
sedangkan analisis ukuran pori menggunakan metode BJH. Adapun hasil penentuan tipe isoterm dari NaX mesopori dan NaX mesopori terembankan 15%TiO₂-V dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.14 Isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 15% TiO₂-V.

Berdasarkan klasifikasi IUPAC, dapat diidentifikasi bahwa NaX mesopori dan juga NaX mesopori terembankan 15%TiO₂-V hasil sintesis menghasilkan isoterm tipe IV, dimana tipe isoterm tersebut merupakan karakteristik materi padatan mesopori yang ditandai dengan adanya *hysteresis loop*. Terbentuknya *hysteresis loop* disebabkan oleh volume gas nitrogen (N₂) yang teradsorp atau terserap pada permukaan NaX mesopori berbeda dengan volume gas N₂ yang terdesorp atau dilepaskan. Di sisi lain, adanya *hysteresis loop* yang teramati juga dikarenakan terjadinya kondensasi kapiler akibat *pore blocking* dan atau kavitasi. Adapun tipe *hysteresis loop* yang terbentuk baik pada NaX mesopori maupun NaX mesopori terembankan 15%TiO₂-V hasil sintesis adalah kombinasi dari tipe H₂ dan tipe H₃. Kombinasi dari kedua *hysteresis loop* tersebut memberikan

informasi bahwa kedua sampel yang dianalisis mempunyai pori-pori sempit berbentuk slit dan botol tinta (*ink-bottle*) (ALothman, 2012).

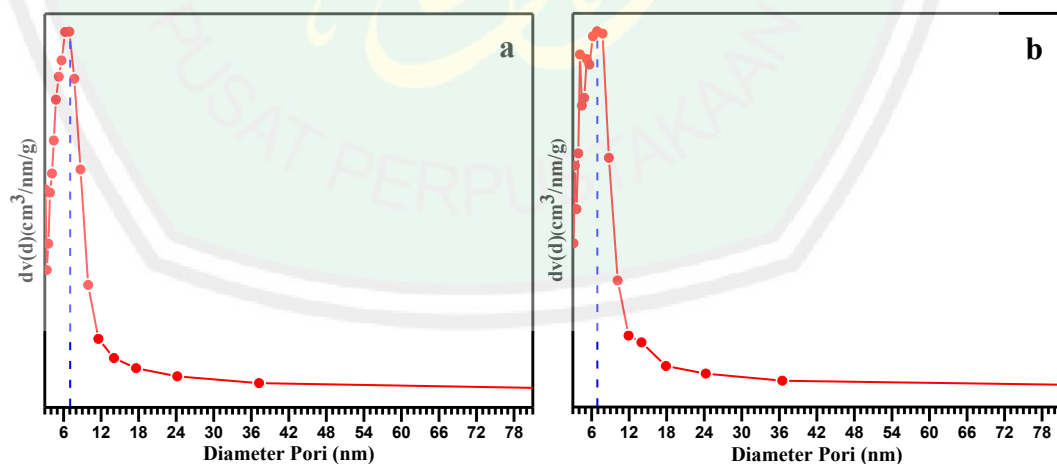


Gambar 4.15 Penentuan luas permukaan menggunakan BET dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$.

Gambar 4.15 menunjukkan kurva hasil analisis luas permukaan menggunakan metode BET. Dari kurva tersebut didapatkan persamaan regresi $y = ax + b$ dimana nilai a menunjukkan *slope*, sedangkan nilai b merupakan intersep. Luas permukaan dapat ditentukan melalui operasi perhitungan antara nilai *slope* dan nilai intersep sebagaimana yang dapat dilihat pada Lampiran L.6.3. Adapun luas permukaan yang dihasilkan dari NaX mesopori dan juga NaX mesopori terembankan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ secara berturut-turut adalah sebesar 78,934 m^2/g dan 91,535 m^2/g . Adanya $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang diembankan pada NaX mesopori diperkirakan akan menurunkan luas permukaan dari NaX mesopori murni dikarenakan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang diembankan nantinya akan mengisi pori-pori dari NaX mesopori, sehingga menyebabkan penyumbatan pori yang berdampak pada berkurangnya total luas permukaannya. Akan tetapi, hasil analisis luas permukaan dengan metode BET menunjukkan bahwa proses pengembanan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada

NaX mesopori menggunakan metode sonikasi cenderung mampu menghasilkan luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan NaX mesopori murni yang disintesis dengan metode hidrotermal.

Peningkatan luas permukaan setelah dilakukannya proses pengembangan ini dimungkinkan pengaruh dari metode yang digunakan. Adanya efek kavitasi akustik yang dihasilkan pada metode sonikasi mampu membuat partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ dapat terdispersi secara merata dalam pori-pori NaX mesopori tanpa menyumbat keseluruhan pori-porinya. Di sisi lain, adanya efek kavitasi akustik selama proses sonikasi berlangsung juga berperan dalam menghasilkan material fotokatalis dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Zunic (2014) melaporkan bahwa material Pt- TiO_2 yang disintesis menggunakan metode sonikasi menghasilkan ukuran partikel yang paling kecil (7 nm) dibandingkan dengan material Pt- TiO_2 yang disintesis dengan metode hidrotermal maupun metode sol-presipitasi yang menghasilkan ukuran partikel secara berturut-turut sebesar 16 nm dan 14 nm.



Gambar 4.16 Distribusi ukuran pori dari (a) NaX mesopori dan (b) NaX mesopori terembankan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$.

Kurva distribusi ukuran pori yang dihasilkan dari analisis ukuran pori menggunakan metode BJH dapat dilihat pada Gambar 4.16. Berdasarkan kurva tersebut, dapat diidentifikasi bahwa NaX mesopori dan NaX mesopori terembankan 15% TiO₂-V secara berturut-turut menghasilkan ukuran pori sebesar 6,93 nm dan 6,88 nm. Hal tersebut menunjukkan bahwa material NaX mesopori yang disintesis memiliki pori berukuran meso dengan rentang ukuran pori 2 hingga 50 nm. Di sisi lain, adanya 15% TiO₂-V yang diembankan pada NaX mesopori menggunakan metode sonikasi menyebabkan ukuran pori dari NaX mesopori mengalami sedikit penurunan. Hal tersebut sekaligus memberikan informasi bahwa sebagian kecil partikel dari TiO₂-V yang diembankan berada dalam pori-pori NaX mesopori tanpa menyumbat keseluruhan pori-porinya.

Adapun hasil karakterisasi dari adsorpsi-desorpsi N₂ secara lengkap dapat dilihat pada Tabel 4.3. Berdasarkan Tabel tersebut, dapat diketahui bahwa NaX mesopori hasil sintesis memiliki luas permukaan (78,934 m²/g) yang lebih rendah dibandingkan dengan NaX yang mempunyai luas permukaan sebesar 583,3 m²/g. Penurunan luas permukaan tersebut dikarenakan terbentuknya pori berukuran meso pada NaX mesopori hasil sintesis, sehingga membuat sebagian permukaan (sisi aktif) dari struktur NaX mesopori menjadi semakin berkurang. Sehingga secara tidak langsung, terbentuknya pori berukuran meso mengakibatkan luas permukaan spesifik dari NaX mesopori hasil sintesis menjadi semakin kecil. Penurunan luas permukaan spesifik akibat terbentuknya pori berukuran meso pada NaX mesopori juga dilaporkan oleh Gomez (2018), dimana material NaX hasil sintesis yang semula memiliki luas permukaan spesifik (S_{BET}) sebesar 720 m²/g mengalami penurunan setelah dilakukan modifikasi menggunakan *template*

surfaktan anionik SDBS, menghasilkan NaX mesopori dengan luas permukaan spesifik (S_{BET}) yang hanya sebesar $440 \text{ m}^2/\text{g}$.

Tabel 4.3 Hasil karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 .

Parameter	TiO_2^*	NaX**	NaX Mesopori	15% TiO_2 - V/NaX
Luas permukaan (m^2/g)	33,6	583,8	78,934	91,535
Volume pori adsorpsi BJH (cm^3/g)	-	-	0,236	0,261
Luas permukaan adsorpsi BJH (m^2/g)	-	-	118,644	123,717
Diameter pori adsorpsi BJH (nm)	-	-	6,9255	6,8881
Volume pori desorpsi BJH (cm^3/g)	-	-	0,234	0,254
Luas permukaan desorpsi BJH (m^2/g)	-	-	148,058	150,352
Diameter pori desorpsi BJH (nm)	-	-	5,2853	5,2737
Volume pori total (cm^3/g)	-	0,215	0,2215	0,2514
Rata-rata diameter pori (nm)	-	1,502	11,2261	10,9867

*Zhang, 2013

**Zhang, 2015

Di sisi lain, adanya perlakuan kalsinasi juga dapat menyebabkan keruntuhan sebagian dari struktur kerangka NaX mesopori yang berdampak pada luas permukaan spesifiknya yang semakin rendah (Gomez, 2018). Adapun proses pengembangan 15% TiO_2 -V pada NaX mesopori mampu meningkatkan luas permukaan spesifik dari TiO_2 murni yang semula hanya sebesar $33,6 \text{ m}^2/\text{g}$

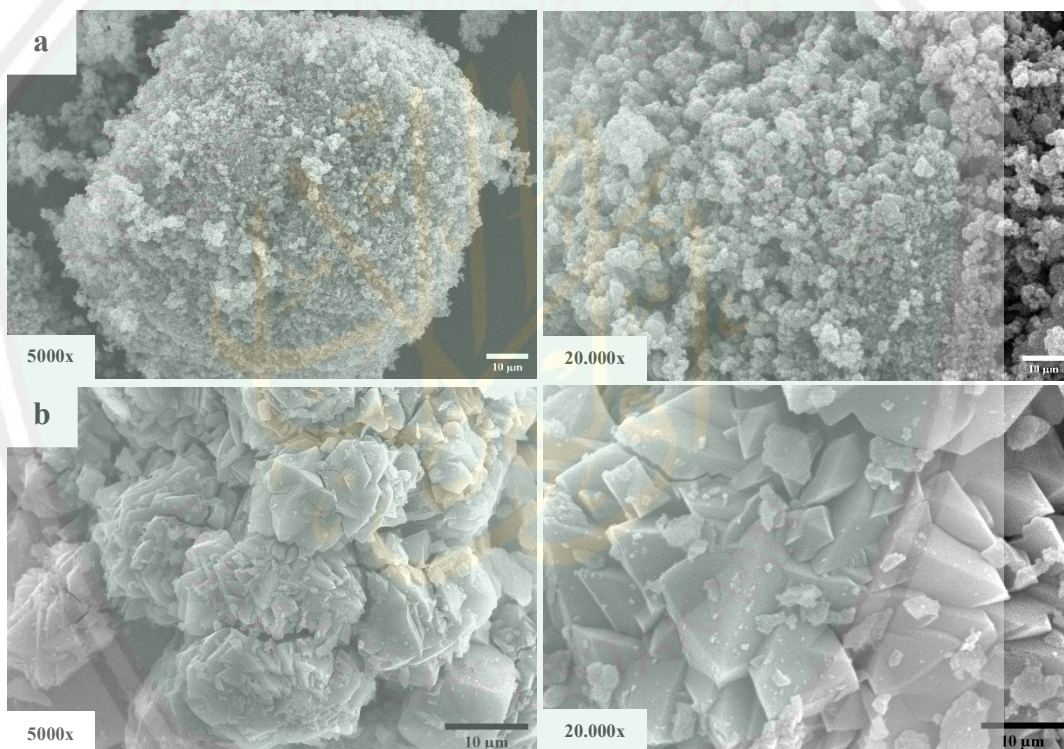
meningkat menjadi $91,535 \text{ m}^2/\text{g}$. Hal ini dipengaruhi oleh partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang terdispersi secara merata baik di permukaan maupun pori-pori dari NaX mesopori, sehingga luas permukaan dan juga situs aktif yang dihasilkan dari material fotokatalis hasil pengembangan menjadi semakin meningkat.

Dari Tabel 4.3 tersebut, juga dapat diamati bahwa NaX mesopori hasil sintesis menghasilkan volume pori total ($0,2215 \text{ cm}^3/\text{g}$) dan rata-rata diameter pori ($11,2261 \text{ nm}$) yang lebih besar dibandingkan dengan volume pori total dan rata-rata diameter pori yang dihasilkan dari NaX, yaitu sebesar $0,215 \text{ cm}^3/\text{g}$ dan $1,502 \text{ nm}$. Sehingga, dapat diketahui bahwa adanya pori berukuran meso yang terbentuk pada NaX mesopori mampu meningkatkan volume pori total dari NaX berukuran mikro. Adapun proses pengembangan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada NaX mesopori menghasilkan penyempitan diameter pori rata-rata dari NaX mesopori yang semula sebesar $11,261 \text{ nm}$ menjadi $10,9867 \text{ nm}$. Hal tersebut disebabkan oleh sebagian kecil partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang diembankan tersebar secara merata di sekitar pintu pori dari NaX mesopori, sehingga berdampak pada ukuran diameter pori yang semakin berkurang.

Di sisi lain, proses pengembangan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada NaX mesopori yang dilakukan dengan metode sonikasi juga mampu menghasilkan peningkatan volume pori total dari NaX mesopori sebelum pengembangan yang semula sebesar $0,2215 \text{ cm}^3/\text{g}$ menjadi sebesar $0,2514 \text{ cm}^3/\text{g}$. Adanya 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang diembankan pada NaX mesopori diperkirakan akan membuat volume pori total dari NaX mesopori menjadi semakin rendah, disebabkan adanya $\text{TiO}_2\text{-V}$ yang mengisi pori-pori dari NaX mesopori. Akan tetapi, hasil analisis volume pori total menunjukkan bahwa proses pengembangan 15% $\text{TiO}_2\text{-V}$ pada NaX mesopori

menggunakan metode sonikasi cenderung mampu meningkatkan volume pori total dibandingkan dengan NaX mesopori murni yang disintesis dengan metode hidrotermal. Hal ini dapat dipengaruhi oleh efek kavitasi akustik yang dihasilkan selama proses sonikasi, sehingga mampu membuat partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ dapat terdispersi secara merata dalam pori-pori NaX mesopori tanpa menyumbat keseluruhan pori-porinya. Adanya efek kavitasi akustik juga dapat membuat struktur pori dari NaX mesopori menjadi lebih lebar.

4.7 Karakterisasi Material Hasil Sintesis Menggunakan SEM-EDX



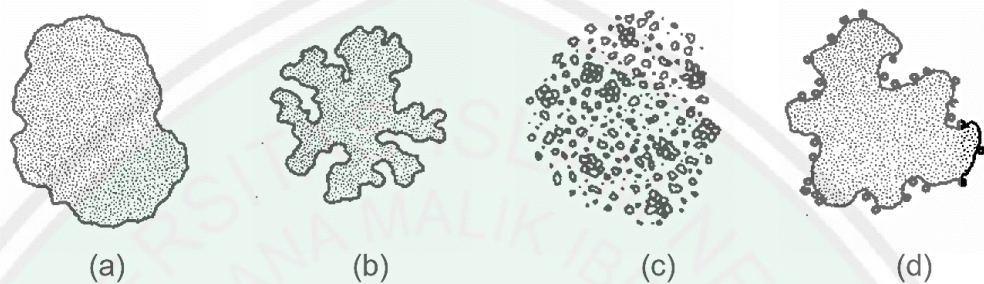
Gambar 4.17 Morfologi permukaan partikel dari (a) $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dan (b) NaX Mesopori pada perbesaran 5000x dan 20.000x.

Material hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX. Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui karakter partikel dari NaX mesopori terembankan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) dengan variasi komposisi

berat 0 : 100; 5 : 95; 10 : 90; 15 : 95; dan 100 : 0, sedangkan karakterisasi menggunakan EDX bertujuan untuk mengetahui komposisi unsur penyusunnya. Berdasarkan Gambar 4.17a, dapat diamati bahwa terjadi aglomerasi (penggabungan) antara partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ satu dengan yang lain membentuk suatu aglomerat (gumpalan) partikel berbentuk sferik dengan ukuran yang lebih besar (diameter $\sim 20 \mu\text{m}$) sebagaimana yang terlihat pada perbesaran 5000x. Adanya partikel-partikel penyusun aglomerat tersebut dapat diamati dengan lebih jelas ketika perbesaran ditingkatkan menjadi 20.000x, dimana partikel tersebut memiliki morfologi berbentuk sferik dengan ukuran yang lebih kecil. Terjadinya aglomerasi partikel juga dilaporkan oleh Kahattha (2013), dimana partikel $\text{TiO}_2\text{-V}$ (5%) yang disintesis menggunakan metode sonikasi dan proses kalsinasi pada suhu 500°C menghasilkan morfologi partikel yang mengalami agregasi membentuk agregat partikel yang lebih besar.

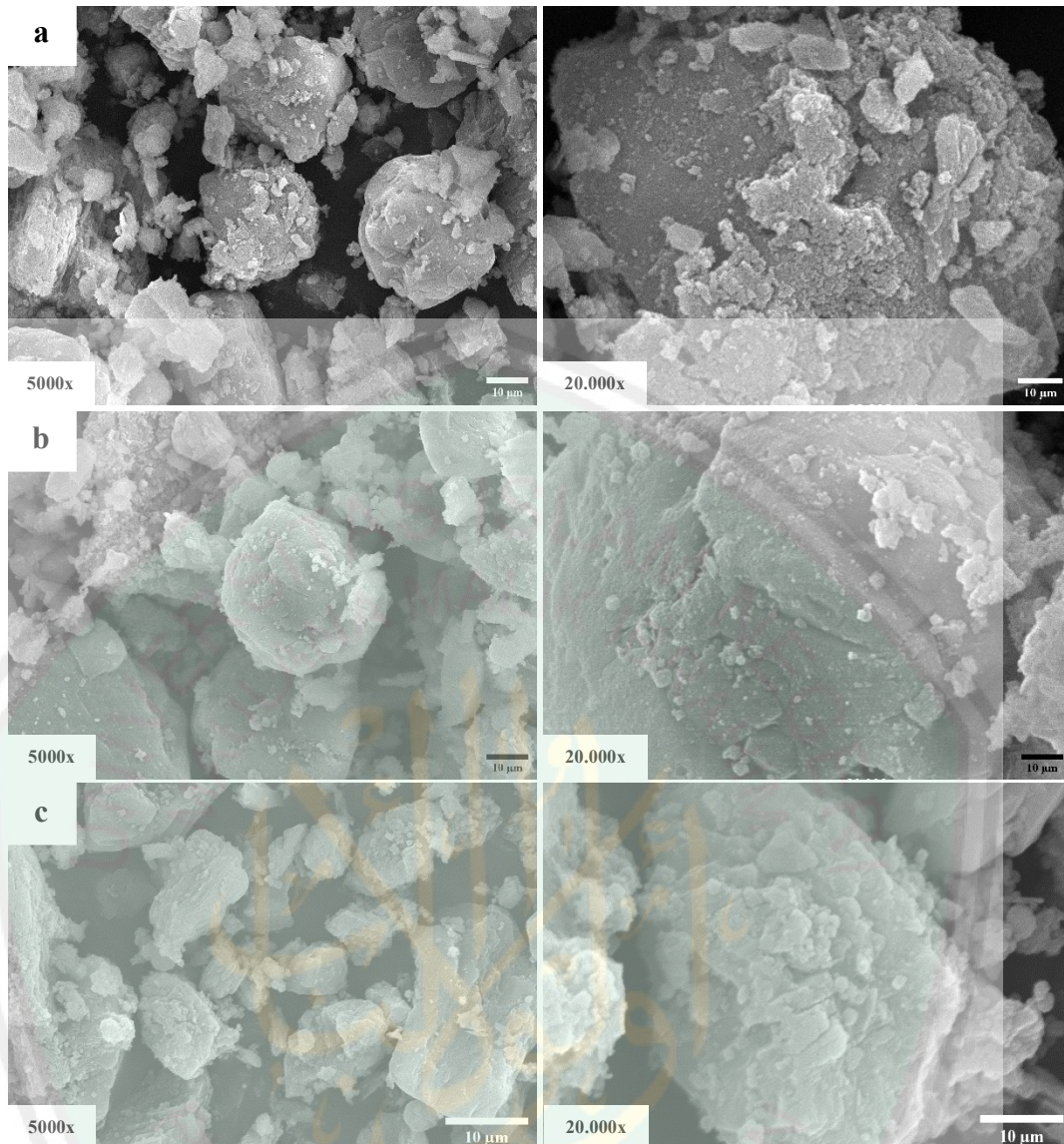
Adapun NaX mesopori yang disintesis dengan metode hidrotermal terlihat mempunyai morfologi partikel berbentuk poligonal dengan permukaan partikel yang sedikit acak atau tidak rata (Gambar 4.17b). Hasil morfologi tersebut memiliki kemiripan dengan hasil morfologi dari zeolit NaX yang disintesis menggunakan metode dan perlakuan yang sama, yaitu sama-sama menggunakan metode hidrotermal dengan suhu kristalisasi 90°C selama 20 jam (Zhang, 2013). Pada perbesaran 20.000x, dapat diamati bahwa permukaan yang acak atau tidak rata tersebut disebabkan oleh adanya lubang atau rongga yang dimungkinkan berasal dari pori-pori zeolit. Hal tersebut semakin diperkuat dengan kemiripan bentuk morfologi antara morfologi permukaan dari NaX mesopori hasil sintesis dengan morfologi permukaan dari padatan berpori, sebagaimana ditunjukkan pada

Gambar 4.18b. Berdasarkan Gambar 4.18b tersebut dapat diketahui bahwa padatan berpori mempunyai permukaan yang acak membentuk suatu cekungan atau lubang. Adanya cekungan tersebut berasal dari pori-pori dengan ukuran tertentu yang tersebar secara merata pada permukaan padatan berpori.



Gambar 4.18 Morfologi permukaan dari (a) padatan non pori, (b) padatan berpori, (c) partikular, dan (d) partikel katalis *tersupport* (Prasetyoko, 2018).

Gambar 4.19 menunjukkan bahwa sampel 5%TiO₂-V/NaX (Gambar 4.19a) dan 10%TiO₂-V/NaX (Gambar 4.19b) mempunyai morfologi partikel yang sama, yaitu berbentuk sferik (bulat), sedangkan sampel 15%TiO₂-V/NaX (Gambar 4.19c) menghasilkan morfologi partikel yang cenderung agak lonjong. Terlepas dari perbedaan bentuk partikel tersebut, ketiga sampel variasi pengembangan ini sama-sama mempunyai morfologi permukaan yang sebagian besar tertutupi oleh partikel-partikel kecil. Partikel-partikel kecil tersebut dimungkinkan berasal dari partikel TiO₂-V yang tersebar secara merata di permukaan NaX mesopori. Dari Gambar 4.19 tersebut juga dapat diamati bahwa terjadi perubahan morfologi partikel dari NaX mesopori yang awalnya saling berdekatan (sebelum pengembangan) berubah menjadi lebih berjauhan (terpisah) satu sama lain setelah dilakukannya proses pengembangan menggunakan metode sonikasi.



Gambar 4.19 Morfologi permukaan partikel dari (a) 5%TiO₂-V/NaX, (b) 10%TiO₂-V/NaX, dan (c) 15%TiO₂-V/NaX pada perbesaran 5000x dan 20.000x.

Perubahan morfologi tersebut dinilai menguntungkan karena posisi partikel yang saling berjauhan satu sama lain akan memperkecil kemungkinan terjadinya aglomerasi, sehingga menghasilkan luas permukaan yang semakin besar. Hal tersebut didukung dengan data hasil analisis luas permukaan menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N₂, dimana material hasil pengembangan 15%TiO₂-V pada NaX mesopori dengan menggunakan metode sonikasi

(15%TiO₂-V/NaX) menghasilkan luas permukaan sebesar 91,535 m²/g. Nilai tersebut lebih besar dibandingkan dengan NaX mesopori sebelum pengembangan yang hanya memiliki luas permukaan sebesar 78,934 m²/g.

Di sisi lain, posisi partikel yang saling berdekatan dimungkinkan cenderung akan lebih mudah mengalami aglomerasi (penggumpalan). Zhu (2009) melaporkan bahwa penggunaan metode sonikasi dapat membuat partikel TiO₂ menjadi terdispersi secara merata dalam pori-pori maupun permukaan silika mesopori (SBA-15) tanpa menutupi keseluruhan pori-porinya, sehingga mampu menyediakan lebih banyak situs aktif pada permukaan material fotokatalis. Selain itu, adanya efek kavitasi akibat pancaran gelombang ultrasonik juga mampu mencegah terjadinya aglomerasi (penggumpalan) pada proses pengembangan TiO₂ pada zeolit *clinoptilolite* (Sene, 2017).

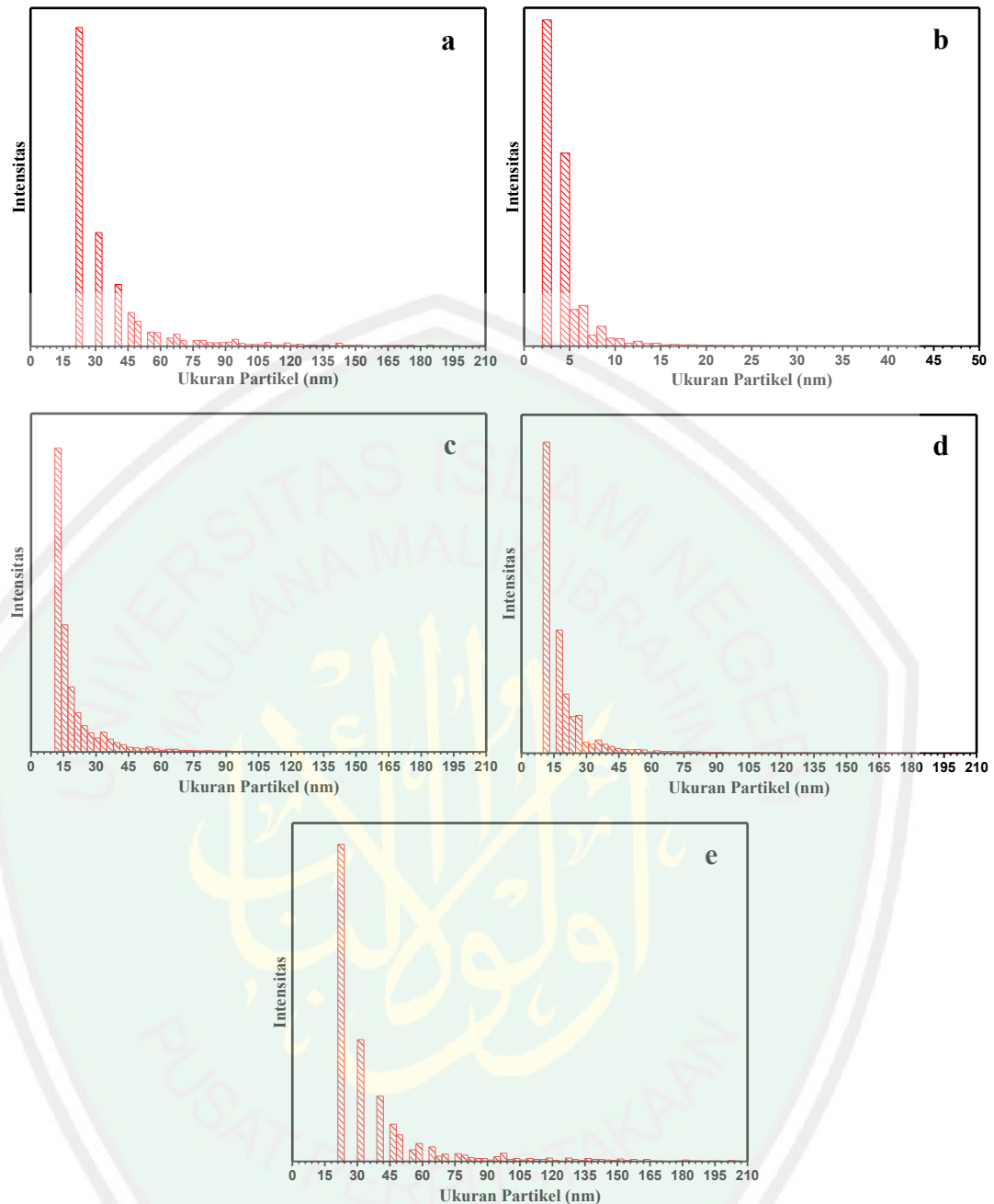
Tabel 4.4 Ukuran partikel rata-rata dari TiO₂-V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi.

No	Sampel	Range ukuran partikel	Ukuran partikel rata-rata
1	TiO ₂ -V (0,3%)	2,8 – 286 nm	13,9 nm
2	NaX mesopori	22,62 nm – 2,5 μm	153,8 nm
3	5%TiO ₂ -V/NaX	11,33 nm – 2,2 μm	51,6 nm
4	10%TiO ₂ -V/NaX	11,35 – 2,8 μm	53,3 nm
5	15%TiO ₂ -V/NaX	11,3 – 2,8 μm	73,9 nm

Karakterisasi menggunakan SEM ini juga dapat digunakan untuk menentukan ukuran partikel yang diolah menggunakan *software ImageJ*. Adapun data hasil ukuran partikel yang diperoleh telah dirangkum pada Tabel 4.4, sedangkan langkah-langkah penentuan ukuran partikel menggunakan *software ImageJ* dapat dilihat pada Lampiran L.7.3. Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa pengembangan material fotokatalis TiO₂-V pada NaX mesopori

menggunakan metode sonikasi dapat menyebabkan terjadinya penurunan ukuran partikel rata-rata NaX mesopori murni yang disintesis menggunakan metode hidrotermal. Hal ini dapat dipengaruhi oleh adanya efek kavitasi akustik yang dihasilkan selama proses sonikasi berlangsung, dimana energi dari efek kavitasi akustik tersebut mampu menghasilkan material fotokatalis dengan ukuran partikel yang lebih kecil. Sene (2017) melaporkan bahwa adanya perlakuan sonikasi yang dilakukan pada proses pengembangan material fotokatalis TiO_2 pada zeolit alam *clinoptilolite* menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan material fotokatalis TiO_2 yang diembankan pada zeolit alam *clinoptilolite* tanpa perlakuan sonikasi.

Di sisi lain, hasil penentuan ukuran partikel tersebut juga sesuai dengan hasil analisis luas permukaan yang didapat berdasarkan data hasil karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N_2 , dimana ukuran partikel yang semakin kecil menghasilkan luas permukaan semakin yang semakin tinggi, begitu juga sebaliknya. Material hasil pengembangan 15% TiO_2 -V pada NaX mesopori dengan ukuran partikel sebesar 73,9 nm menghasilkan luas permukaan spesifik yang lebih besar, yaitu sebesar 91,535 m^2/g dibandingkan dengan luas permukaan spesifik dari material NaX mesopori (ukuran partikel sebesar 153,8 nm) yang hanya sebesar 78,934 m^2/g . Selain menghasilkan data ukuran partikel, proses analisis gambar SEM menggunakan *software ImageJ* juga menghasilkan distribusi ukuran partikel sebagaimana yang dapat diamati pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Distribusi ukuran partikel hasil analisis menggunakan *software ImageJ* dari (a) NaX mesopori, (b) $\text{TiO}_2\text{-V}$, (c) 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, (d) 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan (e) 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$.

Berdasarkan Gambar 4.20 tersebut dapat diidentifikasi bahwa NaX mesopori menghasilkan ukuran partikel dengan intensitas paling tinggi sebesar ~24 nm, sedangkan $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) mempunyai ukuran partikel dengan intensitas paling tinggi sebesar ~3 nm. Adapun sampel 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$,

dan 15%TiO₂-V/NaX menghasilkan ukuran partikel dengan intensitas paling tinggi secara berturut-turut sebesar ~13 nm, ~12 nm, dan ~24 nm, dimana data ukuran partikel yang dihasilkan dari ketiga sampel pengembangan tersebut cenderung acak. Hal tersebut menunjukkan bahwa peningkatan maupun penurunan ukuran partikel tidak dapat dikaitkan dengan besar kecilnya konsentrasi TiO₂-V (0,3%) yang diimbangkan pada NaX mesopori.

Tabel 4.5 Data hasil EDX TiO₂-V (0,3%) : NaX mesopori variasi komposisi.

Sampel	Unsur	%Massa Atom
TiO ₂ -V (0,3%)	Ti	61,96
	O	28,44
	C	9,6
NaX Mesopori	Na	6,97
	Al	24,72
	Si	13,56
	O	47,33
	C	7,43
5%TiO ₂ -V/NaX	Na	5,77
	Al	18,9
	Si	10,26
	Ti	1,91
	O	45,46
	C	17,7
	Na	6,73
10%TiO ₂ -V/NaX	Al	16,72
	Si	11,89
	Ti	1,22
	O	47,71
	C	15,74
	Na	4,8
	Al	9,78
15%TiO ₂ -V/NaX	Si	7,96
	Ti	3,01
	O	42,07
	C	32,39

Adapun komposisi kandungan unsur dari TiO₂-V, NaX mesopori, 5%TiO₂-V/NaX, 10%TiO₂-V/NaX, dan juga 15%TiO₂-V/NaX hasil sintesis dapat

diamati pada Tabel 4.5. Berdasarkan Tabel tersebut dapat diketahui bahwa pada sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) mengandung komposisi unsur Ti, O, dan C. Komposisi unsur yang dihasilkan tersebut kurang sesuai dengan material yang diharapkan, dimana tidak terdapat kandungan unsur V dan terdeteksinya kandungan unsur C. Tidak adanya kandungan unsur vanadium yang teridentifikasi disebabkan oleh besarnya konsentrasi dopan vanadium yang ditambahkan relatif sangat kecil, sedangkan adanya kandungan unsur karbon menunjukkan bahwa sampel $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) masih mengandung pengotor berupa senyawa isopropanol sebagai hasil samping dari reaksi hidrolisis TTIP. Adapun pada sampel NaX mesopori terdapat kandungan komposisi unsur Na, Al, Si, O, dan C. Hal ini menunjukkan bahwa sampel NaX mesopori yang dihasilkan murni tersusun atas polimer aluminosilikat dengan kation penyeimbang Na^+ tanpa adanya campuran pengotor logam maupun non logam di dalamnya. Akan tetapi, adanya kandungan unsur karbon yang terdeteksi dimungkinkan berasal dari rantai hidrokarbon CTAB yang terjebak di dalam saluran maupun pori-pori zeolit.

Dari Tabel 4.5 juga dapat diidentifikasi bahwa sampel 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ sama-sama memiliki kandungan komposisi unsur Na, Al, Si, Ti, O, dan C. Ketiga sampel tersebut juga dipastikan tidak adanya campuran pengotor logam logam maupun non logam di dalamnya, akan tetapi masih terdapat kandungan unsur karbon yang juga dimungkinkan berasal dari rantai hidrokarbon CTAB. Di sisi lain, kandungan unsur vanadium juga tidak terdeteksi pada ketiga sampel tersebut, disebabkan oleh konsentrasi dopan vanadium yang relatif sangat kecil. Adapun persentase komposisi unsur titanium pada sampel 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$, dan 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$

secara berturut-turut adalah 1,91; 1,22; dan 3,01%. Persentase konsentrasi unsur titanium yang teridentifikasi tersebut berbeda dengan persentase konsentrasi dari TiO₂-V yang diembankan pada NaX mesopori. Hal tersebut dikarenakan karakterisasi menggunakan SEM-EDX memiliki kelemahan yaitu hanya dapat menganalisis pada daerah tertentu, sehingga baik persentase komposisi unsur maupun morfologi yang dapat dianalisis adalah tidak secara keseluruhan (Ebnesajjad, 2014).

4.8 Sintesis dan Karakterisasi Material Fotokatalis dalam Perspektif Islam

Allah SWT menyerukan kepada hamba-Nya untuk senantiasa mengambil hikmah dari apa yang telah Dia ciptakan, sebagaimana yang dijelaskan dalam al-Quran surat al-Jatsiyah (45) ayat 13 berikut ini:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya : *“Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.” (QS. Al-Jatsiyah (45): 13).*

Faqih (2001) dalam *Tafsir Nurul Quran* menjelaskan makna kata *وَسَخَّرَ لَكُم* bahwa bumi disediakan dalam bentuk tatanan yang memungkinkan manusia untuk dapat mengendalikan bumi dan meletakkan apa-apa yang ada di bumi berada di bawah kekuasaannya. Sekiranya Allah SWT tidak menundukkan bumi ini, maka manusia dengan kekuatannya sendiri tidak akan bisa menundukkan dan menikmatinya. Seandainya Allah SWT tidak mengarahkan manusia, ia pun tidak akan dapat hidup di dalamnya, mengingat manusia hanyalah

makhluk kecil, dibandingkan dengan makhluk-makhluk di alam semesta yang amat besar dengan kekuatan yang amat besar pula.

Surat di atas menjelaskan bahwa semua ciptaan Allah SWT adalah karunia, kebaikan, dan nikmat yang diberikan Allah SWT. Segala sesuatu yang ada di bumi adalah berasal dari Allah SWT. Tidak ada seorang pun yang menyangkal dan memang demikianlah sebagaimana yang seharusnya diyakini. Karunia Allah SWT yang sangat besar ini merupakan tanda bagi orang yang mau berfikir. Orang yang berfikir akan mampu mengelola sumber daya alam yang telah Allah SWT limpahkan.

Di antara sumber daya alam yang dapat diambil manfaatnya oleh manusia adalah mineral alam dan logam-logam. Salah satu implementasi dari ayat di atas adalah dengan menggali lebih dalam manfaat dari zeolit. Pada umumnya, zeolit dapat digunakan sebagai katalis maupun adsorben. Di sisi lain, zeolit juga dapat dimanfaatkan sebagai pengemban $\text{TiO}_2\text{-V}$ sebagai material fotokatalis. Gabungan dari keduanya ini memiliki karakter yang lebih baik dan diharapkan memiliki aktivitas fotokatalitik yang lebih efisien. Modifikasi ini bertujuan untuk menggeser energi celah pita dari material fotokatalis menuju daerah sinar tampak dan juga untuk meningkatkan luas permukaan dari material fotokatalis yang dihasilkan, sehingga dapat diaplikasikan di bawah sinar matahari secara optimum serta diharapkan mampu meningkatkan daya serap (adsorpsi) dari material fotokatalis $\text{TiO}_2\text{-V}$ itu sendiri.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian ini, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) hasil sintesis yang terbentuk mengadopsi struktur fasa anatas, dan NaX mesopori yang dihasilkan murni mengadopsi struktur zeolit NaX tanpa adanya campuran fasa atau struktur lain. Adapun material hasil pengembangan dengan berbagai variasi komposisi juga tidak menyebabkan $\text{TiO}_2\text{-V}$ mengalami perubahan struktur maupun transformasi fasa dan struktur dari NaX sendiri cenderung stabil.
2. Hasil analisis DRS menunjukkan bahwa komposisi $\text{TiO}_2\text{-V}$: NaX mesopori dengan rasio 15 : 85 menghasilkan nilai energi celah pita yang paling rendah dibandingkan dengan komposisi lain, yaitu sebesar 3,11 eV atau setara dengan panjang gelombang 397,53 nm, sehingga dinilai paling potensial untuk diaplikasikan pada daerah sinar tampak.
3. Hasil morfologi permukaan dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) yang diperoleh yaitu berbentuk sferik dengan kandungan komposisi unsur Ti, O, dan C, sedangkan morfologi permukaan dari NaX mesopori yang dihasilkan adalah berbentuk poligonal dengan kandungan komposisi unsur Na, Al, Si, O, dan C. Adapun sampel 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ dan 10% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ menghasilkan morfologi berbentuk sferik, sedangkan morfologi dari sampel 15% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$ adalah agak lonjong. Ketiga sampel tersebut sama-sama mempunyai kandungan komposisi unsur Na, Al, Si, Ti, O, dan C.

4. Hasil karakterisasi Adsorpsi-Desorpsi N_2 menunjukkan bahwa proses pengembangan 15% TiO_2 -V pada NaX mesopori dengan metode sonikasi terbukti mampu meningkatkan luas permukaan spesifik dari TiO_2 murni yang semula hanya sebesar 33,6 m^2/g menjadi 91,535 m^2/g . Di sisi lain, adanya 15% TiO_2 -V yang diembankan menyebabkan penurunan rata-rata diameter pori dari NaX mesopori yang semula sebesar 11,2261 nm menjadi 10,9867 nm.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan uji aktivitas fotokatalitik pada rentang sinar UV maupun sinar tampak guna mengetahui aktivitas optimum terhadap NaX mesopori terembankan TiO_2 -V (0,3%) dengan variasi komposisi 5 : 95, 10 : 90, dan 15 : 85%.
2. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan adsorpsi-desorpsi N_2 pada TiO_2 -V (0,3%), 10% TiO_2 -V/NaX, dan 10% TiO_2 -V/NaX untuk mengetahui luas permukaan dan ukuran porinya. Selain itu, juga untuk mengetahui kecenderungan pengaruh konsentrasi TiO_2 -V yang diembankan terhadap NaX mesopori pada parameter ukuran pori dan luas permukaan.
3. Perlu dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui interaksi yang terjadi antara TiO_2 -V dan NaX mesopori dan juga pengaruh dari konsentrasi TiO_2 -V yang diembankan terhadap perubahan dan atau jenis interaksi yang terjadi.

DAFTAR PUSTAKA

- Ad-Dimasyqi, Al Imam Abdul Fida' Ismail Ibnu Katsir. 2000. *Terjemahan Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algasindo.
- Al-Jazairi, Syaikh Abu Bakar Jabir. 2007. *Terjemahan Tafsir Al-Qur'an Al Aisar Jilid 3*. Jakarta: Darus Sunah Press.
- ALothman, Z. A. 2012. A Review: Fundamental Aspects of Silicate Mesoporous Materials. *Materials*. 5: 2874 – 2902.
- Al-Qarni, Aidh. 2008. *Terjemahan Tafsir Muyassar*. Jakarta : Qisthi Press.
- Amereh, E., dan Afshar, S. 2010. Photodegradation of Acetophenone and Toluene in Water Bay Nano-TiO₂ Powder Supported on NaX Zeolite. *Materials Chemistry and Physics*. 120: 356 – 360.
- Ambati, R., dan Gogate, P. R. 2017. Ultrasound Assisted Synthesis of Iron Doped TiO₂ Catalyst. *Ultrasonics Sonochemistry*. 002.
- Anandan, S., dan Yoon, M. 2003. Photocatalytic Activities of The Nano-sized TiO₂-Supported Y-Zeolites. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 4: 5 – 18.
- Andrieux, Jerome., Gardiola, B., dan Dezellus, O. 2018. Synthesis of Ti Matrix Composites Reinforced with TiC Particles: In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Modeling. *Journal of Materials Science Applications*. Springer International Publishing.
- Ath-Thabari, Abu Ja'far Muhammad bin Jarir. 2007. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Aydin, M. T. A., Hosgun, H. L., Dede, A., dan Guven, K. 2018. Synthesis, Characterization and Antibacterial Activity of Silver-Doped TiO₂ Nanotubes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 063.
- Barakat, M. A., dan Kumar, R. 2016. *Photocatalytic Activity Enhancement of Titanium Dioxide Nanoparticles Degradation of Pollutants in Wastewater*. Springer. ISBN 978-3-319-24271-2.
- Cao, H. L., Cai, F. Y., Huang, H. B., Karadeniz, B., dan Lu, J. 2017. Polyoxometalate-Cucurbituril Molecular Solid as Photocatalyst for Dye Degradation Under Visible Light. *Inorganic Chemistry Communications*. 84: 164 – 167.
- Carp, O., Huisman, C. L., dan Reller, A. 2004. Photoinduced Reactivity of Titanium Dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*. 32: 33 – 177.

- 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.
- Colmenares, J. C., Magdziarz, A., Kurzydowski, K., Grzonka, J., dan Chernyayeva, O., Lisovitskiy, D. 2013. Low-Temperature Ultrasound-Promoted Synthesis of Cr-TiO₂-Supported Photocatalysts for Valorization of Glucose and Phenol Degradation from Liquid Phase. *Applied Catalysis B: Environmental*. 134: 135 – 144.
- Cota, L. F., Licona, K. P. M., Lunz, J. D. N., Ribeiro, A. A., Morejon, L., Oliveira, M. V. D., dan Pereira, L. C. 2016. Hydroxyapatite Nanoparticles: Synthesis by Sonochemical Method and Assessment of Processing Parameters via Experimental Design. *Materials Science Forum*. 869: 896 – 901.
- Dahlan, D., Saad, S. K. M., Berli, A. U., Bajili, A., dan Umar, A. A. 2017. Synthesis of Two-Dimensional Nanowall of Cu-Doped TiO₂ and Its Application as Photoanode in DSSCs. *Physica E*. 91: 185 – 189.
- Ebnesajjad, Sina. 2014. *Surface Treatment of Materials for Adhesive Bonding*. Elsevier Inc.
- Edanol, Y. D. G., Usman, K. A. S., Buenviaje, S. C., Mantua, M. E., Payawan, L. M. 2018. Utilizing Silica from Rice Hull for the Hydrothermal Synthesis of Zeolite Y. *KIMIKA*. 29: 17 – 21.
- Faqih, A. K. 2001. *Tafsir Nurul Quran : Sebuah Tafsir Menuju Cahaya Al-Quran Jilid 5*. Jakarta : Al Huda.
- Fujishima, A., Zhang, X., dan Tryk, D. A. 2008. TiO₂ Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Reports*. 63: 515 – 582.
- Gomez, J. M., Diez, E., Rodriguez, A., dan Calvo, M. 2018. Synthesis of Mesoporous X Zeolite using an Anionic Surfactant as Templating Agent for Thermo-catalytic Deoxygenation. *Microporous and Mesoporous Materials*. 029: 30282 – 30290.
- Guo, J., Zhu, S., Chen, Z., Li, Y., Yu, Z., Liu, Q., Li, J., Feng, C., dan Zhang, D. 2011. Sonochemical Synthesis of TiO₂ Nanoparticles on Graphene for Use as Photocatalyst. *Ultrasonic Sonochemistry*. 18: 1082 – 1090.
- Huang, M., Xu, C., Wu, Z., Huang, Y., Lin, J., dan Wu, J. 2008. Photocatalytic Discolorization of Methyl Orange Solution by PT Modified TiO₂ Loaded on Natural Zeolite. *Dyes and Pigments*. 77: 327 – 334.

- Ingenieur. 2011. *Ultrasound Supported Electrodeposition of Metals and Preparation of Metal/Ceramic Composites, Colloidal Nanoparticles and Oxide Material*. Disertasi. Serbia: Clausthal University of Technology.
- Jumhur Ulama' Tafsir. 2016. *Terjemahan Tafsir al-Mukhtashar*. Riyadh: Markaz Tafsir Lid Diraasatil Qur'aniyyah.
- Kahattha, C., Wongpisutpaisan, N., Vittayakorn, N., Pecharapa, W. 2013. Physical Properties of V-Doped TiO₂ Nanoparticles Synthesized by Sonochemical-Assisted Process. *Ceramics International*. 39: 389 – 393.
- Kalogeras, I. M., dan Vassilikou-Dova, A. 1998. Electrical Properties of Zeolitic Catalysts. *Defect and Diffusion Forum*. 164: 1 – 36.
- Kamagewa, T., Kido, R., Yamahana, D., Yamashita, H. 2013. Design of TiO₂-Zeolite Composites with Enhanced Photocatalytic Performance under Irradiation of UV and Visible Light. *Microporous and Mesoporous Materials*. 165: 142 – 147.
- Kamegawa, T., Sonoda, J., Sugimura, K., Mori, K., Yamashita, H. 2009. Degradation of Isobutanol Diluted in Water Over Visible Light Sensitive Vanadium Doped TiO₂ Photocatalyst. *Journal of Alloys and Compounds*. 486: 685 – 688.
- Khaki, M. R. D., Shafeeyan, M. S., Raman, A. A. A., Daud, W. M. A. W. 2017. Application of Doped Photocatalysts for Organic Pollutant Degradation – A Review. *Journal of Environmental Management*. 198: 78 – 94.
- Khatun, N., Rajput, P., Dibyendu, B., Jha, S. N., Biring, S., dan Sen, S. 2017. Anatase to Rutile Phase Transition Promoted by Vanadium Substitution in TiO₂: A Structural, Vibrational, and Optoelectronic Study. *Ceramics International*. 153.
- Kovo, A. S., Hernandez, O., dan Holmes, S. M. (2009). Synthesis and Characterization of Zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin Using A Novel, Lower Temperature, Metakaolinization Technique. *Journal of Materials Chemistry*. 19(34): 6207–6212.
- Krachumram, S., Danvirutai, C., Youngme, S., dan Chanapattarapol, K. C. 2017. Effects of Cetyltrimethylammonium Bromide and Heptane on the Surface Properties and CO₂ Adsorption of Zeolite NaX. *Journal of The Chinese Chemical Society*. 1 – 8.
- Kubacka, A., Garcia, M. F., Colon, G. 2008. Nanostructured Ti–M Mixed-Metal Oxides: Toward A Visible Light-Driven Photocatalyst. *Journal of Catalysis*. 254: 272 – 284.

- Lavorato, C., Argurio, P., Mastropietro, T. F., Pirri, G., Poerio, T., dan Molinari, R. 2017. Pd/TiO₂ Doped Faujasite Photocatalysts for Acetophenone Transfer Hydrogenation in A Photocatalytic Membrane Reactor. *Journal of Catalysis*. 353: 152 – 161.
- Li, F., Jiang, Y., Yu, L., Yang, Z., Hou, T., dan Sun, S. 2005. Surface Effect of Natural Zeolite (Clinoptilolite) on the Photocatalytic Activity of TiO₂. *Applied Surface Science*. 252: 1410 – 1416.
- Li, J., Fang, W., Yu, C., Zhou, W., Zhu, L., Xie, Y. 2015. Ag-Based Semiconductor Photocatalysts in Enviromental Purification. *Applied Surface Science*. 139.
- Liu, S., Lim, M., Amal, R. 2014. TiO₂-Coated Natural Zeolite: Rapid Humic Acid Adsorption and Effective Photocatalytic Regeneration. *Chemical Engineering Science*. 105: 46 – 52.
- Lu, D., Zhao, B., Fang, P., Zhai, S., Li, D., dan Chen, Z. 2015. Facile One-Pot Fabrication and High Photocatalytic Performance of Vanadium Doped TiO₂-Based Nanosheets for Visible-Light-Driven Degradation of RhB or Cr(VI). *Applied Surface Science*. 359: 435 – 448.
- Malakootian, M., Mazandarani, M. P., Hossaini, H., dan Ehrampoush, M. H. 2016. Preparation and Characterization of TiO₂ Incorporated 13X Molecular Sieves for Photocatalytic Rmoval of Acetaminophen from Aqueous Solutions. *Process Safety and Enviromental Protection*. 104: 334 – 345.
- Masoudian, S. K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 8(1): 54 – 60.
- Nakata, K., dan Fujishima, A. 2012. TiO₂ Photocatalysis: Design and Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 13: 169 – 189.
- Neppolian, B., Mine, S., Horiuchi, Y., Bianchi, C. L., Matsuoka, M., Dionysiou, D. D., Anpo, M. 2016. Efficient Photocatalytic Degradation of Organics Present in Gas and Liquid Phases using Pt-TiO₂/Zeolite (H-ZSM). *Chemosphere*. 152: 237 – 243.
- Ouwehand, J., Eynde, E. V., Cank, E. D., Lenaerts, S., Verbekmoes, A., Voort, P. V. D. 2017. Titania-Functionalized Diatom Frustules as Photocatalyst for Indoor Air Purification. *Applied Catalysis B: Enviromental*. 063.

- Park, J. K., Myoung, J. J., Kyong, J. B., dan Kim, H. K. 2003. Reaction Mechanism for the Hydrolysis of Titanium Alkoxides. *Bulletin Korean Chemical Society*. 24(5): 671 – 673.
- Park, H., Park, Y., Kim, W., Choi, W. 2013. Surface Modification of TiO₂ Photocatalysts for Enviromental Applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 15: 1 – 20.
- Paul, B., Martens, W. N., Frost, R. L. 2012. Immobilised Anatase on Clay Mineral Particles as A Photocatalyst for Herbicides Degradation. *Application Clay Science*. 57: 49 – 54.
- Prasetyoko, D., dan Hamzah, F. 2018. *Karakterisasi Padatan*. Surabaya: ITS Press.
- Prasetyoko, D., Purnamasari, I., dan Hartanto, D. 2011. Esterifikasi Asam Lemak Stearin Kelapa Sawit Menggunakan Katalis H-ZSM-5 Mesopori yang Disintesis dengan Metode Nanoprekursor. *Seminar Nasional & Workshop Zeolit*.
- Puma, G. L., Bono, A., Krishnaiah, D., dan Collin, J. G. 2008. Preparation of Titanium Dioxide Photocatalyst Loaded onto Activated Carbon Support Using Chemical Vapor Deposition: Review Paper. *Journal of Hazardous Materials*. 157: 209 – 219.
- Ramirez, A. H., dan Ramirez, I. M. 2015. *Photocatalytic Semiconductors: Synthesis, Characterization, and Environmental Applications*. Springer. ISBN 978-3-319-10999-2.
- Rauf, M. A., Meetani, M. A., Hisaindee, S. 2011. AN Overview on the Photocatalytic Degradation of Azo Dyes in the Pesence of TiO₂ Doped with Selective Transition Metals. *Desalination*. 276: 13 – 27.
- Ren, F., Li, H., Wang, Y., dan Yang, J. 2015. Enhanced Photocatalytic Oxidation of Propylene Over V-Doped TiO₂ Photocatalyst: Reaction Mechanism Between V⁵⁺ and Single-Electron-Trapped Oxygen Vacancy. *Applied Catalysis B: Enviomental*. 176: 160 – 172.
- Rossi, G., Pasquini, L., Catone, D., Piccioni, A., Patelli, N., Paladini, A., Molinari, A., Caramori, S., Keeffe, P. O., dan Boscherini, F. 2018. Charge Carrier Dynamics and Visible Light Photocatalysis in Vanadium-Doped TiO₂ Nanoparticles. *Applied Catalysis B: Enviromental*. 011.
- Sakthivel, S., Shankar, M. V., Palanichamy, M., Arabindoo, B., Murugesan, V. 2002. Photocatalytic Decomposition of Leather Dye: Comparative Study of TiO₂ Supported on Alumina Ana Glass Beads. *Journal Photochemical Photobiol. A: Chemistry*. 148: 153 – 159.

- Sene, R. A., Moradi, G. R., Sharifnia, S. 2017. Sono-Dispersion of TiO_2 Nanoparticles Over Clinoptilolite Used in Photocatalytic Hydrogen Production: Effect of Ultrasound Irradiation During Conventional Synthesis Methods. *Ultrasonics Sonochemistry*. 37: 490 – 501.
- Shihab, M. Q. 2009. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shi, J. W., Zheng, J. T., Ji, X. J. 2010. TiO_2 - SiO_2 /Activated Carbon Fibers Photocatalyst: Preparation, Characterization, and Photocatalytic Activity. *Environmental Engineering Science*. 27: 923 – 930.
- Teh, C. Y., Wu, T. Y., Juan, J. C. 2017. An Application of Ultrasound Technology in Synthesis of Titania-Based Photocatalyst for Degrading Pollutant. *Chemical Engineering Journal*. 001.
- Thakare, S. R., dan Ramteke, S. M. 2017. Fast and Regenerative Photocatalyst Material for the Disinfection of E. Coli from Water: Silver Nanoparticle Anchor on MOF-5. *Catalysis Communications*. 008.
- Torkian, L., dan Amereh, E. 2016. Nano Sized Ni- TiO_2 /NaX Zeolite with Enhanced Photocatalytic Activity. *Journal Nanostruct*. 6(4): 307 – 311.
- Wajima, T., Yoshizuka, K., Hirai, T., dan Ikegami, Y. (2008). Synthesis of Zeolite X from Waste Sandstone Cake Using Alkali Fusion Method. *Materials Transactions*. 49(3): 612–618.
- Wang, H., Yu, Y., Zhang, W. 2010. Photocatalytic Methyl Orange Degradation on TiO_2 -NaX Composite. *Advanced Materials Research*. 129(3): 804 – 807.
- Xie, H., Wang, J., Ithisuphalap, K., Wu, G., Li, Q. 2017. Recent Advances in CU-Based Nanocomposite Photocatalysts for CO_2 Conversion to Solar Fuels. *Journal of Energy Chemistry*. 000: 1 – 11.
- Xu, Y., dan Langford, C. H. 1997. Photoactivity of Titanium Dioxide Supported on MCM41, Zeolite X, and Zeolite Y. *Journal Physical Chemistry*. 101: 3115 – 3121.
- Yan, M., Chen, F., Zhang, J., dan Anpo, M. 2005. Preparation of Controllable Crystalline Titania and Study on The Photocatalytic Properties. *Journal Physical Chemistry*. 109: 8673 – 8678.
- Yu, P. Y., dan Cardona, M. 2010. *Fundamental of Semiconductors: Physics and Materials Properties Fourth Edition*. Springer. ISBN 978-3-642-00709-5.
- Zhang, X., Tang, D., Zhang, M., dan Yang, R. 2013. Synthesis of NaX Zeolite: Influence of Crystallization Time, Temperature, and Batch Molar Ratio

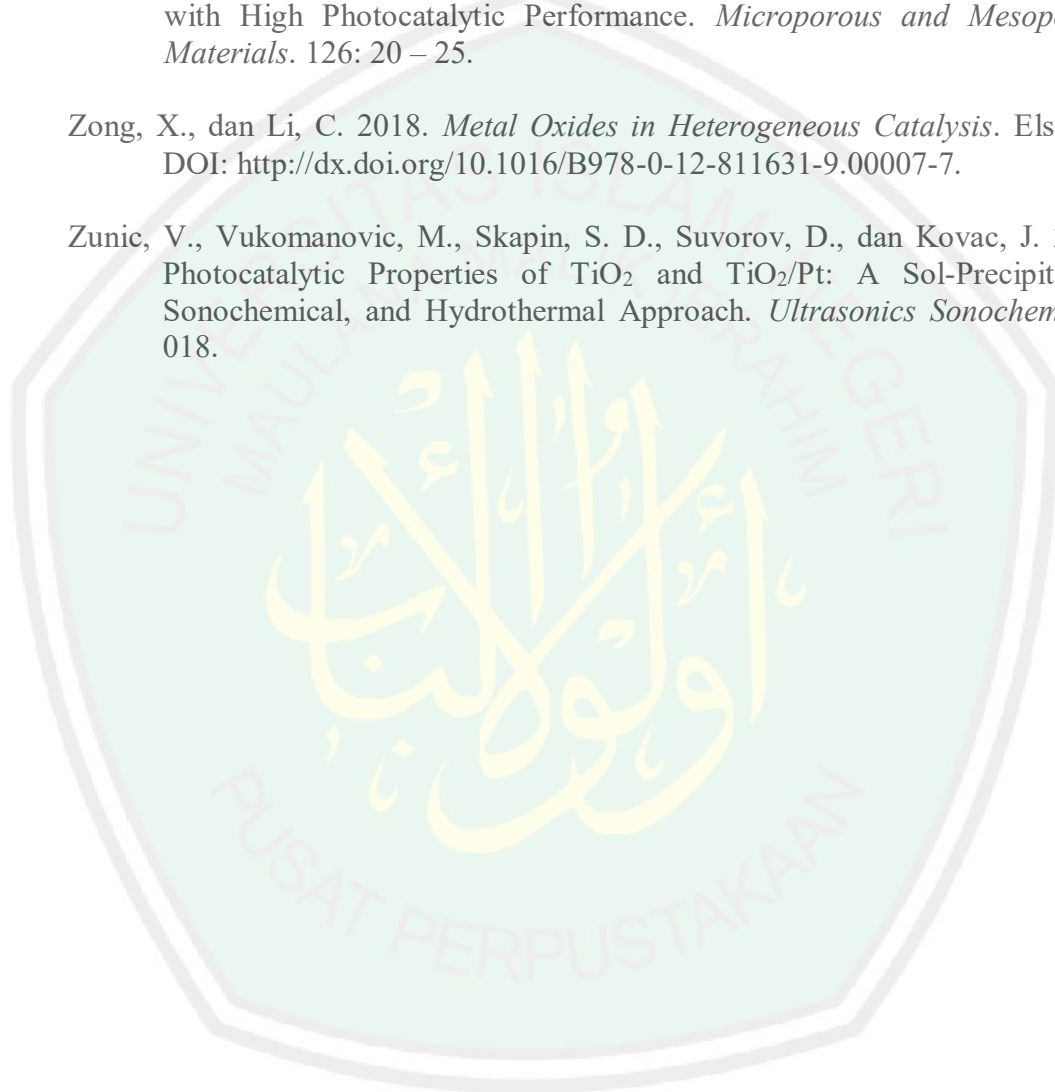
SiO₂/Al₂O₃ on the Particulate Properties of Zeolite Crystals. *Powder Technology*. 235: 322 – 328.

Zhang, W., Bi, F., Yu, Y., dan He, H. 2013. Phosporic Acid Treating of ZSM-5 Zeolite for The Enhanced Photocatalytic Activity of TiO₂/HZSM-5. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 372: 6 – 12.

Zhu, S., Zhang, D., Zhang, X., Zhang, L., Ma, X., Zhang, Y., dan Cai, M. 2009. Sonochemical Incorporation of Nanosized TiO₂ Inside Mesoporous Silica with High Photocatalytic Performance. *Microporous and Mesoporous Materials*. 126: 20 – 25.

Zong, X., dan Li, C. 2018. *Metal Oxides in Heterogeneous Catalysis*. Elsevier. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-12-811631-9.00007-7>.

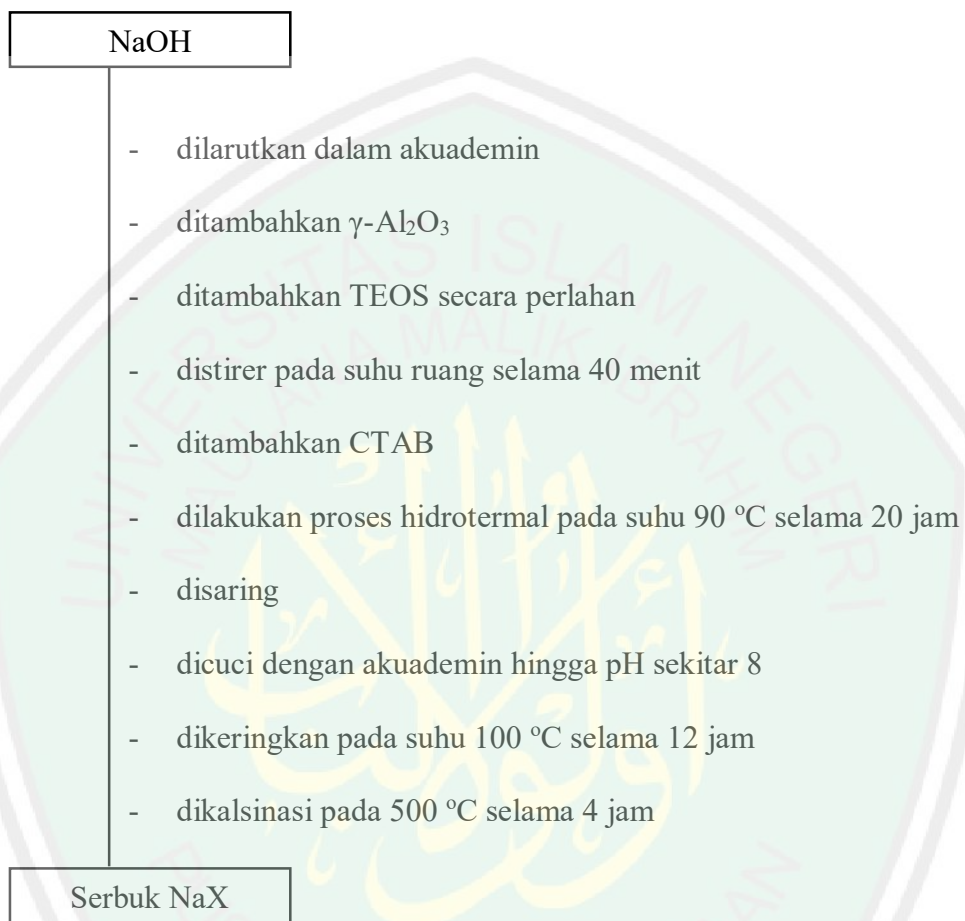
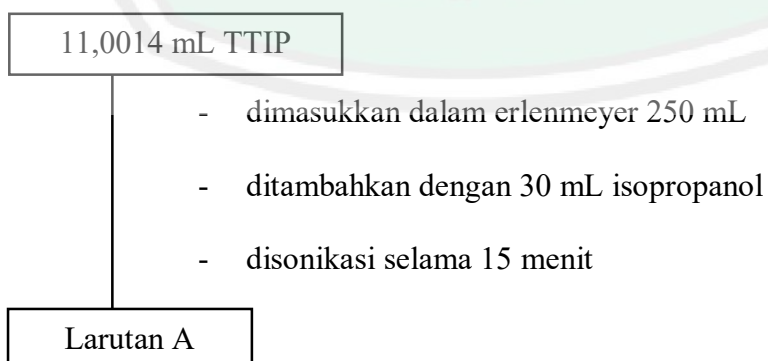
Zunic, V., Vukomanovic, M., Skapin, S. D., Suvorov, D., dan Kovac, J. 2014. Photocatalytic Properties of TiO₂ and TiO₂/Pt: A Sol-Precipitation, Sonochemical, and Hydrothermal Approach. *Ultrasonics Sonochemistry*. 018.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1. Sintesis NaX Mesopori

2. Sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)

0,03922 gr Vanadium (III)
asetilasetonat

- dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL
- ditambahkan dengan 10 mL isopropanol
- disonikasi selama 15 menit

Larutan B

- ditambahkan ke dalam larutan A
- dimasukkan dalam sonikator selama 15 menit
- dimasukkan ke dalam 30 mL akuades secara perlahan
- disonikasi selama 2 jam
- dieramkan selama 2 x 24 jam
- disaring
- dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam
- dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 2 jam

Serbuk TiO₂-V (0,3%)

3. Sintesis TiO₂-V (0,3%)/NaX Variasi Komposisi

10 mL isopropanol

- dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL
- ditambahkan dengan 0,386 mL TTIP
- disonikasi selama 15 menit

Larutan A



Lampiran 2. Perhitungan

Diketahui :

Mr TTIP	: 284,22 gr/mol
ρ TTIP	: 0,967 gr/cm ³
Mr TiO ₂	: 79,86 gr/mol
Ar Ti	: 47,9 gr/ mol
Mr V(acac) ₃	: 348,2388 gr/ mol
Ar V	: 50,94 gr/ mol
Mr TEOS	: 208,33 gr/mol
ρ TEOS	: 0,933 gr/mL
Mr Al ₂ O ₃	: 101,96 gr/mol
Mr H ₂ O	: 18 gr/ mol
ρ H ₂ O	: 1 gr/mL
Mr NaOH	: 40 gr/ mol
Mr CTABr	: 364,45 gr/mol
CMC CTABr	: 0,001 mol/L

L.2.1 Sintesis NaX Mesopori

L.2.1.1 Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan

3,5 Na₂O : 2,9 SiO₂ : Al₂O₃ : 150 H₂O : 0,00007379 CTABr

[CTABr] = 1,1 kali CMC

1. Menghitung volume TEOS

$$\text{Mol SiO}_2 = 2,9 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TEOS} &= \text{mol SiO}_2 \times \text{Mr TEOS} \div \% \text{ TEOS} \\ &= 2,9 \text{ mol} \times 208,33 \text{ gr/mol} \div 0,99 \\ &= 610,2596 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TEOS} = \frac{m}{\rho} = \frac{610,2596 \text{ gr}}{0,933 \text{ gr/mL}} = 654,0832 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume TEOS FIX} &= 1/50 \times 654,0832 \text{ mL} \\ &= 13,0817 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Menghitung berat γ -Al₂O₃

$$\begin{aligned} \text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3 \div \% \text{ Al}_2\text{O}_3 \\ &= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gr/mol} \div 0,99 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= 102,989 \text{ gr} \\
 \text{Massa Al}_2\text{O}_3 \text{ FIX} &= 1/50 \times 102,989 \text{ gr} \\
 &= 2,05978 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

3. Menghitung berat NaOH

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NaOH} &= 2 \times \text{mol Na}_2\text{O} \\
 &= 2 \times 3,5 \text{ mol} \\
 &= 7 \text{ mol} \\
 \text{Massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \div \% \text{ NaOH} \\
 &= 7 \text{ mol} \times 40 \text{ gr/mol} \div 0,99 \\
 &= 282,8283 \text{ gr} \\
 \text{Massa NaOH FIX} &= 1/50 \times 282,8283 \text{ gr} \\
 &= 5,65656 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

4. Menghitung volume H₂O

$$\begin{aligned}
 \text{Massa H}_2\text{O} &= \text{mol H}_2\text{O} \times \text{Mr H}_2\text{O} \\
 &= 150 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} \\
 &= 2700 \text{ gr} \\
 \text{Volume H}_2\text{O} &= \frac{m}{\rho} = \frac{2700 \text{ gr}}{1 \text{ gr/mL}} = 2700 \text{ mL} \\
 \text{Volume H}_2\text{O FIX} &= 1/50 \times 2700 \text{ mL} \\
 &= 54 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

5. Menghitung berat CTABr

$$\begin{aligned}
 [\text{CTABr}] &= 1,1 \times \text{CMC CTABr} \\
 &= 1,1 \times 0,001 \text{ mol/L} \\
 &= 0,0011 \text{ mol/L} \\
 \text{Mol CTABr} &= [\text{CTABr}] \times \text{Volume total larutan} \\
 &= 0,0011 \text{ mol/L} \times 0,0670817 \text{ L} \\
 &= 0,00007379 \text{ mol} \\
 \text{Massa CTABr} &= \text{mol CTABr} \times \text{Mr CTABr} \\
 &= 0,00007379 \text{ mol} \times 364,45 \text{ gr/mol} \\
 &= 0,02689 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

L.2.2 Sintesis Material Fotokatalis

L.2.2.1 Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan (TTIP dan V(acac)₃)

1. Menghitung % massa Ti 99,7 %

$$\begin{aligned}\text{Massa TTIP} &= \frac{0,997 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TTIP}}{\text{Ar Ti}} \times 3 \text{ gr} \\ &= \frac{0,997 \times 47,9}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 3 \text{ gr} \\ &= 10,63836 \text{ gr}\end{aligned}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{m}{\rho} = \frac{10,63836 \text{ gr}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 11,0014 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Ti} &= \text{massa TTIP (gr)} \times \frac{\text{Ar (Ti)}}{\text{Mr TTIP (gr)}} \\ &= 10,63836 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}} \\ &= 1,7929 \text{ gr}\end{aligned}$$

2. Menghitung % massa V 0,3 %

$$\begin{aligned}\text{Massa V(acac)}_3 &= \frac{0,003 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr V(acac)}_3}{\text{Ar V}} \times 3 \text{ gr} \\ &= \frac{0,003 \times 50,94}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{348,2388}{50,94} \times 3 \text{ gr} \\ &= 0,03922 \text{ gr}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa V} &= \text{massa V(acac)}_3 \text{ (gr)} \times \frac{\text{Ar (V)}}{\text{Mr V(acac)}_3 \text{ (gr)}} \\ &= 0,03922 \text{ gr} \times \frac{50,94 \text{ g/mol}}{348,2388 \text{ g/mol}} \\ &= 0,00574 \text{ gr}\end{aligned}$$

L.2.2.2 Perhitungan Kadar TiO₂-V/NaX

1. Menghitung % massa TiO₂-V 5%

$$5 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V}) + (\text{NaX})}$$

$$5 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V}) + (2 \text{ gr})}$$

$$100 \text{ TiO}_2\text{-V} = 5 \text{ TiO}_2\text{-V} + 10 \text{ gr}$$

$$95 \text{ TiO}_2\text{-V} = 10 \text{ gr}$$

$$\begin{aligned}\text{TiO}_2\text{-V} &= \frac{10 \text{ gr}}{95} \\ &= 0,1053 \text{ gr}\end{aligned}$$

2. Menghitung % massa TiO₂-V 10%

$$10 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V})+(\text{NaX})}$$

$$10 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V})+(2 \text{ gr})}$$

$$100 \text{ TiO}_2\text{-V} = 10 \text{ TiO}_2\text{-V} + 20 \text{ gr}$$

$$90 \text{ TiO}_2\text{-V} = 20 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{TiO}_2\text{-V} &= \frac{20 \text{ gram}}{90} \\ &= 0,2222 \text{ gram} \end{aligned}$$

3. Menghitung % massa TiO₂-V 15%

$$15 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V})+(\text{NaX})}$$

$$15 \% = 100 \% \times \frac{\text{TiO}_2\text{-V}}{(\text{TiO}_2\text{-V})+(2 \text{ gr})}$$

$$100 \text{ TiO}_2\text{-V} = 15 \text{ TiO}_2\text{-V} + 30 \text{ gr}$$

$$85 \text{ TiO}_2\text{-V} = 30 \text{ gr}$$

$$\begin{aligned} \text{TiO}_2\text{-V} &= \frac{30 \text{ gr}}{85} \\ &= 0,3529 \text{ gr} \end{aligned}$$

Perhitungan massa TiO₂-V pada perbandingan komposisi TiO₂-V/NaX (%) 0 : 100; 5 : 95; 10 : 90; 15 : 85; dan 100 : 0 dapat dirangkum pada tabel L.2.1

Tabel L.2.1 Perbandingan komposisi TiO₂-V/NaX

Perbandingan TiO ₂ -V : NaX	Massa (gr)	
	TiO ₂	NaX
0% : 100%	-	
5% : 95%	0,1053	2
10% : 90%	0,2222	
15% : 85%	0,3529	
100% : 0%	2	-

L.2.2.3 Perhitungan Berat Prekursor yang digunakan (TTIP dan V(acac)₃) untuk Pengembangan

L.2.2.3.1 5%TiO₂-V/NaX

1. Menghitung % massa Ti 99,7 %

$$\text{Massa TTIP} = \frac{0,997 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,997}\text{V}_{0,003}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TTIP}}{\text{Ar Ti}} \times 0,1053 \text{ gr}$$

$$= \frac{0,997 \times 47,9}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 0,1053 \text{ gr}$$

$$= 0,3733 \text{ gr}$$

Volume TTIP $= \frac{m}{\rho} = \frac{0,3733 \text{ gr}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 0,386 \text{ mL}$

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

$$= 0,3733 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,078648 \text{ gr}$$

2. Menghitung % massa V 0,3 %

Massa V(acac)₃ $= \frac{0,003 \times Ar V}{Mr Ti_{0,997}V_{0,003}O_2} \times \frac{Mr V(acac)_3}{Ar V} \times 0,1053 \text{ gr}$

$$= \frac{0,003 \times 50,94}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{348,2388}{50,94} \times 0,1053 \text{ gr}$$

$$= 0,0014 \text{ gr}$$

Massa V $= \text{massa V(acac)}_3 \text{ (gr)} \times \frac{Ar (V)}{Mr V(acac)_3 (gr)}$

$$= 0,0014 \text{ gr} \times \frac{50,94 \text{ g/mol}}{348,2388 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,0002516 \text{ gr}$$

2.2.3.2 10%TiO₂-V/NaX

1. Menghitung % massa Ti 99,7 %

Massa TTIP $= \frac{0,997 \times Ar Ti}{Mr Ti_{0,997}V_{0,003}O_2} \times \frac{Mr TTIP}{Ar Ti} \times 0,2222 \text{ gr}$

$$= \frac{0,997 \times 47,9}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 0,2222 \text{ gr}$$

$$= 0,7879 \text{ gr}$$

Volume TTIP $= \frac{m}{\rho} = \frac{0,7879 \text{ gr}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 0,8148 \text{ mL}$

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

$$= 0,7879 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,166 \text{ gr}$$

2. Menghitung % massa V 0,3 %

Massa V(acac)₃ $= \frac{0,003 \times Ar V}{Mr Ti_{0,997}V_{0,003}O_2} \times \frac{Mr V(acac)_3}{Ar V} \times 0,2222 \text{ gr}$

$$= \frac{0,003 \times 50,94}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{348,2388}{50,94} \times 0,2222 \text{ gr}$$

$$= 0,0029 \text{ gr}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa V} &= \text{massa V(acac)}_3 \text{ (gr)} \times \frac{Ar(V)}{Mr V(acac)_3 \text{ (gr)}} \\
 &= 0,0029 \text{ gr} \times \frac{50,94 \text{ g/mol}}{348,2388 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,00053 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

2.2.3.3 15%TiO₂-V/NaX

1. Menghitung % massa Ti 99,7 %

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TTIP} &= \frac{0,997 \times Ar Ti}{Mr Ti_{0,997}V_{0,003}O_2} \times \frac{Mr TTIP}{Ar Ti} \times 0,3529 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,997 \times 47,9}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{284,22}{47,9} \times 0,3529 \text{ gr} \\
 &= 1,2516 \text{ gr} \\
 \text{Volume TTIP} &= \frac{m}{\rho} = \frac{1,56454821 \text{ gr}}{0,967 \text{ gram/cm}^3} = 1,2943 \text{ mL} \\
 \text{Massa Ti} &= \text{massa TTIP (gr)} \times \frac{Ar(Ti)}{Mr TTIP \text{ (gr)}} \\
 &= 1,2943 \text{ gr} \times \frac{47,9 \text{ g/mol}}{284,22 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,2636755 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

2. Menghitung % massa V 0,3 %

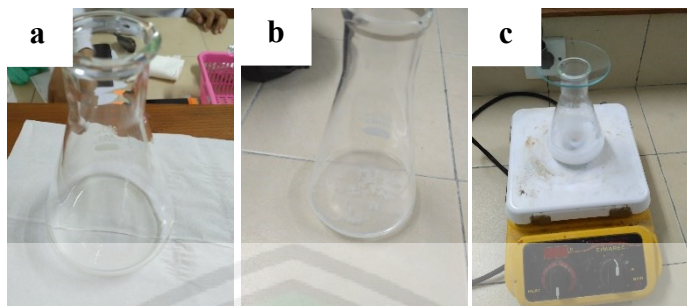
$$\begin{aligned}
 \text{Massa V(acac)}_3 &= \frac{0,003 \times Ar V}{Mr Ti_{0,997}V_{0,003}O_2} \times \frac{Mr V(acac)_3}{Ar V} \times 0,3529 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,003 \times 50,94}{(0,997 \times 47,9) + (0,003 \times 50,94) + (2 \times 16)} \times \frac{348,2388}{50,94} \times 0,3529 \text{ gr} \\
 &= 0,0046 \text{ gr} \\
 \text{Massa V} &= \text{massa V(acac)}_3 \text{ (gr)} \times \frac{Ar(V)}{Mr V(acac)_3 \text{ (gr)}} \\
 &= 0,0046 \text{ gr} \times \frac{50,94 \text{ g/mol}}{348,2388 \text{ g/mol}} \\
 &= 0,000844 \text{ gr}
 \end{aligned}$$

Perhitungan volume/massa prekursor pada pengembangan TiO₂-V/NaX 5 : 95; 10 : 90; dan 15 : 85 dapat dirangkum pada tabel L.2.2

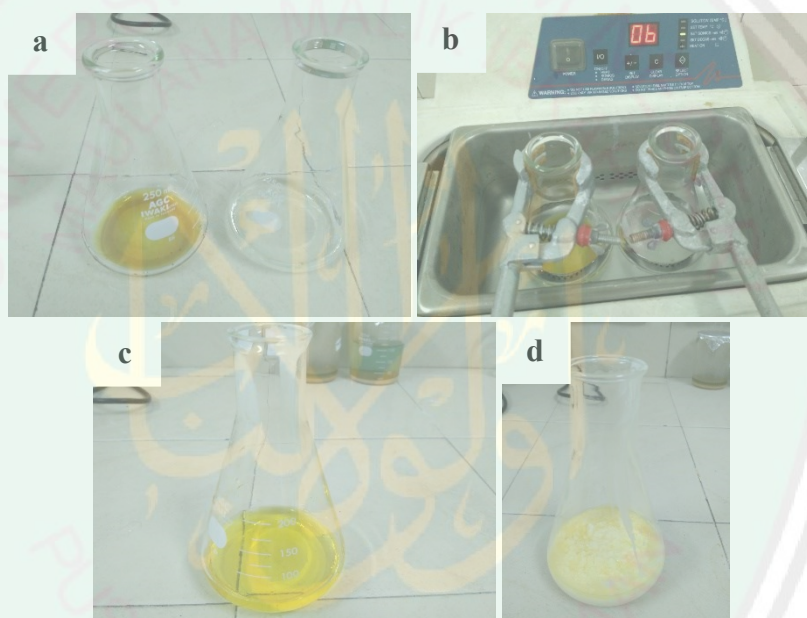
Tabel L.2.2 Volume/Massa Prekursor pada Pengembangan TiO₂-V/NaX

Konsentrasi	Volume/Massa	
	TTIP (mL)	V(acac) ₃ (gr)
5%	0,386	0,0014
10%	0,8148	0,0029
15%	1,3343	0,0046

Lampiran 3. Dokumentasi



Gambar L.3.1 Proses sintesis NaX mesopori: (a) hasil pelarutan NaOH dalam akuades, (b) hasil penambahan $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ dalam larutan NaOH, (c) proses pengadukan dengan *magnetic stirrer*.



Gambar L.3.2 Proses sintesis $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%): (a) hasil pelarutan TTIP dan $\text{V}(\text{acac})_3$ dalam isopropanol, (b) proses sonikasi, (c) hasil pencampuran larutan TTIP dan larutan $\text{V}(\text{acac})_3$, (d) hasil setelah penambahan akuades.

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

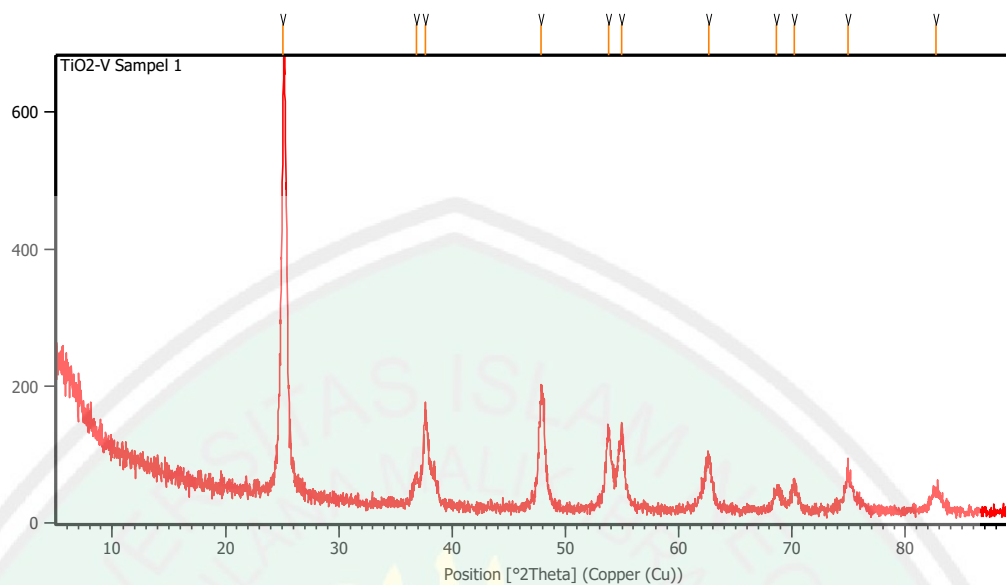
Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Insitut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya. Adapun spesifikasi instrumen XRD yang digunakan dapat dilihat pada Tabel L.4.

Tabel L.4.1 Spesifikasi instrumen XRD

Spesifikasi	
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1,54060
K-Alpha2 [Å]	1,54443
K-Beta [Å]	1,39225
K-A2/K-A1 Ratio	0,50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Start Position [°2Th.]	5,0084
End Position [°2Th.]	89,9744
Sampel	TiO ₂ -V : NaX Mesopori 0 : 100; 5 : 95; 10 : 90; 15 : 85; 100 : 0

L.4.1 Difraktogram Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD

1. TiO₂-V (0,3%)

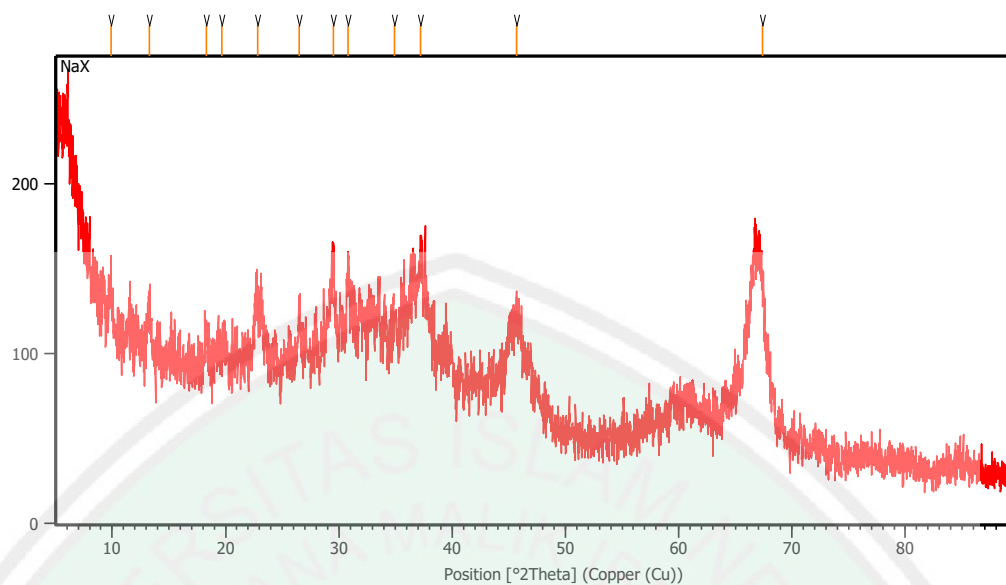


Gambar L.4.1 Difraktogram TiO₂-V (0,3%)

Tabel L.4.2 Data XRD TiO₂-V (0,3%)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.0750	579.13	0.1004	3.55142	100.00
36.8519	40.24	0.3346	2.43906	6.95
37.6088	118.95	0.2342	2.39170	20.54
47.8637	166.65	0.2007	1.90050	28.78
53.7769	114.39	0.2342	1.70465	19.75
54.9887	111.44	0.2007	1.66992	19.24
62.6424	73.95	0.4684	1.48304	12.77
68.6413	30.76	0.5353	1.36734	5.31
70.1701	40.14	0.4015	1.34125	6.93
74.9101	54.39	0.2676	1.26770	9.39
82.6827	27.37	0.9368	1.16713	4.73

2. NaX Mesopori

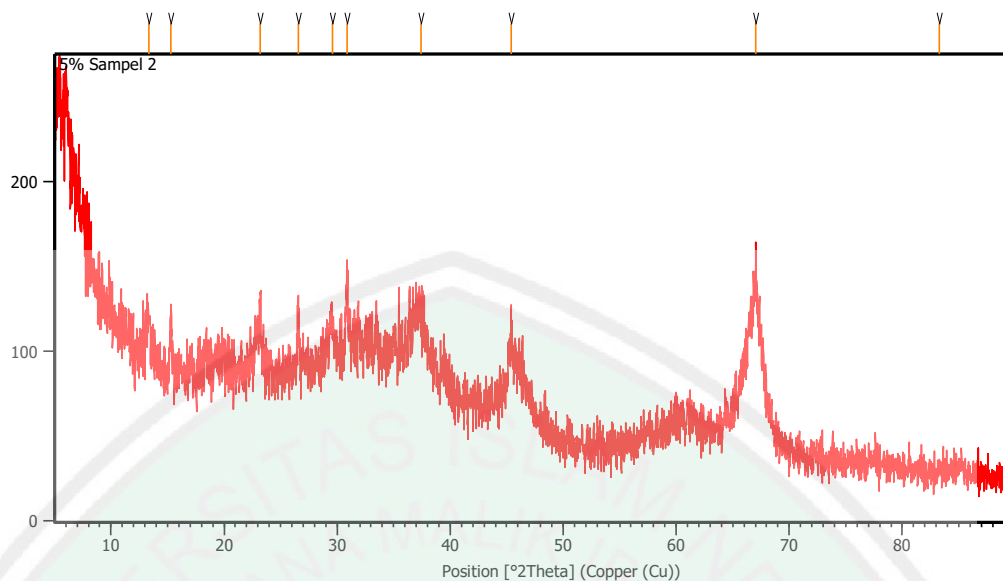


Gambar L.4.2 Difraktogram NaX Mesopori

Tabel L.4.3 Data XRD NaX Mesopori

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.8803	14.74	0.2676	8.95236	21.11
13.2560	29.41	0.2676	6.67924	42.12
18.3140	17.49	0.2676	4.84439	25.05
19.6723	10.48	0.5353	4.51286	15.01
22.8372	30.61	0.8029	3.89410	43.83
26.5109	28.06	0.2007	3.36224	40.19
29.5233	53.44	0.2007	3.02567	76.54
30.8460	38.67	0.1673	2.89888	55.38
34.9181	7.98	0.4015	2.56959	11.43
37.2323	50.48	0.4015	2.41502	72.30
45.6823	34.77	0.0900	1.98440	49.79
67.3597	69.83	0.4015	1.39020	100.00

3. 5% TiO₂-V/NaX Mesopori

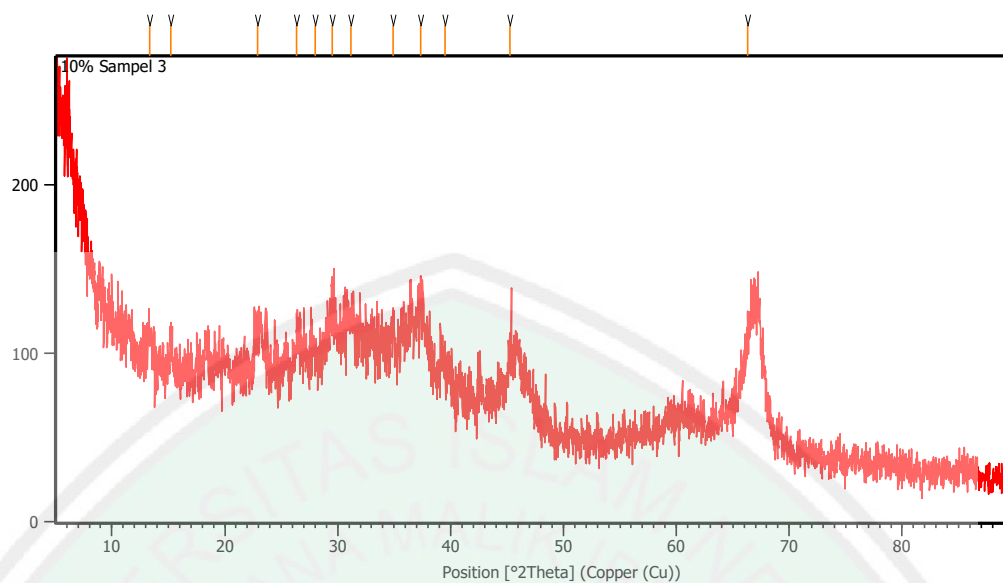


Gambar L.4.3 Difraktogram 5% TiO₂-V/NaX Mesopori

Tabel L.4.4 Data XRD 5% TiO₂-V/NaX Mesopori

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.3414	26.83	0.4015	6.63670	35.63
15.2938	34.15	0.2007	5.79358	45.35
23.1969	46.59	0.1338	3.83453	61.87
26.5692	34.51	0.2342	3.35499	45.83
29.5589	20.24	0.5353	3.02211	26.88
30.8968	50.16	0.1338	2.89423	66.61
37.4394	27.94	0.6691	2.40213	37.11
45.3678	33.66	0.4015	1.99907	44.69
67.0419	75.30	0.2676	1.39601	100.00
83.3000	7.34	0.2342	1.16004	9.75

4. 10% TiO₂-V/NaX Mesopori

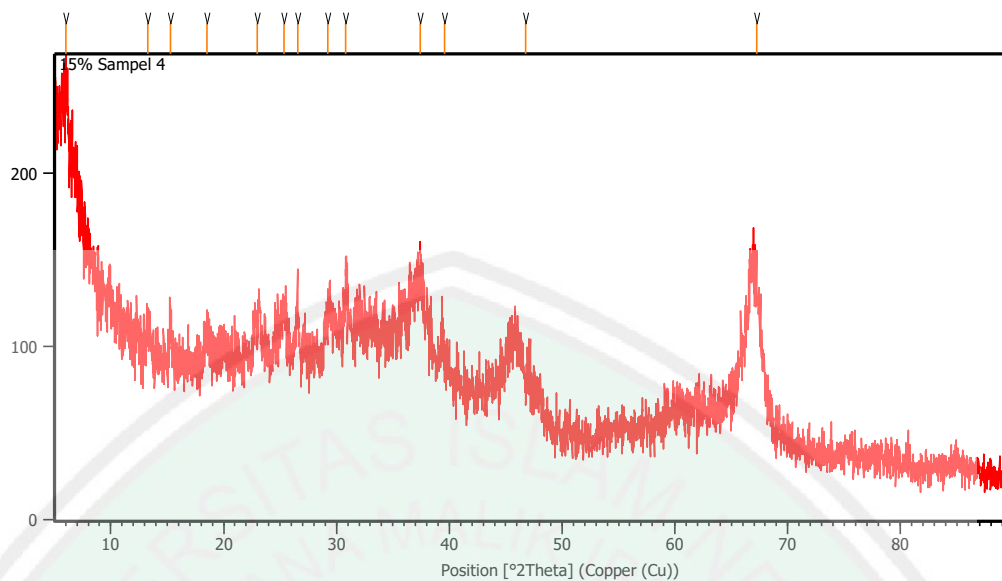


Gambar L.4.4 Difraktogram 10% TiO₂-V/NaX Mesopori

Tabel L.4.5 Data XRD 10% TiO₂-V/NaX Mesopori

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.3352	18.75	0.4015	6.63977	41.09
15.1952	14.99	0.4015	5.83096	32.85
22.9390	20.33	0.8029	3.87705	44.54
26.3639	18.24	0.4015	3.38065	39.98
28.0043	3.26	0.4684	3.18624	7.15
29.5324	28.20	0.3346	3.02476	61.78
31.1673	18.11	0.8029	2.86973	39.69
34.8783	13.34	0.3346	2.57242	29.22
37.3782	38.17	0.5353	2.40592	83.65
39.5282	13.79	0.5353	2.27988	30.23
45.2898	24.06	0.4015	2.00234	52.73
66.3403	45.63	0.0900	1.40790	100.00

5. 15% TiO₂-V/NaX Mesopori



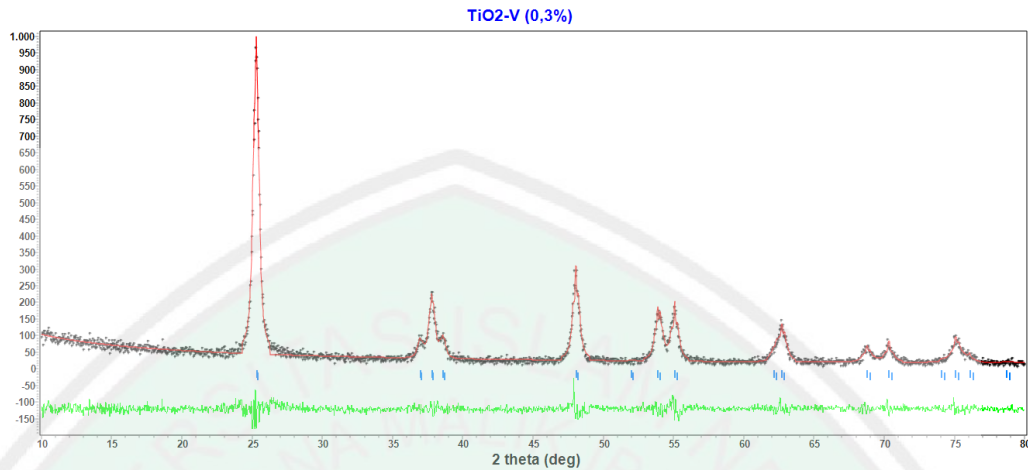
Gambar L.4.5 Difraktogram 15% TiO₂-V/NaX Mesopori

Tabel L.4.6 Data XRD 15% TiO₂-V/NaX Mesopori

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.9876	77.56	0.4015	14.76091	100.00
13.2796	22.94	0.3346	6.66746	29.58
15.2684	20.61	0.2007	5.80314	26.58
18.5392	12.78	0.8029	4.78604	16.48
22.9877	17.81	0.6691	3.86894	22.96
25.3363	27.59	0.4015	3.51538	35.57
26.5531	34.64	0.2007	3.35699	44.66
29.2480	20.42	0.6691	3.05352	26.32
30.8085	35.10	0.2007	2.90232	45.26
37.4212	36.09	0.4015	2.40326	46.54
39.5639	9.43	0.5353	2.27790	12.16
46.7989	50.09	0.0900	1.93962	64.58
67.2709	41.84	0.0900	1.39067	53.94

L.4.3 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Menggunakan Program Rietica

1. $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)



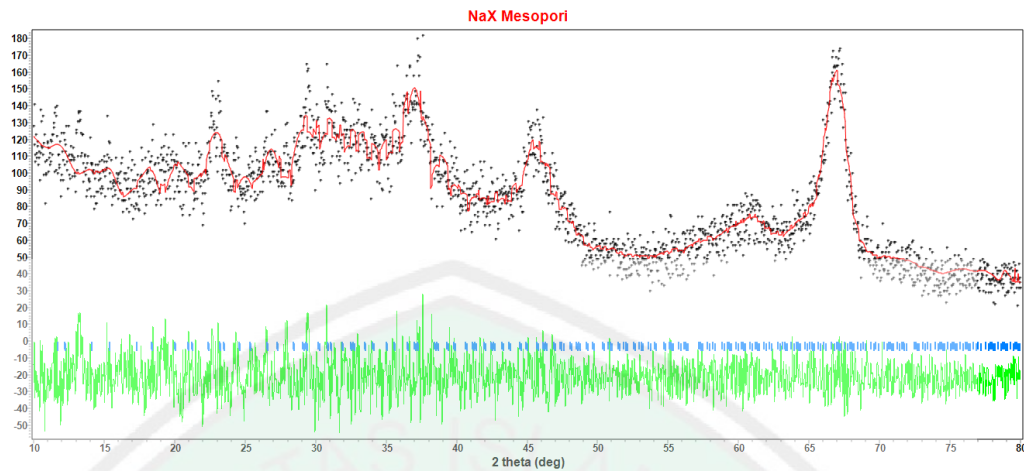
Gambar L.4.6 Plot hasil *refinement* $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)

```

CELL PARAMETERS      = 3.781736 0.000000 0.000000
                      3.781736 0.000000 0.000000
                      9.510761 0.000000 0.000000
                      90.000008 0.000000 0.000000
                      90.000008 0.000000 0.000000
                      90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME          = 136.018387 0.000000
SCALE * VOLUME       = 1.363127 0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 0 = 0.100000E-05 0.000000 0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.305846E-04 -0.333731E-07 0.384902E-05
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1067.48 -0.138803E-01 5.39630
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000 0.000000
                      V = -0.005000 0.000000 0.000000
                      W = 0.020000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 1.871855 0.005673 0.188454
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.013282 -0.000309 0.010960
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = -0.000120 0.000003 0.000141
| Rp | Rwp | GOF |
| 12.24 | 9.51 | 0.1305E+00 |

```

2. NaX Mesopori



Gambar L.4.7 Plot hasil *refinement* NaX mesopori

```

CELL PARAMETERS   = 25.099459 0.000000 0.000000
                   25.099459 0.000000 0.000000
                   25.099459 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = ***** 0.000000
SCALE * VOLUME    = 158.113663 0.000000
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -0.489373E-01 -0.300200 7.63838
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.502098 0.927740E-02 0.196485
BACKGROUND PARAMETER B 4 = -0.127405E-05 -0.231607E-07 0.612592E-06
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1268.59 2.59908 70.2754
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.07102 -0.00008 0.02999
                   0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 187.808334 1.253684 27.680393
                       V = -94.857323 -0.603103 14.284363
                       W = 13.058893 0.062366 1.901577
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 4.870183 0.004247 0.263178
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.192424 -0.000160 0.022131
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.002077 0.000003 0.000397
| Rp | Rwp | GOF |
| 9.7 | 11.72 | 0.1876E+00|
  
```

3. 5%TiO₂-V/NaX Mesopori



Gambar L.4.8 Plot hasil *refinement* 5% TiO₂-V/NaX mesopori

```

+-----+
|                                     |
|                               Phase: 1                               |
|                                     |
+-----+
CELL PARAMETERS    = 25.105141 0.001505 0.014900
                   25.105141 0.001505 0.014900
                   25.105141 0.001505 0.014900
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL    = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME        = ***** 16.265282
SCALE * VOLUME     = 158.229004 0.162653
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -213.304 1.36800 19.9854
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 14.9413 -0.814627E-01 1.06662
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.322134 0.156017E-02 0.213092E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.208129E-02 -0.939908E-05 0.138960E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 2169.39 -7.36340 125.792
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.05715 0.00029 0.02384
                   0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 8.710748 0.551888 4.011148
      V = -10.962136 -0.460612 3.325073
      W = 4.448760 0.055328 0.564379
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 3.494830 -0.002330 0.075841
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.062302 -0.000038 0.002892
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
|                                     |
|                               Phase: 2                               |
|                                     |
+-----+

CELL PARAMETERS   =  3.779785  0.000237  0.000378
                    3.779785  0.000237  0.000378
                    9.506922 -0.001014  0.001958
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000
                    90.000008  0.000000  0.000000

RECIPROCAL CELL   =  0.265  0.265  0.105  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME       =  135.82323  0.033932
SCALE * VOLUME    =  1.359174  0.000339

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -213.304    1.36800    19.9854
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  14.9413   -0.814627E-01  1.06662
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.322134   0.156017E-02  0.213092E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 =  0.208129E-02 -0.939908E-05  0.138960E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 =  2169.39    -7.36340    125.792
ASYMMETRY PARAMETERS   =  0.09469 -0.01339  0.00885
                        0.00000  0.00000  0.00000

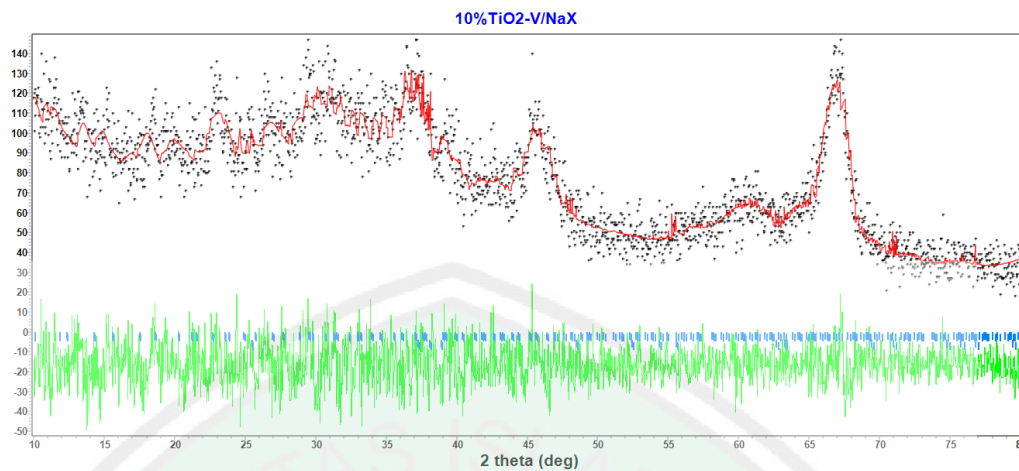
HALFWIDTH PARAMETERS U =   0.855193    0.002176    0.011848
                        V =  -0.601884   -0.001000    0.010075
                        W =   0.050822    0.000041    0.002072

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =  5.509849 -0.381027  2.409556
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  0.000000  0.000000  0.000000

| Rp | Rwp | GOF |
| 9.9 | 11.35 | 0.1535E+00 |

```

4. 10%TiO₂-V/NaX Mesopori



Gambar L.4.9 Plot hasil *refinement* 10% TiO₂-V/NaX mesopori

```

+-----+
|                                     |
|                                     |
|                                     |
+-----+
Phase: 1
+-----+
CELL PARAMETERS   = 24.725325 -0.000303 0.000715
                   24.725325 -0.000303 0.000715
                   24.725325 -0.000303 0.000715
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = ***** 0.775783
SCALE * VOLUME    = 156.732819 0.007758
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -120.527 0.681228 15.0144
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 10.8760 -0.370519E-01 0.804787
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.245715 0.834837E-03 0.166464E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.162454E-02 -0.546746E-05 0.113429E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1379.48 -2.58559 91.5204
ASYMMETRY PARAMETERS = 1.83656 0.01266 0.03571
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -1.756613 -0.000537 0.029072
V = 1.507894 0.000992 0.031481
W = -0.061102 -0.000348 0.008311
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.804952 -0.018731 0.082735
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.031211 0.000787 0.003665
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
|                                     |
|                               Phase: 2                               |
|                                     |
+-----+

CELL PARAMETERS   =  3.752895  0.000007  0.001427
                   3.752895  0.000007  0.001427
                   9.435574 -0.000092  0.022877
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000

RECIPROCAL CELL   =  0.265  0.265  0.104  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME       =  132.89267  0.333997
SCALE * VOLUME    =  1.364586  0.003340

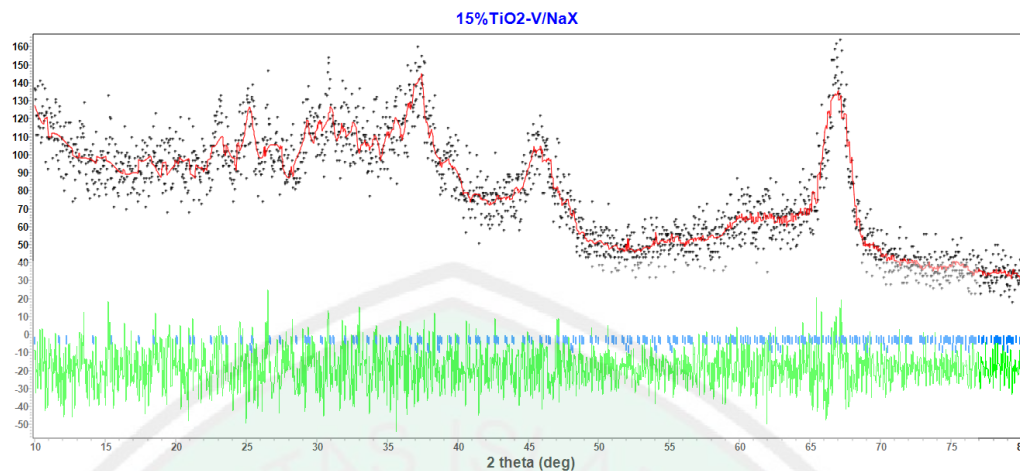
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -120.527   0.681228   15.0144
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  10.8760  -0.370519E-01  0.804787
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.245715   0.834837E-03  0.166464E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 =  0.162454E-02 -0.546746E-05  0.113429E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 =  1379.48    -2.58559    91.5204
ASYMMETRY PARAMETERS   =  0.02000  0.00000  0.00000
                        0.00000  0.00000  0.00000

HALFWIDTH PARAMETERS U = -10.715585   0.083898   2.743320
      V =  18.888508   0.129066   1.249537
      W = -3.806380  -0.033252   0.155067

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =  0.200000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  0.000000  0.000000  0.000000
| Rp | Rwp | GOF |
| 9.99 | 11.36 | 0.1556E+00 |

```

5. 15%TiO₂-V/NaX Mesopori



Gambar L.4.10 Plot hasil *refinement* 15% TiO₂-V/NaX mesopori

```

+-----+
|                                     |
|                                     |
|                                     |
+-----+
Phase: 1
+-----+
CELL PARAMETERS   = 25.006828 -0.000904 0.014803
                   25.006828 -0.000904 0.014803
                   25.006828 -0.000904 0.014803
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL   = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000 90.000
CELL VOLUME       = ***** 16.064363
SCALE * VOLUME    = 156.829498 0.160644
BACKGROUND PARAMETER B 0 = -268.685 -1.49995 23.4286
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 18.5896 0.771950E-01 1.26239
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.402139 -0.152585E-02 0.253960E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.263533E-02 0.985400E-05 0.165991E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 2435.36 9.95923 148.212
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.16857 -0.00026 0.03877
                      0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 27.900911 -0.034294 6.223525
                        V = -28.735834 0.029060 5.853890
                        W = 8.068918 -0.008692 1.355809
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 3.385933 0.004648 0.095030
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = -0.057812 -0.000118 0.002995
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
|                                     |
|                               Phase: 2                               |
|                                     |
+-----+

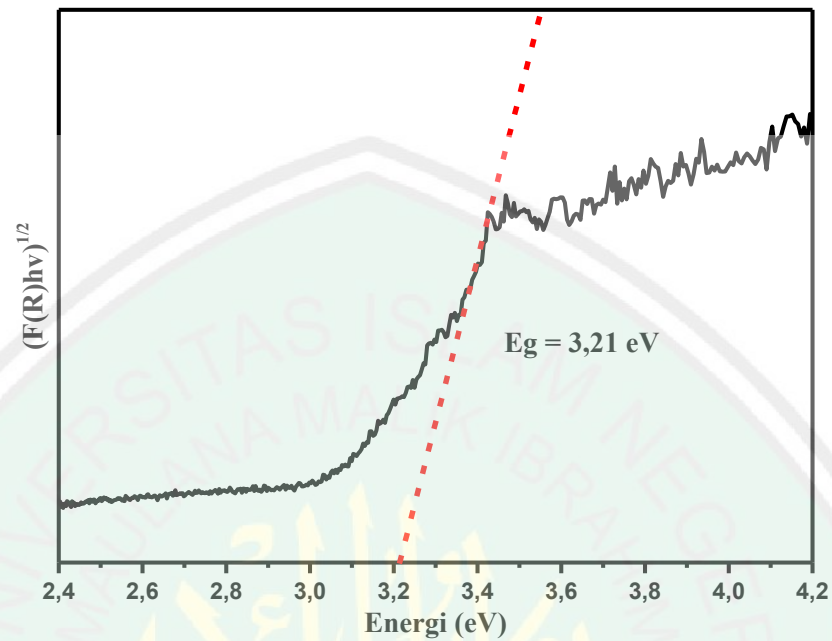
CELL PARAMETERS   =  3.784835 -0.000298  0.000983
                   3.784835 -0.000298  0.000983
                   9.497050 -0.002077  0.004561
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000

RECIPROCAL CELL   =  0.264  0.264  0.105  90.000  90.000  90.000
CELL VOLUME       =  136.04503  0.082405
SCALE * VOLUME    =  1.365342  0.000824

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -268.685   -1.49995   23.4286
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  18.5896   0.771950E-01  1.26239
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.402139  -0.152585E-02  0.253960E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 =  0.263533E-02  0.985400E-05  0.165991E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 =  2435.36    9.95923    148.212
ASYMMETRY PARAMETERS   = -0.02832  0.00776  0.02269
                        0.00000  0.00000  0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U =   1.869593   0.084767   0.122682
      V   =  -1.982595  -0.087813   0.127885
      W   =   0.510860   0.022279   0.032655
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = -2.471414 -0.083557  0.835771
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.133511  0.001962  0.023558
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  0.000000  0.000000  0.000000
|  Rp  |  Rwp  |  GOF  |
|  9.99 | 11.16 | 0.1588E+00 |

```

Lampiran 5. Hasil Karakterisasi Menggunakan UV-Vis DRS
L.5.1 TiO₂-V Anatas (Sigma-Aldrich)



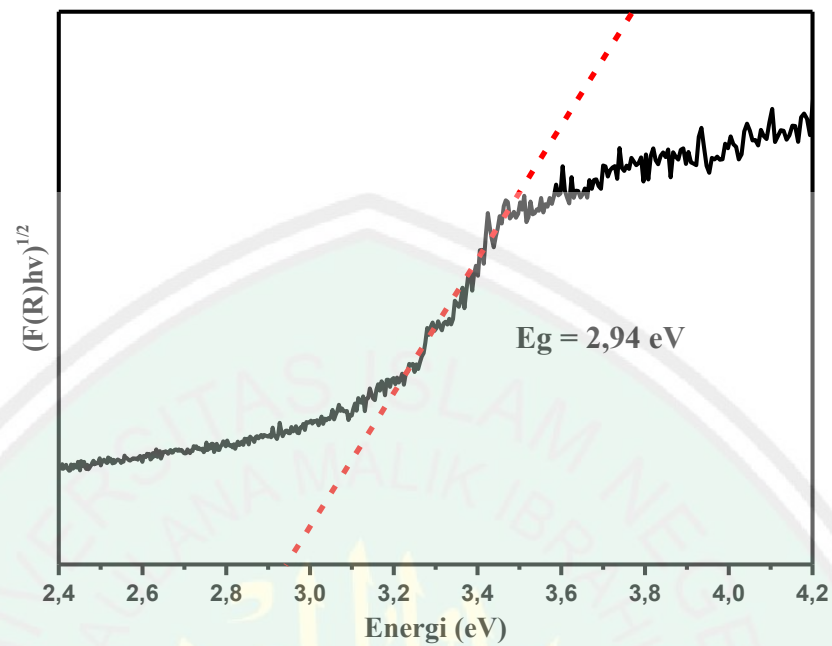
Gambar L.5.1 Nilai energi celah pita TiO₂ Anatas SA

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$3,21 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 385,15 \text{ nm}$$

L.5.2 TiO₂-V (0,3%)



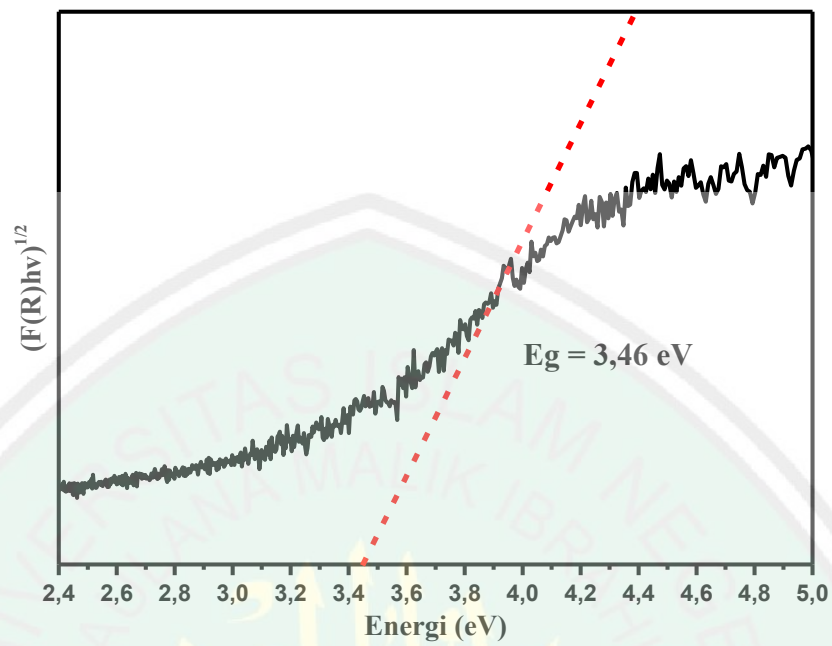
Gambar L.5.2 Nilai energi celah pita TiO₂ (0,3%)

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$2,94 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 420,52 \text{ nm}$$

L.5.3 NaX Mesopori



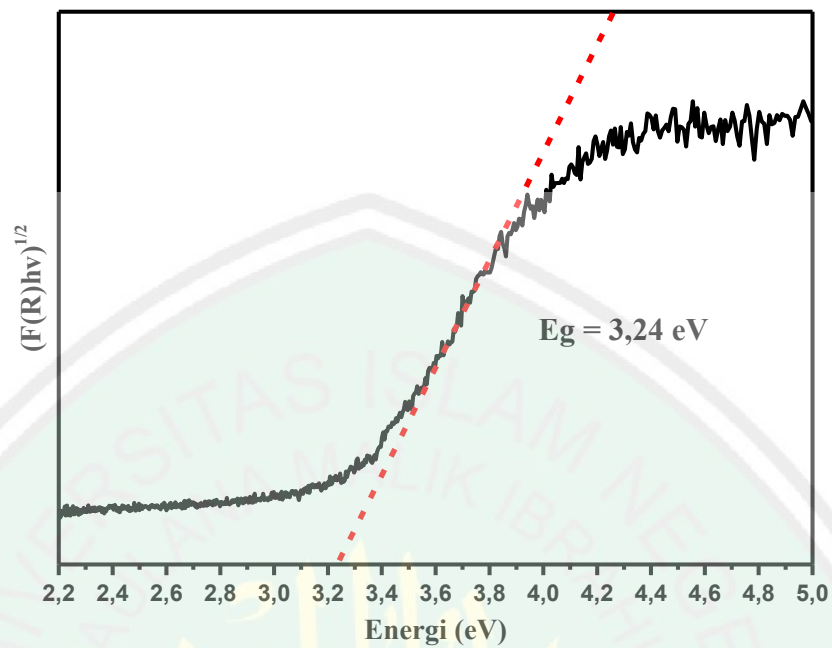
Gambar L.5.3 Nilai energi celah pita TiO_2 (0,3%)

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$3,46 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 357,32 \text{ nm}$$

L.5.4 5%TiO₂-V/NaX



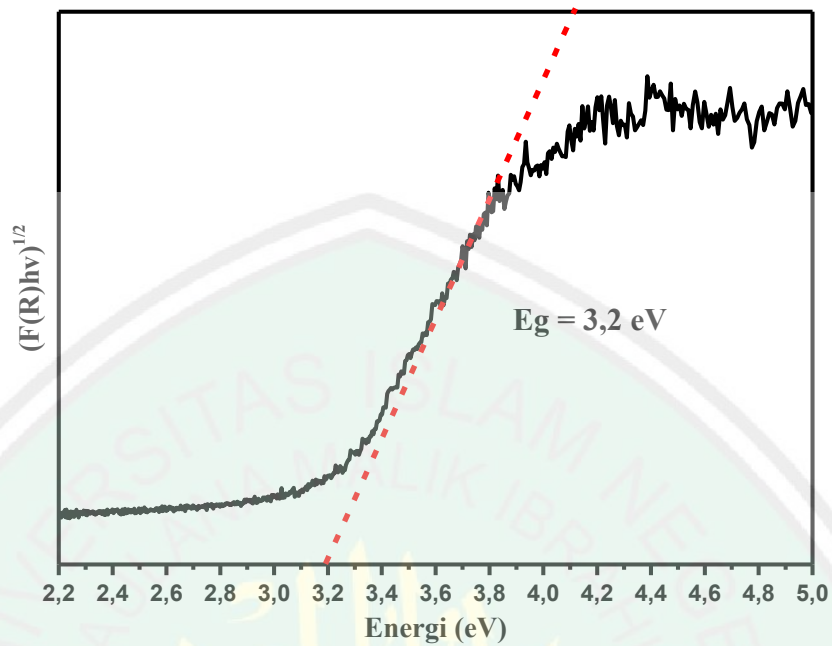
Gambar L.5.4 Nilai energi celah pita 5%TiO₂-V/NaX

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$3,46 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 357,32 \text{ nm}$$

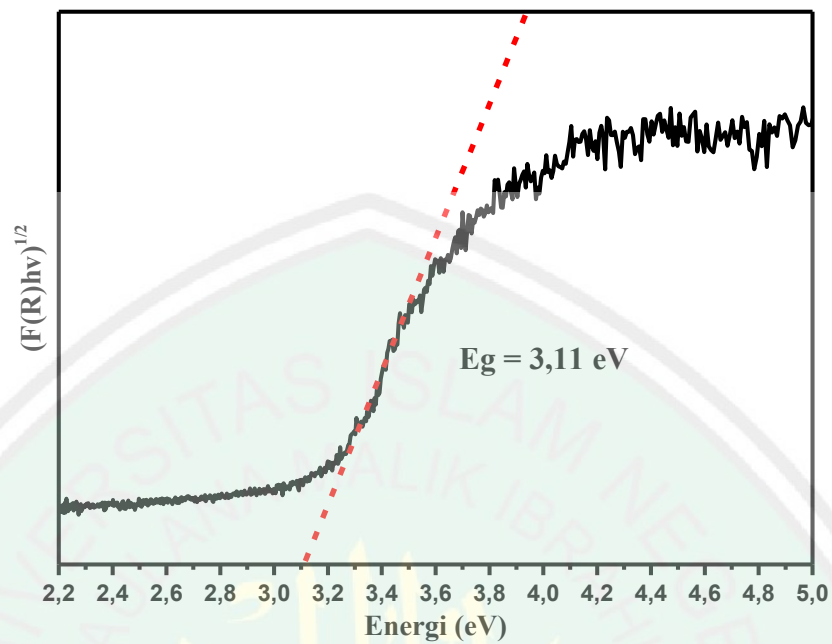
L.5.5 10%TiO₂-V/NaX



Gambar L.5.5 Nilai energi celah pita 10%TiO₂-V/NaX

$$\begin{aligned}
 E &= \frac{hxc}{\lambda} \\
 3,2 \text{ eV} &= \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda} \\
 \lambda &= 386,35 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

L.5.6 15%TiO₂-V/NaX



Gambar L.5.6 Nilai energi celah pita 15%TiO₂-V/NaX

$$E = \frac{hxc}{\lambda}$$

$$3,11 \text{ eV} = \frac{(4,1211 \times 10^{-15} \text{ eV.s}) \times (3 \times 10^8 \text{ m/s})}{\lambda}$$

$$\lambda = 397,53 \text{ nm}$$

Lampiran 6. Hasil Karakterisasi Menggunakan Adsorpsi-Desorpsi N₂

L.6.1 NaX Mesopori

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



Analysis		Report	
Operator:nova	Date:2019/11/05	Operator:nova	Date:11/18/2019
Sample ID: NaX_ahmad	Filename:	C:\QCdata\Physisorb\NaX_ahmad.qps	
Sample Desc:	Comment:		
Sample weight: 0.0569 g	Sample Volume: 0.01459 cc	Sample Density: 3.9 g/cc	
Outgas Time: 3.0 hrs	OutgasTemp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 626.4 min	End of run: 2019/11/05 3:30:07	Instrument: Nova Station C	
Cell ID: 82		F/W version: 0.00	

Isotherm

Data Reduction Parameters Data

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

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
3.34640e-02	14.2398	4.94380e-01	38.2157	9.56153e-01	128.4865
5.79300e-02	15.7386	5.25494e-01	41.3275	9.86719e-01	143.2170
8.83100e-02	16.9993	5.49280e-01	44.1161	9.48678e-01	136.1606
1.22841e-01	18.2940	5.84924e-01	49.1894	8.77390e-01	127.7751
1.52239e-01	19.3815	6.16749e-01	54.5981	7.90309e-01	118.6152
1.84807e-01	20.5738	6.44555e-01	60.1608	7.18565e-01	109.7206
2.15303e-01	21.7315	6.77927e-01	68.4253	6.43759e-01	92.7169
2.42490e-01	22.8305	7.08384e-01	77.4017	5.57575e-01	61.1281
2.70922e-01	24.0348	7.38980e-01	87.0152	4.83658e-01	49.1213
3.08228e-01	25.5984	7.70736e-01	96.1276	4.02939e-01	40.5236
3.37209e-01	27.1608	7.99748e-01	101.5683	3.32509e-01	35.3330
3.65099e-01	28.5565	8.31349e-01	105.7827	2.46873e-01	29.3273
3.97968e-01	30.9795	8.65068e-01	110.1662	1.80153e-01	24.8488
4.28634e-01	32.9377	8.93971e-01	114.4516	1.02758e-01	19.3493
4.61171e-01	35.2880	9.28719e-01	121.0216		

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

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

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
3.34640e-02	14.2398	1.9454e+00	1.84807e-01	20.5738	8.8165e+00
5.79300e-02	15.7386	3.1261e+00	2.15303e-01	21.7315	1.0102e+01
8.83100e-02	16.9993	4.5591e+00	2.42490e-01	22.8305	1.1219e+01
1.22841e-01	18.2940	6.1250e+00	2.70922e-01	24.0348	1.2370e+01
1.52239e-01	19.3815	7.4134e+00	3.08228e-01	25.5984	1.3927e+01

BET summary

Slope = 43.442
Intercept = 6.770e-01
Correlation coefficient, r = 0.999617
C constant = 65.167

Surface Area = 78.934 m²/g

BJH Pore Size Distribution Adsorption

Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
Adsorbate	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å²
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm²
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

BJH Pore Size Distribution Adsorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[Å]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/Å/g]	[m²/Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
30.9494	3.8385e-03	4.9610e+00	1.7198e-03	2.2227e+00	1.2250e-01	1.5833e+02
33.1961	6.1835e-03	7.7867e+00	1.0370e-03	1.2495e+00	7.9231e-02	9.5471e+01
35.6396	9.4919e-03	1.1500e+01	1.2600e-03	1.4142e+00	1.0336e-01	1.1600e+02
38.4366	1.4515e-02	1.6727e+01	1.6923e-03	1.7611e+00	1.4970e-01	1.5579e+02
41.4714	2.0268e-02	2.2276e+01	1.8548e-03	1.7890e+00	1.7704e-01	1.7076e+02
44.3326	2.5861e-02	2.7323e+01	2.1340e-03	1.9255e+00	2.1778e-01	1.9649e+02
47.8546	3.6831e-02	3.6492e+01	2.4804e-03	2.0733e+00	2.7312e-01	2.2829e+02
52.3502	4.9050e-02	4.5829e+01	2.6745e-03	2.0436e+00	3.2219e-01	2.4618e+02
56.9331	6.1981e-02	5.4913e+01	2.8128e-03	1.9762e+00	3.6854e-01	2.5893e+02
62.4684	8.1749e-02	6.7571e+01	3.0535e-03	1.9552e+00	4.3882e-01	2.8099e+02
69.2550	1.0345e-01	8.0104e+01	3.0566e-03	1.7654e+00	4.8699e-01	2.8127e+02
77.1453	1.2651e-01	9.2064e+01	2.6570e-03	1.3777e+00	4.7147e-01	2.4446e+02
87.1374	1.4787e-01	1.0187e+02	1.8890e-03	8.6713e-01	3.7847e-01	1.7374e+02
99.4278	1.5994e-01	1.0672e+02	9.0960e-04	3.6593e-01	2.0793e-01	8.3652e+01
115.7609	1.6873e-01	1.0976e+02	4.5336e-04	1.5666e-01	1.2056e-01	4.1659e+01
140.5705	1.7751e-01	1.1226e+02	2.9028e-04	8.2601e-02	9.3594e-02	2.6633e+01
175.9846	1.8584e-01	1.1415e+02	2.0531e-04	4.6666e-02	8.2827e-02	1.8826e+01
241.7219	1.9816e-01	1.1619e+02	1.3550e-04	2.2423e-02	7.4522e-02	1.2332e+01
372.5672	2.1156e-01	1.1763e+02	7.8433e-05	8.4208e-03	6.6090e-02	7.0956e+00
961.4167	2.3595e-01	1.1864e+02	2.4233e-05	1.0082e-03	4.8320e-02	2.0104e+00

BJH adsorption summary

Surface Area = 118.644 m²/g
Pore Volume = 0.236 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 69.255 Å

BJH Pore Size Distribution Desorption

Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
Adsorbate	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å²
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm²
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[Å]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/Å/g]	[m²/Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
35.6732	1.5030e-02	1.6853e+01	2.3095e-03	2.5897e+00	1.8918e-01	2.1213e+02
42.7713	4.1636e-02	4.1735e+01	3.4605e-03	3.2363e+00	3.3989e-01	3.1787e+02
52.8533	1.2601e-01	1.0559e+02	6.7630e-03	5.1183e+00	8.1921e-01	6.1999e+02
67.2937	1.6835e-01	1.3076e+02	2.5809e-03	1.5341e+00	3.9792e-01	2.3653e+02
88.4299	1.8845e-01	1.3985e+02	7.7727e-04	3.5159e-01	1.5713e-01	7.1076e+01
136.0422	2.0723e-01	1.4537e+02	2.7074e-04	7.9605e-02	8.2940e-02	2.4386e+01
282.1533	2.2263e-01	1.4755e+02	6.9111e-05	9.7976e-03	4.2460e-02	6.0194e+00
929.2224	2.3432e-01	1.4806e+02	1.0913e-05	4.6977e-04	2.0483e-02	8.8172e-01

BJH desorption summary

Surface Area = 148.058 m²/g
Pore Volume = 0.234 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 52.853 Å

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

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

Average Pore Size summary

Average pore Diameter = 1.12261e+02 Å

Total Pore Volume

Data Reduction Parameters Data

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

Total Pore Volume summary

Total Pore Volume

Total pore volume = 2.215e-01 cc/g
for pores smaller than 1464.9 Å (Diameter)
at P/Po = 0.98672

L.6.2 15%TiO₂-V/NaX

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



Analysis	Date: 2019/11/15	Report	Date: 11/18/2019
Operator: nova	Filename:	Operator: nova	
Sample ID: SARM2116-02101	Comment:	C:\QCdata\Physisorb\NaX15TiO2-V.qps	
Sample Desc:	Sample Volume: 0.01497 cc	Sample Density: 3.9 g/cc	
Sample weight: 0.0584 g	Outgas Temp: 300.0 C		
Outgas Time: 3.0 hrs	Bath Temp: 77.3 K		
Analysis gas: Nitrogen	Equil time: 120/120 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	End of run: 2019/11/15 2:10:27	Instrument: Nova Station A	
Analysis Time: 597.6 min		F/W version: 0.00	
Cell ID: 92			

IsothermData Reduction Parameters Data

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

Isotherm Data

Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]	Relative Pressure	Volume @ STP [cc/g]
2.25880e-02	15.2417	4.96030e-01	44.0839	9.55404e-01	138.8586
5.41990e-02	17.7950	5.20754e-01	47.2149	9.91046e-01	162.5381
8.55770e-02	19.2883	5.54392e-01	51.3861	9.51798e-01	149.3226
1.20740e-01	20.7340	5.86939e-01	55.9526	8.76404e-01	136.9303
1.54007e-01	21.9664	6.13257e-01	60.4434	7.93365e-01	127.2328
1.87993e-01	23.5614	6.43072e-01	66.0853	7.21461e-01	118.0153
2.16571e-01	25.0281	6.76130e-01	73.8330	6.43444e-01	98.9400
2.48088e-01	26.4599	7.06936e-01	82.5012	5.56087e-01	68.2459
2.69949e-01	27.7983	7.42091e-01	94.5804	4.84152e-01	57.1585
3.00260e-01	29.6743	7.70529e-01	102.8634	4.05864e-01	47.8707
3.43517e-01	32.1341	8.07974e-01	110.1631	3.30826e-01	41.7661
3.68929e-01	33.7707	8.34424e-01	113.9474	2.58643e-01	36.3523
3.98536e-01	35.7444	8.61430e-01	118.6405	1.77361e-01	30.4402
4.30959e-01	38.4052	8.99139e-01	124.4987	1.02091e-01	24.8361
4.66067e-01	41.1917	9.26555e-01	130.2511		

Multi-Point BETData Reduction Parameters Data

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

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W((Po/P) - 1)]
2.25880e-02	15.2417	1.2132e+00	1.87993e-01	23.5614	7.8620e+00
5.41990e-02	17.7950	2.5766e+00	2.16571e-01	25.0281	8.8374e+00
8.55770e-02	19.2883	3.8821e+00	2.48088e-01	26.4599	9.9770e+00
1.20740e-01	20.7340	5.2991e+00	2.69949e-01	27.7983	1.0643e+01
1.54007e-01	21.9664	6.6308e+00	3.00260e-01	29.6743	1.1570e+01

BET summary

Slope = 37.406
 Intercept = 6.398e-01
 Correlation coefficient, r = 0.998644
 C constant = 59.464
 Surface Area = 91.535 m²/g

BJH Pore Size Distribution Adsorption

Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
Adsorbate	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å²
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm²
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

BJH Pore Size Distribution Adsorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[Å]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/Å/g]	[m²/Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
31.0950	2.4190e-03	3.1118e+00	1.1968e-03	1.5395e+00	8.5659e-02	1.1019e+02
33.3059	6.7902e-03	8.3616e+00	1.8208e-03	2.1868e+00	1.3958e-01	1.6763e+02
35.9383	1.1003e-02	1.3051e+01	1.4710e-03	1.6372e+00	1.2166e-01	1.3541e+02
38.7236	1.6201e-02	1.8420e+01	1.9204e-03	1.9837e+00	1.7116e-01	1.7680e+02
41.3020	2.2857e-02	2.4866e+01	2.7167e-03	2.6311e+00	2.5829e-01	2.5015e+02
44.3829	3.1413e-02	3.2577e+01	2.3051e-03	2.0775e+00	2.3544e-01	2.1219e+02
48.2875	4.1113e-02	4.0613e+01	2.3673e-03	1.9610e+00	2.6305e-01	2.1791e+02
52.2182	5.1199e-02	4.8338e+01	2.6795e-03	2.0526e+00	3.2204e-01	2.4669e+02
56.5350	6.4033e-02	5.7418e+01	2.6354e-03	1.8646e+00	3.4286e-01	2.4258e+02
62.1476	8.2230e-02	6.9131e+01	2.8632e-03	1.8429e+00	4.0937e-01	2.6348e+02
68.8807	1.0288e-01	8.1120e+01	2.9035e-03	1.6861e+00	4.6009e-01	2.6718e+02
77.4564	1.3184e-01	9.6077e+01	2.8846e-03	1.4897e+00	5.1375e-01	2.6531e+02
87.5912	1.5112e-01	1.0488e+02	1.8847e-03	8.6067e-01	3.7968e-01	1.7339e+02
101.6152	1.6710e-01	1.1117e+02	8.9710e-04	3.5313e-01	2.0936e-01	8.2413e+01
119.1222	1.7490e-01	1.1379e+02	4.5353e-04	1.5229e-01	1.2418e-01	4.1699e+01
139.7309	1.8448e-01	1.1653e+02	3.9860e-04	1.1411e-01	1.2793e-01	3.6622e+01
178.8301	1.9578e-01	1.1906e+02	2.0864e-04	4.6667e-02	8.5250e-02	1.9068e+01
242.4829	2.0657e-01	1.2084e+02	1.4749e-04	2.4331e-02	8.1724e-02	1.3481e+01
364.8041	2.2204e-01	1.2254e+02	9.0208e-05	9.8912e-03	7.4357e-02	8.1531e+00
1305.3738	2.6054e-01	1.2372e+02	2.2524e-05	6.9018e-04	5.6566e-02	1.7333e+00

BJH adsorption summary

Surface Area = 123.717 m²/g
Pore Volume = 0.261 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 68.881 Å

BJH Pore Size Distribution Desorption

Data Reduction Parameters Data

t-Method	Calc. method: de Boer	Ignoring P-tags below 0.35 P/Po	
BJH/DH method	Moving pt. avg.: off	Temperature	77.350K
Adsorbate	Nitrogen	Cross Section:	16.200 Å²
	Molec. Wt.: 28.013 g	Surf. Tension:	8.850 erg/cm²
	Contact Angle: 0.0 degrees	Liquid Density:	0.808 g/cc

BJH Pore Size Distribution Desorption Data

Diameter	Pore Volume	Pore Surf Area	dV(d)	dS(d)	dV(logd)	dS(logd)
[Å]	[cc/g]	[m²/g]	[cc/Å/g]	[m²/Å/g]	[cc/g]	[cc/g]
35.8009	1.7727e-02	1.9806e+01	2.7951e-03	3.1229e+00	2.2981e-01	2.5676e+02
42.7054	4.1575e-02	4.2143e+01	3.1938e-03	2.9915e+00	3.1326e-01	2.9341e+02
52.7371	1.2273e-01	1.0370e+02	6.4430e-03	4.8869e+00	7.7866e-01	5.9059e+02
67.6656	1.7001e-01	1.3165e+02	2.7390e-03	1.6192e+00	4.2443e-01	2.5090e+02
89.5686	1.9055e-01	1.4082e+02	7.7375e-04	3.4554e-01	1.5840e-01	7.0740e+01
136.1262	2.1025e-01	1.4661e+02	2.9591e-04	8.6952e-02	9.0872e-02	2.6702e+01
293.7356	2.3284e-01	1.4969e+02	9.0840e-05	1.2370e-02	5.7577e-02	7.8407e+00
1289.1236	2.5432e-01	1.5035e+02	1.2334e-05	3.8272e-04	3.0127e-02	9.3479e-01

BJH desorption summary

Surface Area = 150.352 m²/g
Pore Volume = 0.254 cc/g
Pore Diameter Dv(d) = 52.737 Å

Average Pore Size

Data Reduction Parameters Data

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

Average Pore Size summary

Average pore Diameter = 1.09867e+02 Å

Total Pore Volume

Data Reduction Parameters Data

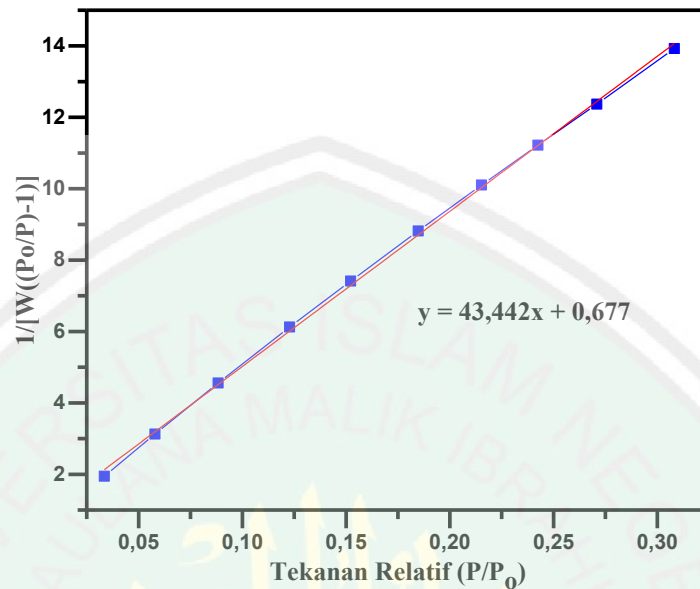
<u>Adsorbate</u>	Nitrogen	Temperature	77.350K	Liquid Density:	0.808 g/cc
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²		

Total Pore Volume summary Total Pore Volume

Total pore volume = 2.514e-01 cc/g
for pores smaller than 2160.2 Å (Diameter)
at P/Po = 0.99105

L.6.3 Penentuan Luas Permukaan Menggunakan Metode BET

1. NaX Mesopori



Gambar L.6.1 Penentuan luas permukaan pada NaX Mesopori

Diketahui:

Slope : 43,442

Intersep : 0,677

Penentuan Nilai W_m

$$W_m = \frac{1}{(s+i)}$$

$$W_m = \frac{1}{(43,442 + 0,677)}$$

$$W_m = 0,0227$$

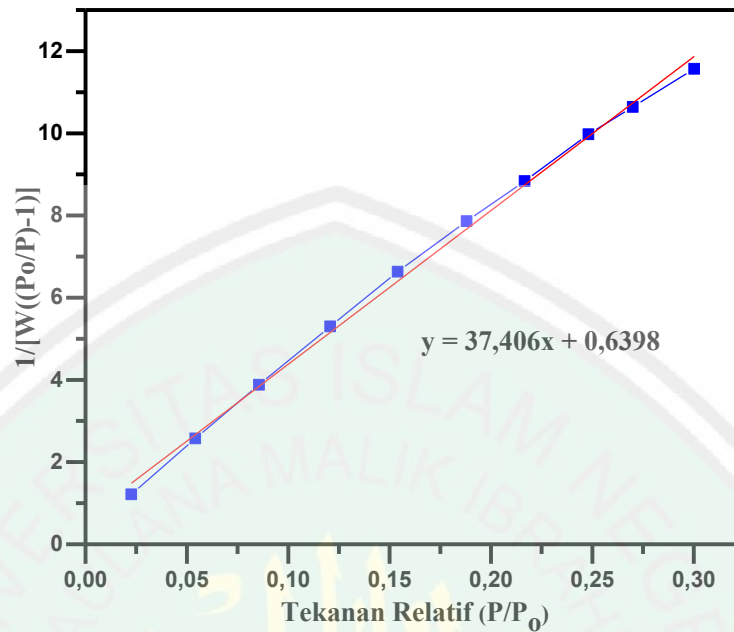
Penentuan Nilai Luas Permukaan (St)

$$St = \frac{W_m \times N \times A_{cs}}{M}$$

$$St = \frac{0,0227 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,013}$$

$$St = 79,06 \text{ m}^2/\text{g}$$

2. 15%TiO₂-V/NaX



Gambar L.6.2 Penentuan luas permukaan pada 15%TiO₂-V/NaX

Diketahui:

Slope : 37,406

Intersep : 0,6398

Penentuan Nilai W_m

$$W_m = \frac{1}{(s+i)}$$

$$W_m = \frac{1}{(37,406+0,6398)}$$

$$W_m = 0,0263$$

Penentuan Nilai Luas Permukaan (St)

$$St = \frac{W_m \times N \times A_{cs}}{M}$$

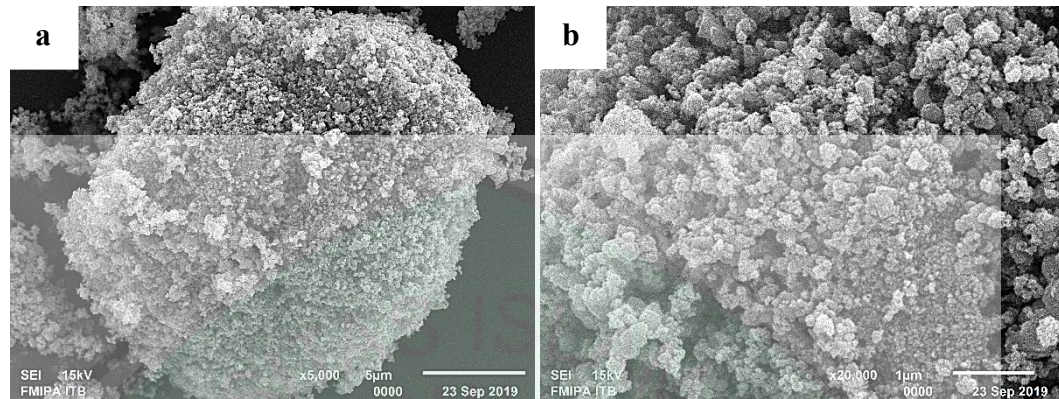
$$St = \frac{0,0263 \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{-20}}{28,013}$$

$$St = 91,598 \text{ m}^2/\text{g}$$

Lampiran 7. Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM-EDX

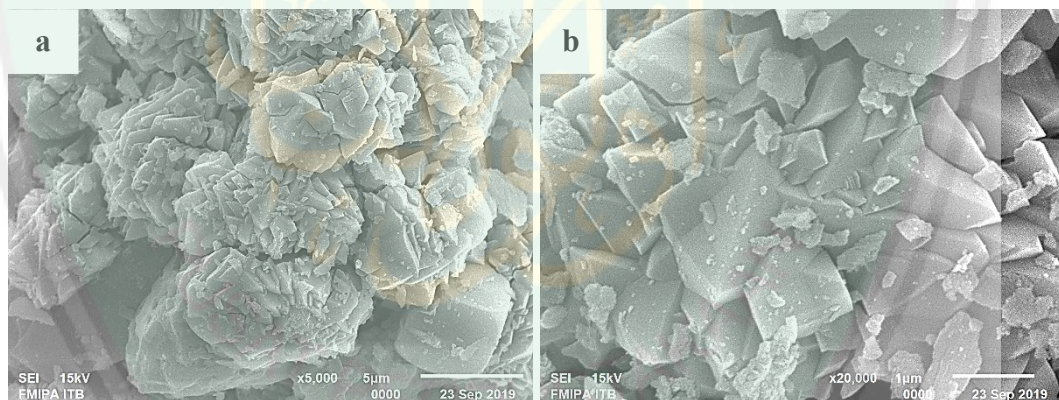
L.7.1 Morfologi Material Hasil Sintesis

1. $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)



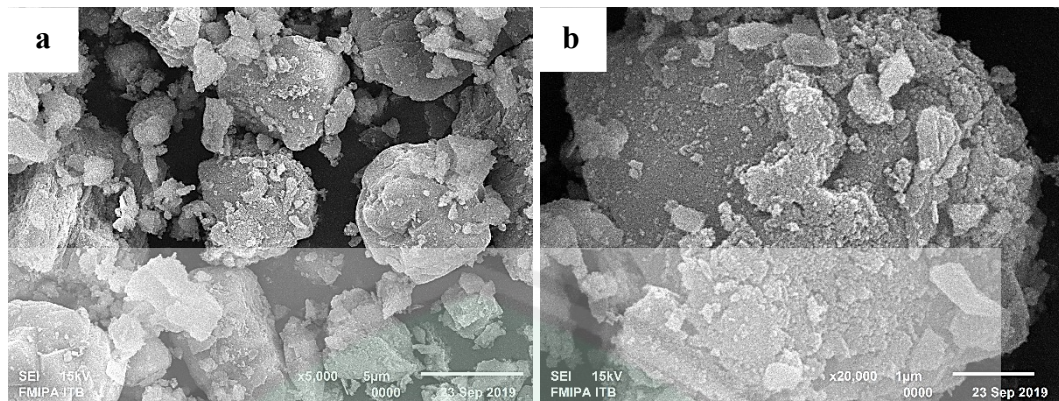
Gambar L.7.1 Morfologi $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%) pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x

2. NaX Mesopori



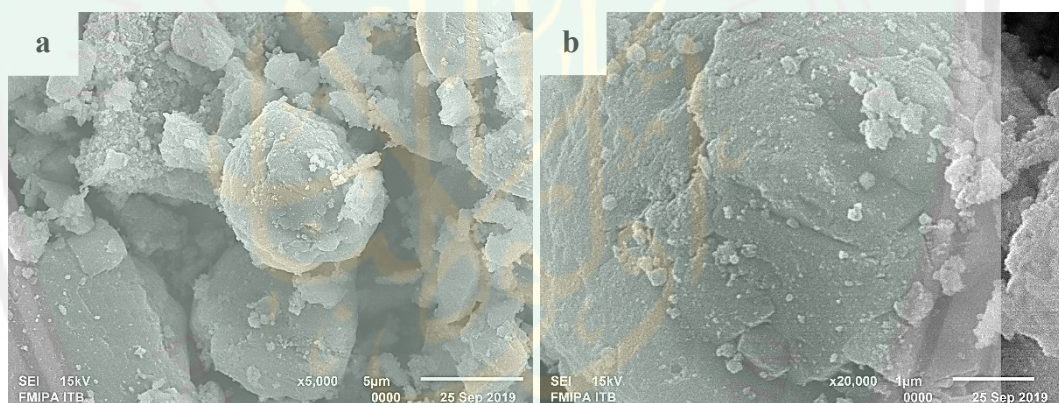
Gambar L.7.2 Morfologi NaX Mesopori pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x

3. 5%TiO₂-V/NaX



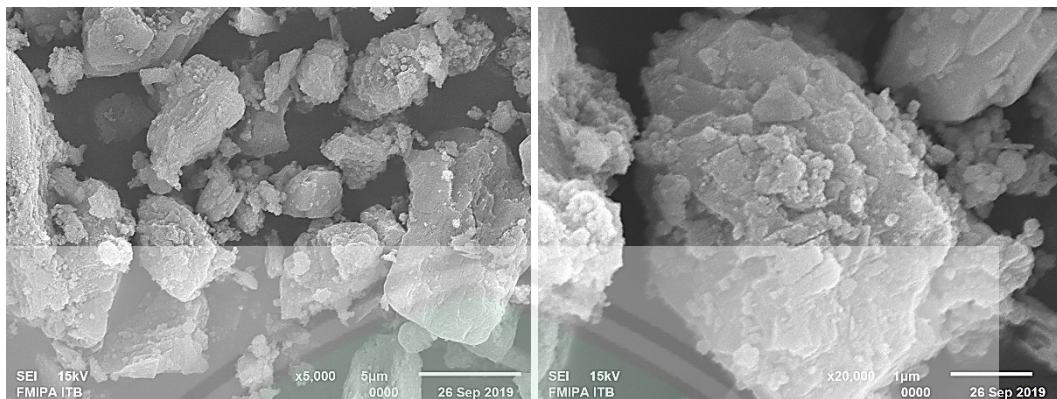
Gambar L.7.3 Morfologi 5%TiO₂-V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x

4. 10%TiO₂-V/NaX



Gambar L.7.4 Morfologi 10%TiO₂-V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x

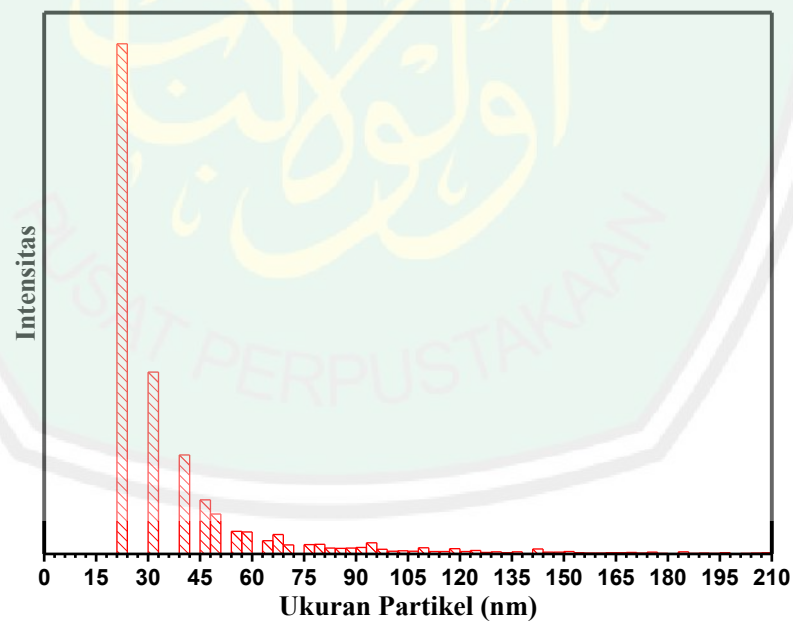
5. 15%TiO₂-V/NaX



Gambar L.7.5 Morfologi 15%TiO₂-V/NaX pada perbesaran (a) 5000x dan (b) 20.000x

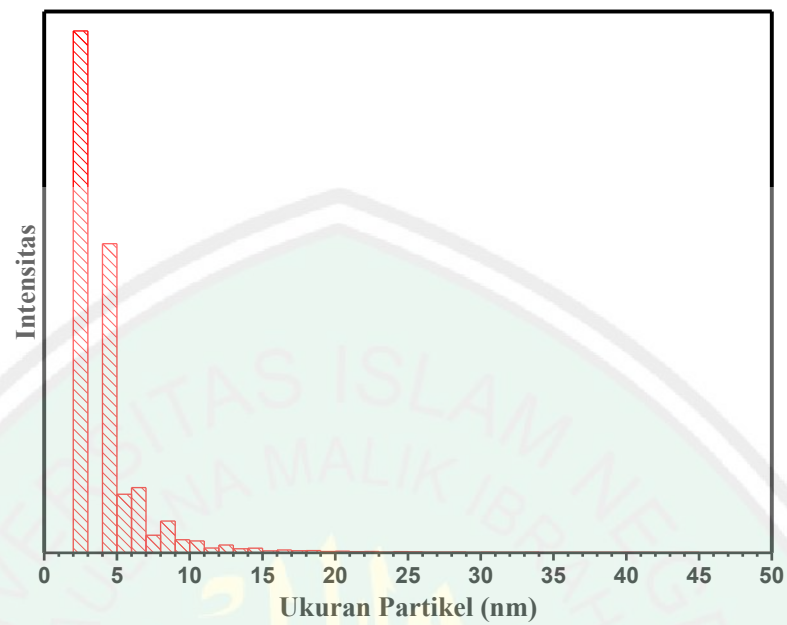
L.7.2 Penentuan Distribusi Ukuran Partikel Menggunakan *Software ImageJ*

1. NaX Mesopori



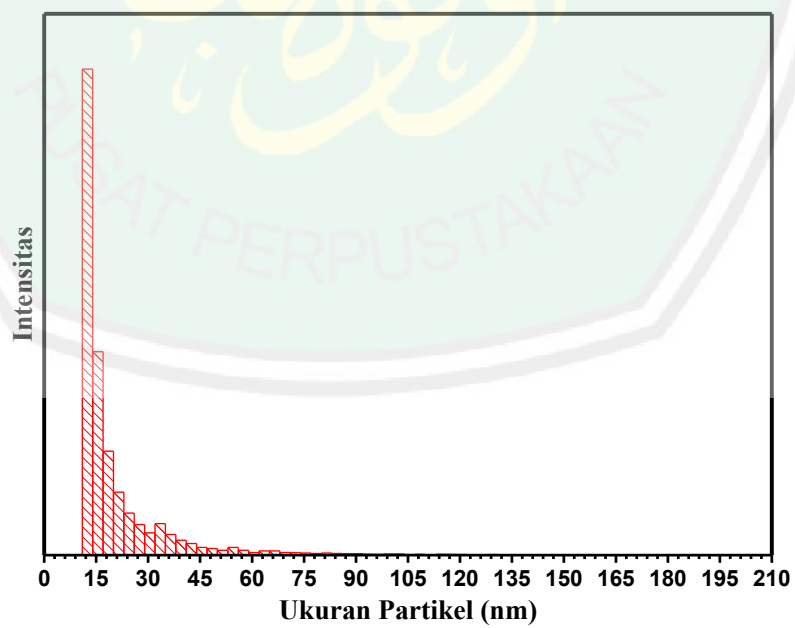
Gambar L.7.6 Distribusi ukuran partikel dari NaX Mesopori

2. $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)



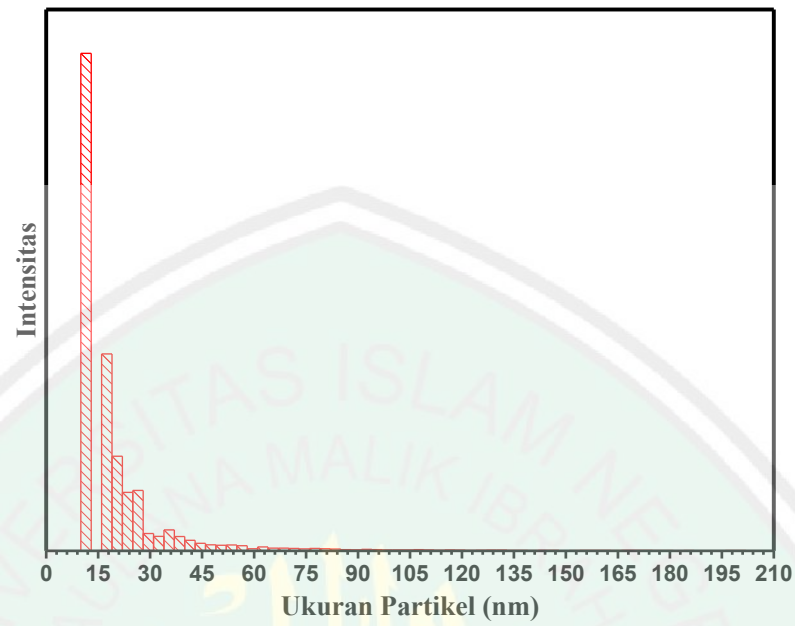
Gambar L.7.7 Distribusi ukuran partikel dari $\text{TiO}_2\text{-V}$ (0,3%)

3. 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$



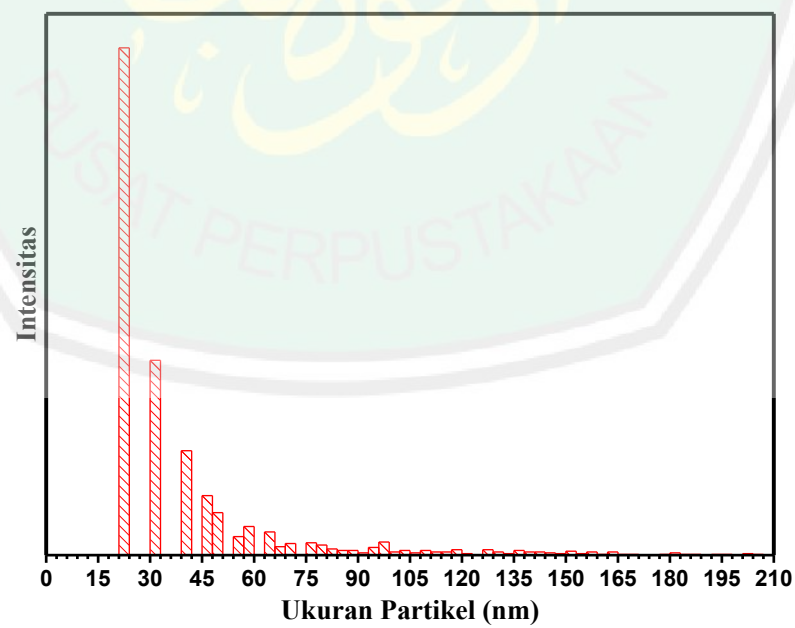
Gambar L.7.8 Distribusi ukuran partikel dari 5% $\text{TiO}_2\text{-V/NaX}$

4. 10%TiO₂-V/NaX



Gambar L.7.9 Distribusi ukuran partikel dari 10%TiO₂-V/NaX

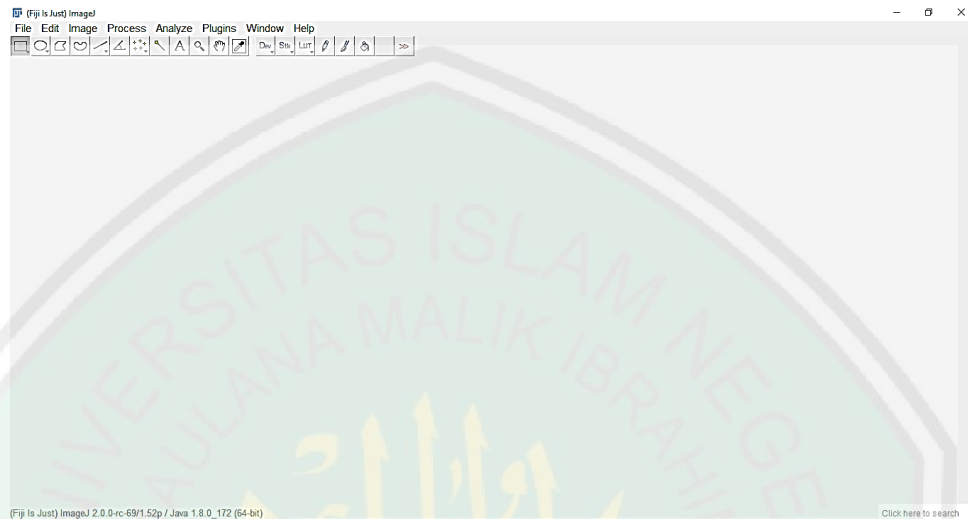
5. 15%TiO₂-V/NaX



Gambar L.7.10 Distribusi ukuran partikel dari 15%TiO₂-V/NaX

L.7.3 Langkah-Langkah Penentuan Ukuran Kristal Menggunakan *Software ImageJ*

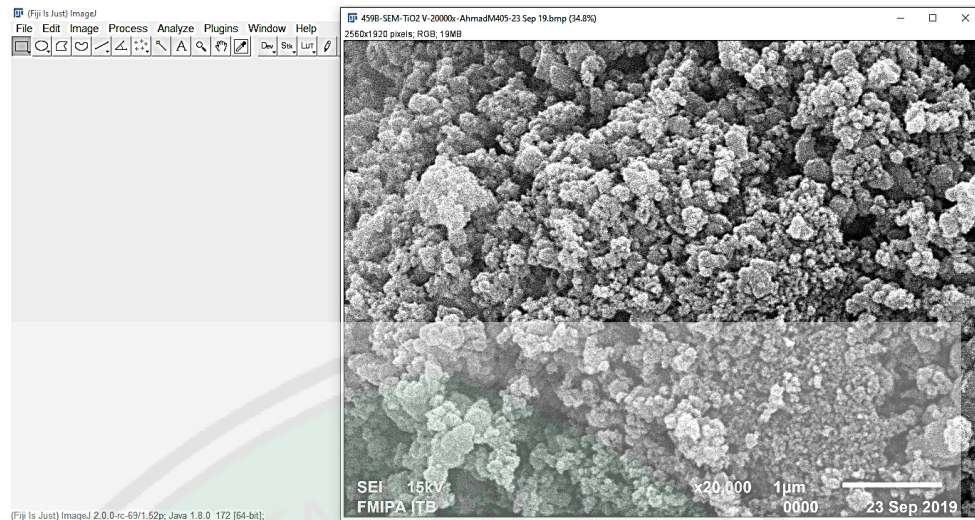
1. Mula-mula, buka *software ImageJ* yang telah terpasang di komputer atau laptop, sehingga muncul tampilan seperti gambar di bawah ini:



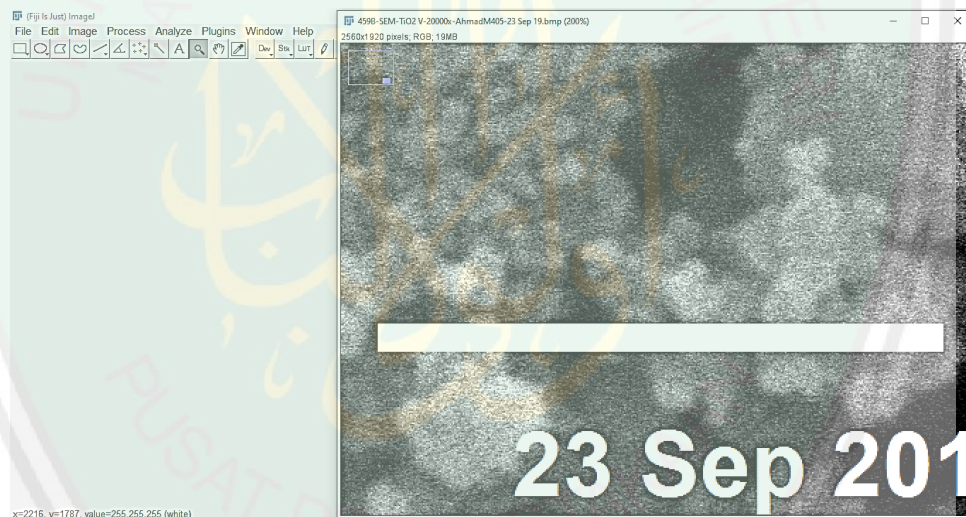
2. Klik menu “**File**” dan pilih “**Open**” untuk mencari *file* gambar yang ingin dianalisis ukuran partikelnya.



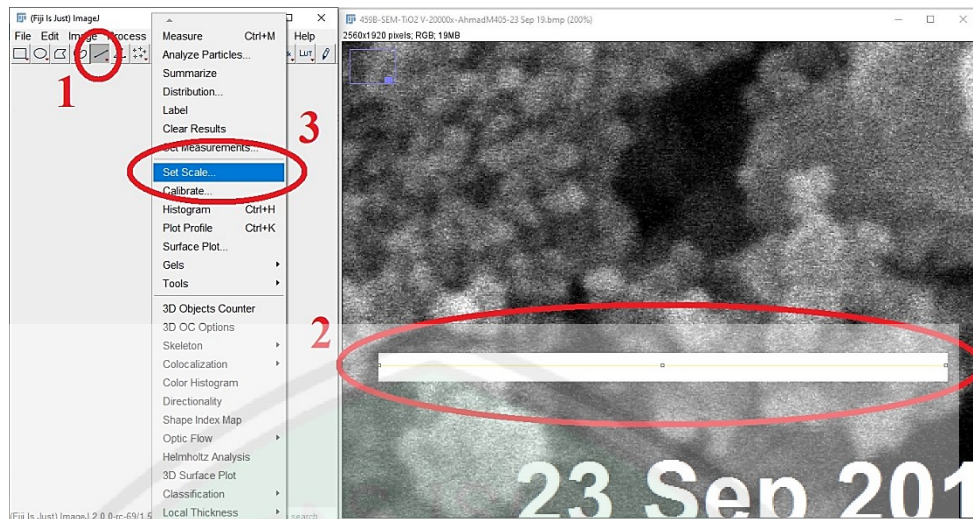
3. Pilih *file* gambar yang ingin dianalisis, kemudian klik “**Buka**” sehingga muncul tampilan seperti di bawah ini:



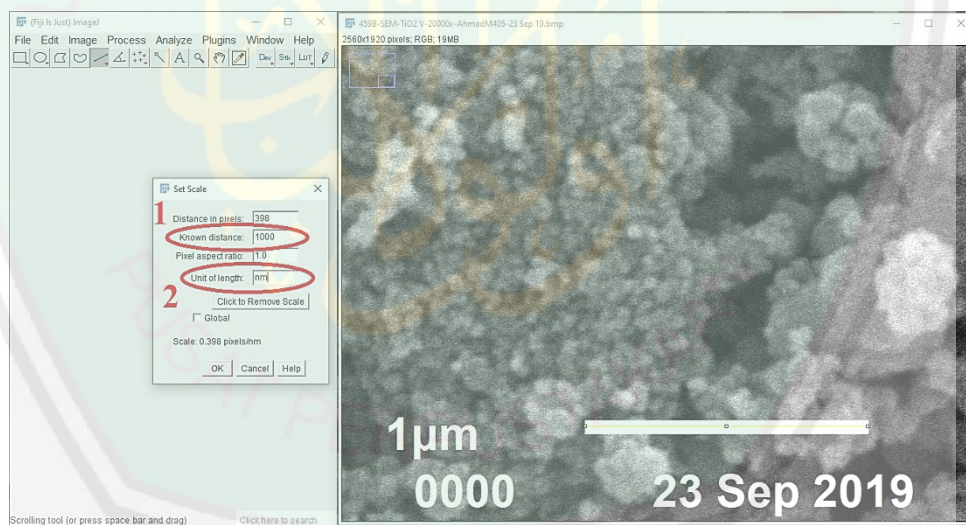
4. *Zoom In* atau perbesar gambar pada bagian garis skala berwarna putih sebelah pojok kanan bawah gambar dengan cara menekan tombol “+” pada keyboard hingga terlihat seperti tampilan di bawah ini:



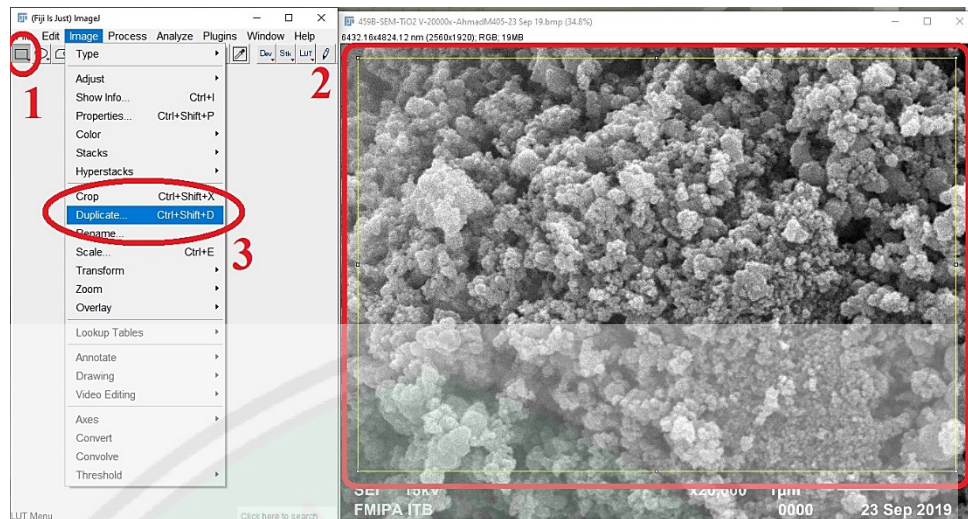
5. Atur skala gambar dengan cara mengklik ikon “**Straight**”, lalu tekan dan tahan tombol “**shift**” pada keyboard kemudian tarik garis lurus sepanjang garis skala berwarna putih. Setelah itu, klik menu “**Analyze**” dan pilih “**Set Scale**” sebagaimana yang terlihat pada gambar:



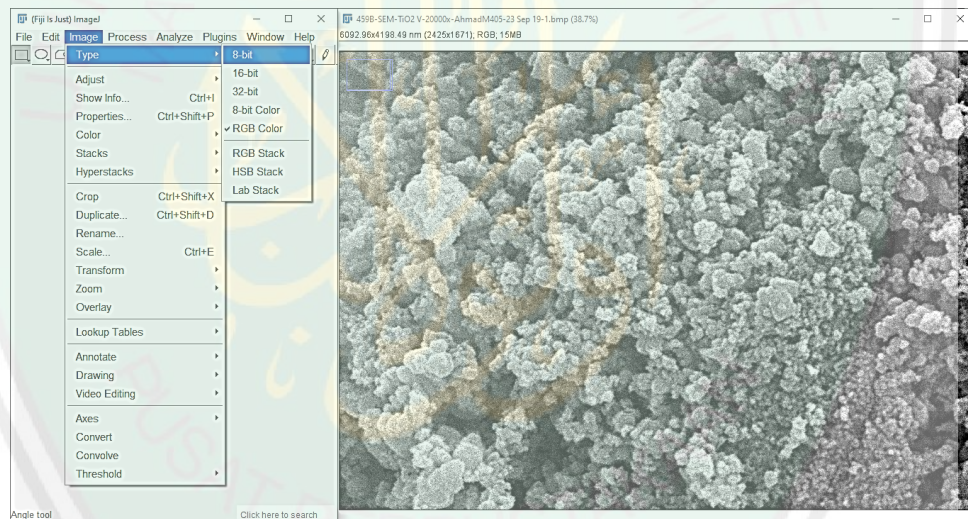
6. Setelah muncul kotak dialog “Set Scale”, ubah nilai pada kolom “**Known distance**” menjadi “**1000**” sesuai dengan nilai skala yang tertulis pada gambar (sebelah kiri garis skala), kemudian ubah satuan pada kolom “**Unit of length**” menjadi “**nm**” sesuai dengan satuan skala yang tertulis pada gambar, lalu klik “**OK**”.



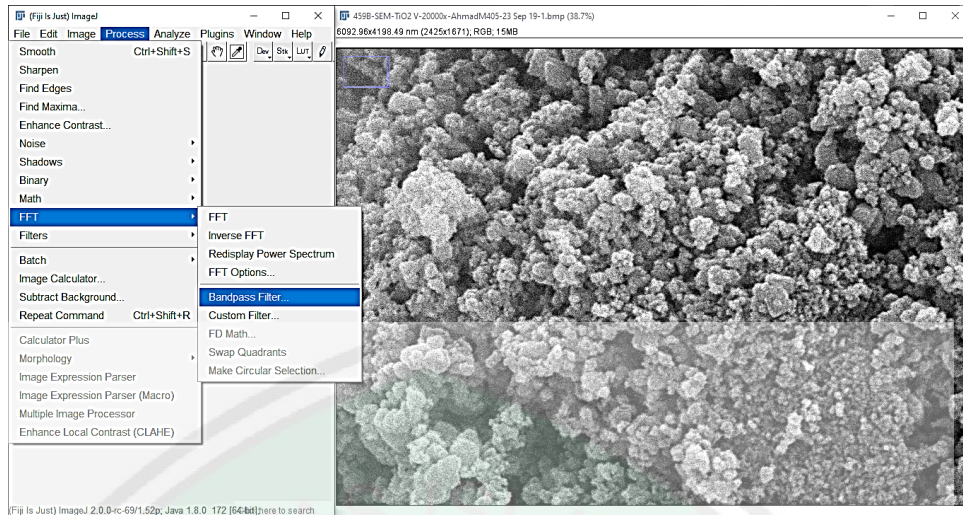
7. Selanjutnya klik tombol “-” pada keyboard untuk memperkecil (*zoom out*) ukuran gambar kembali menjadi normal. Kemudian pilih ikon “**Rectangle**” dan pilih daerah yang akan dianalisis ukuran partikelnya. Setelah itu, klik menu “**Image**” dan pilih “**Duplicate**”, lalu klik “**OK**” untuk membuat salinan gambar daerah yang akan dianalisis ukuran partikelnya tersebut.



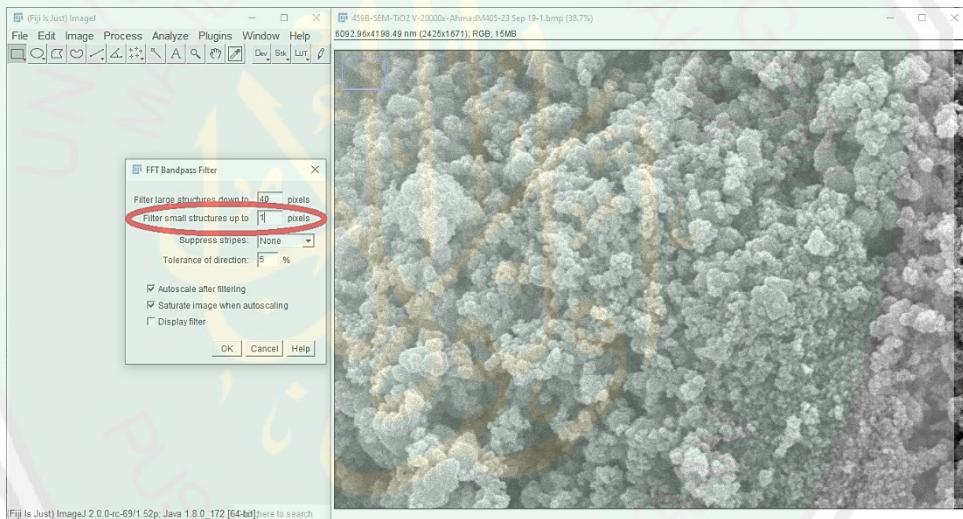
8. Ubah tipe gambar menjadi “8 bit” dengan cara mengklik menu “Image” dan pilih “Type”, lalu pilih “8 bit” sebagaimana yang terlihat pada gambar di bawah ini:



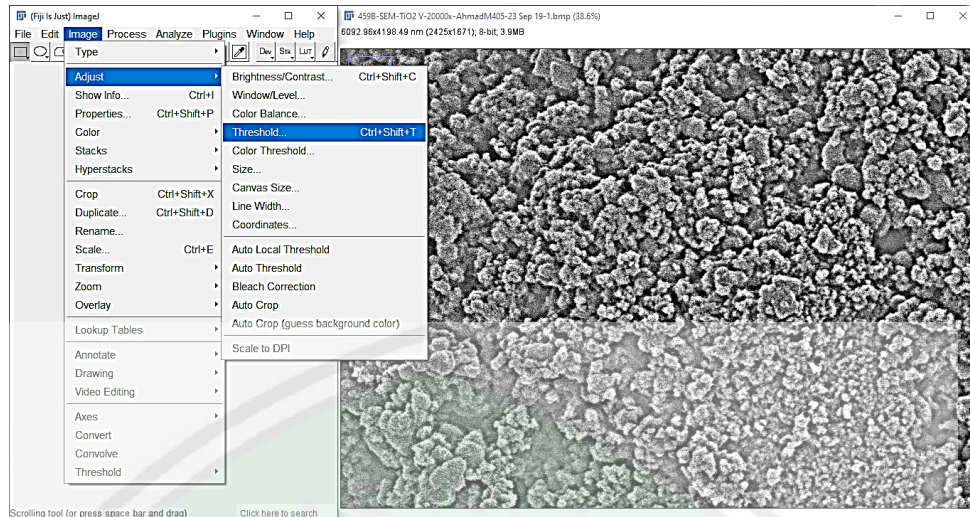
9. Untuk memperjelas tampilan gambar dapat dilakukan dengan klik menu “Process” dan pilih “FFT”, kemudian pilih “Bandpass Filter” seperti yang terlihat pada tampilan di bawah ini:



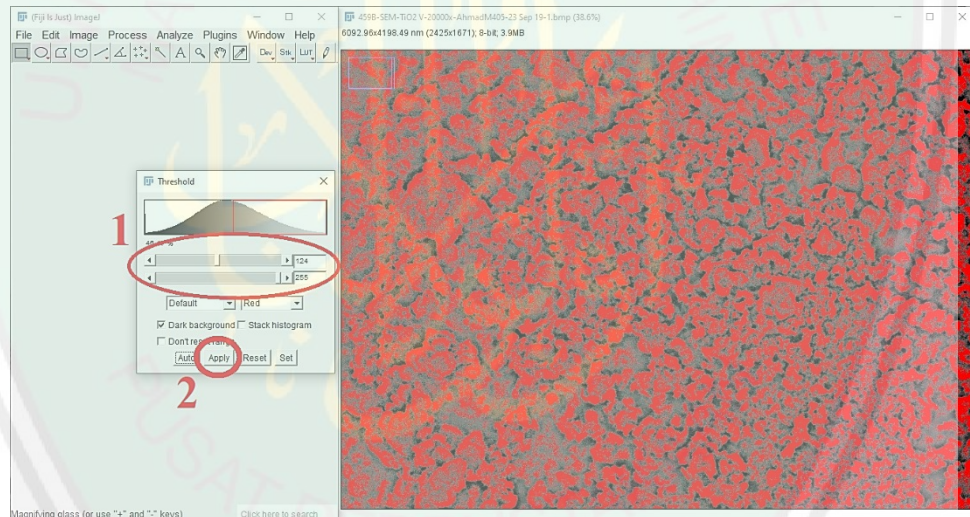
10. Setelah muncul kotak dialog “**FFT Bandpass Filter**”, ubah nilai pada kolom “**Filter small structures up to**” menjadi “**1**” lalu klik “**OK**”.



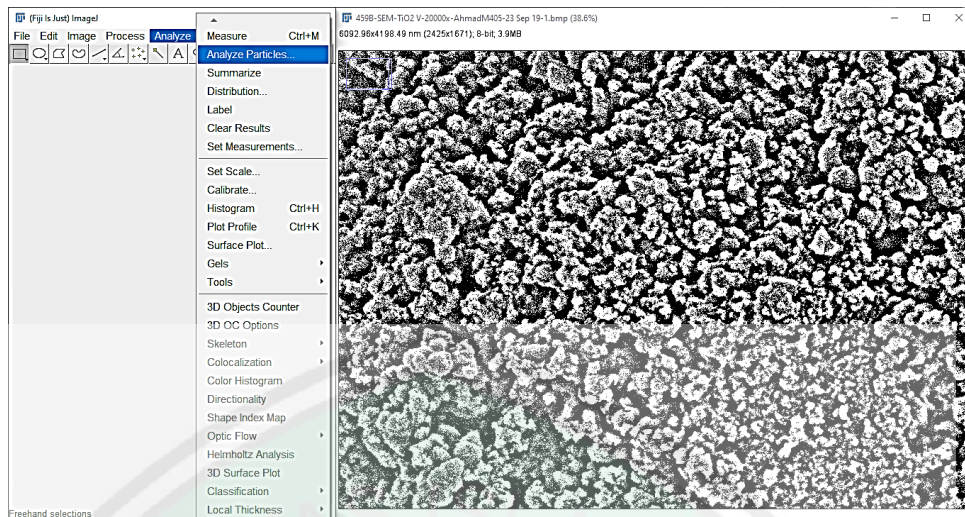
11. Selanjutnya klik menu “**Image**” dan pilih “**Adjust**”, lalu pilih “**Threshold**” sebagaimana yang terlihat pada gambar:



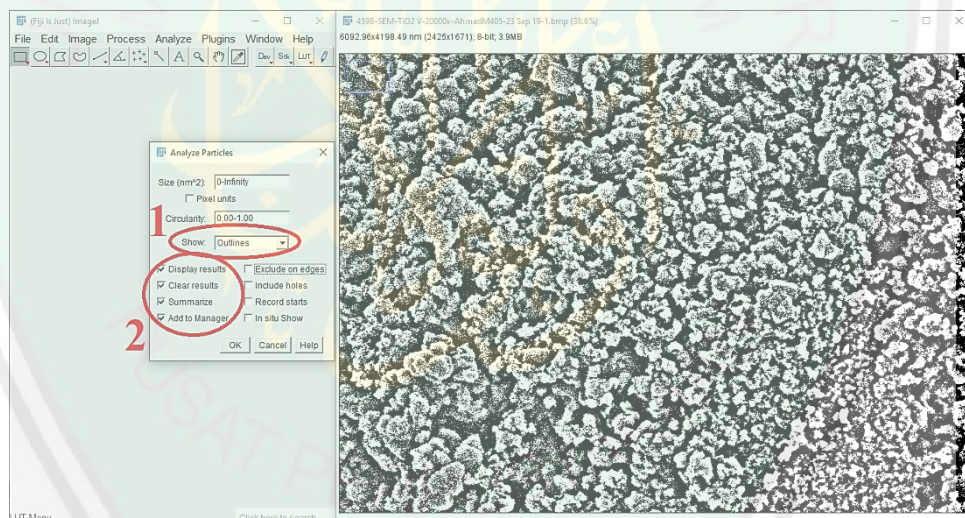
12. Setelah muncul kotak dialog “**Threshold**”, atur tampilan gambar dengan cara menggeser posisi “**range**” ke kanan atau ke kiri hingga tampilan gambar telah menunjukkan atau mewakili keseluruhan distribusi partikel, lalu klik “**Apply**”.



13. Kemudian klik menu “**Analyze**” dan pilih “**Analyze Particles**” untuk melakukan proses penganalisisan ukuran partikel.



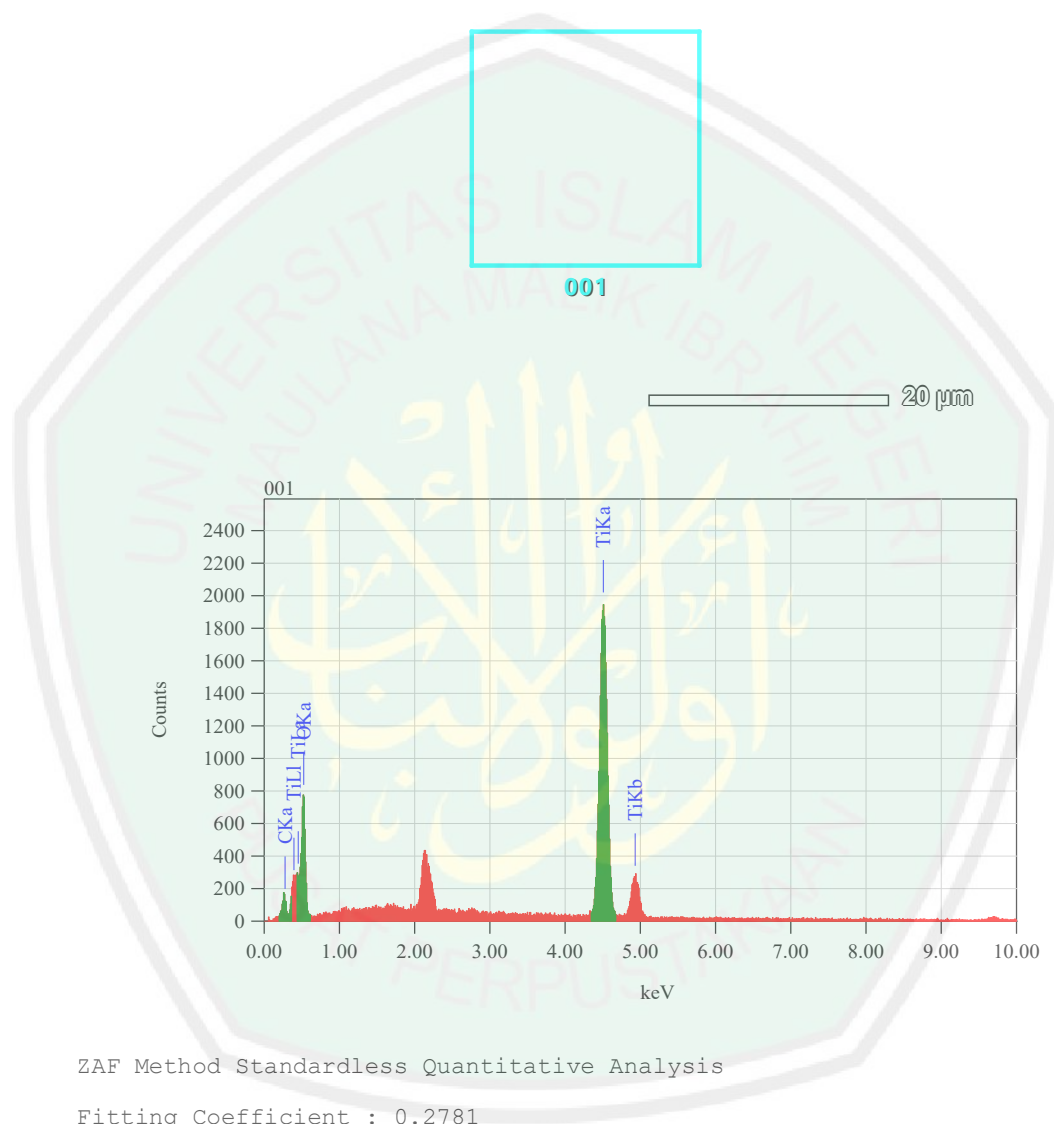
14. Setelah muncul kotak dialog “**Analyze Particles**”, ubah pengaturan pada kolom “**Show**” menjadi “**Outlines**” dan centang pada bagian “**Display results**, **Clear results**, **Summarize**, dan **Add to Manager**” sebagaimana yang terlihat pada gambar di bawah ini, kemudian klik “**OK**”



15. Selanjutnya pada file “**Results**” yang muncul, klik menu “**Results**” dan pilih “**Summarize**” untuk menampilkan ringkasan dari hasil pengukuran. Langkah terakhir, simpan semua file dan juga gambar yang dihasilkan dari proses penganalisisan.

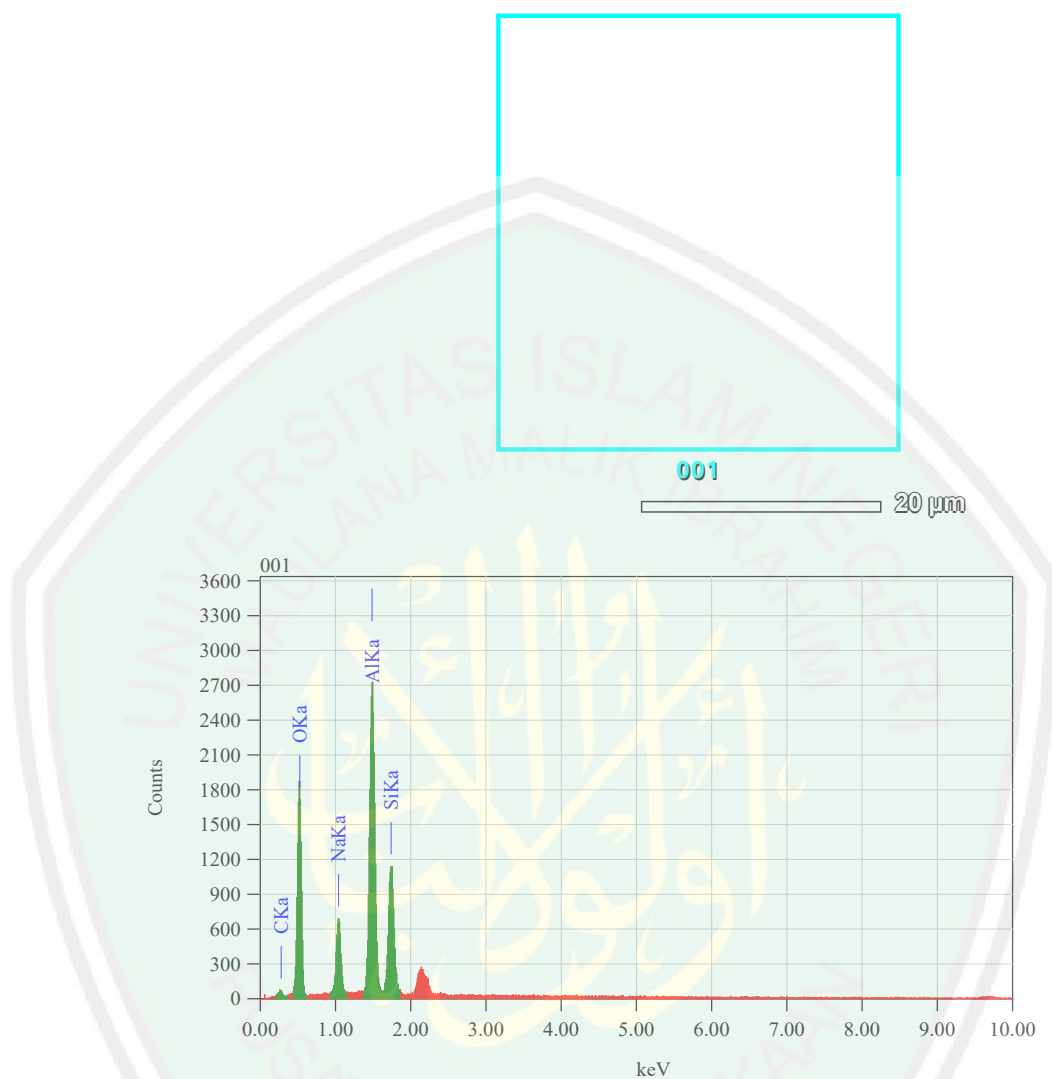
L.7.4 Hasil Pengukuran Menggunakan EDX

1. TiO₂-V (0,3%)



Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	K
C K	0.277	4.67	0.07	9.60		3.1731	
O K	0.525	40.15	0.35	61.96		21.2076	
Ti K	4.508	55.18	0.23	28.44		75.6193	
Total		100.00		100.00			

2. NaX Mesopori



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

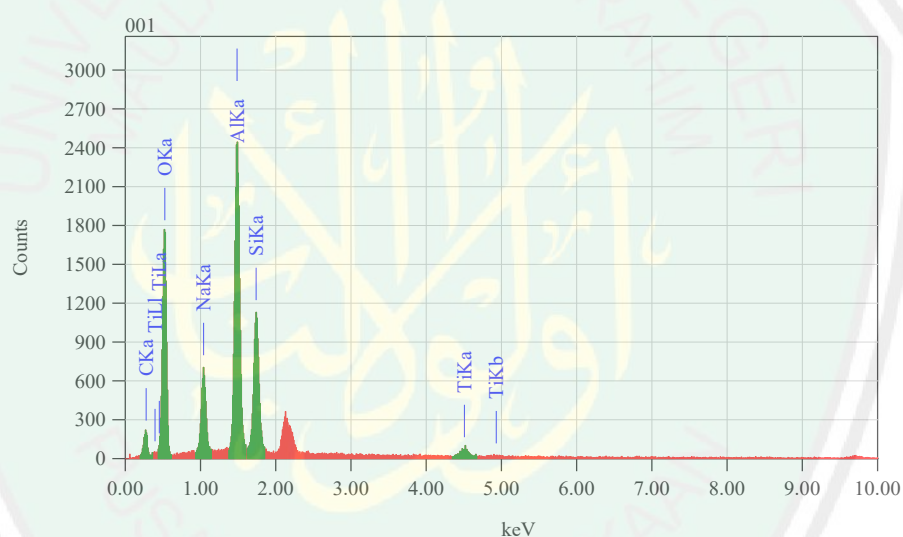
Fitting Coefficient : 0.1301

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	K
C K	0.277	7.43	0.14	11.71			1.3834
O K	0.525	47.33	0.09	56.05			58.3997
Na K	1.041	6.97	0.06	5.74			6.4564
Al K	1.486	24.72	0.06	17.35			22.4960
Si K	1.739	13.56	0.08	9.14			11.2644
Total		100.00		100.00			

3. 5%TiO₂-V/NaX

■

001

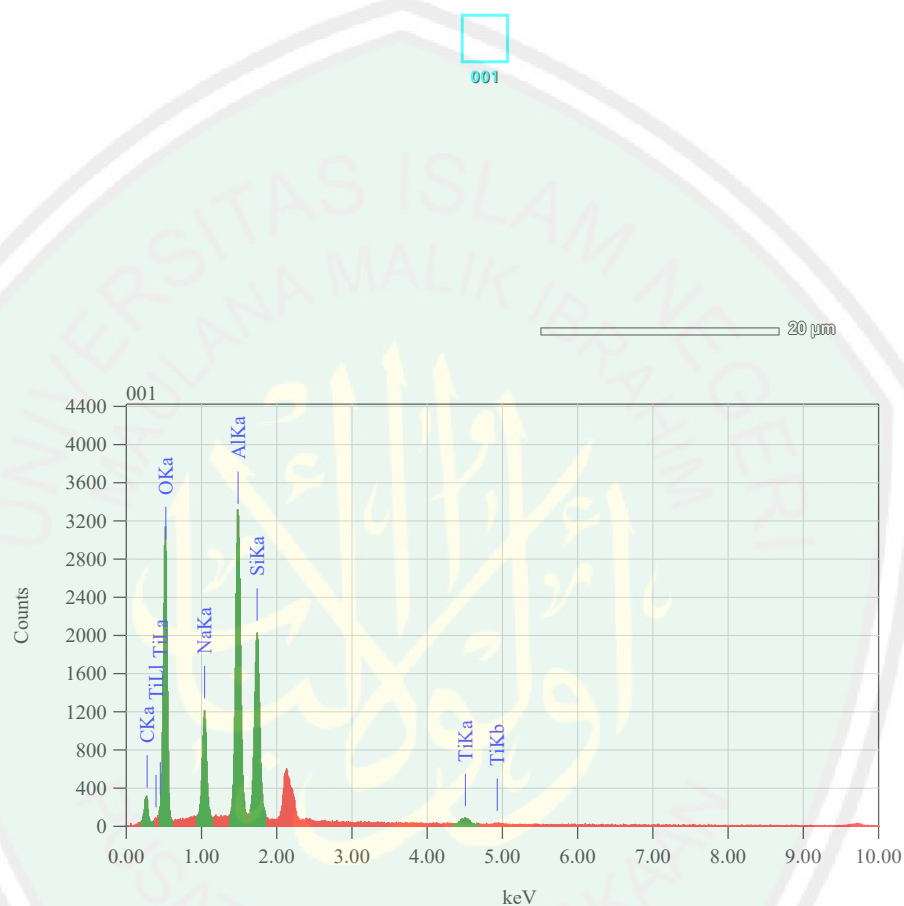
20 μ m

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.1489

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	K
C K	0.277	17.70	0.11	25.98			4.9117
O K	0.525	45.46	0.10	50.10			55.6267
Na K	1.041	5.77	0.06	4.42			6.1525
Al K	1.486	18.90	0.05	12.35			20.3934
Si K	1.739	10.26	0.07	6.44			10.6307
Ti K	4.508	1.91	0.18	0.70			2.2849
Total		100.00		100.00			

4. 10%TiO₂-V/NaX

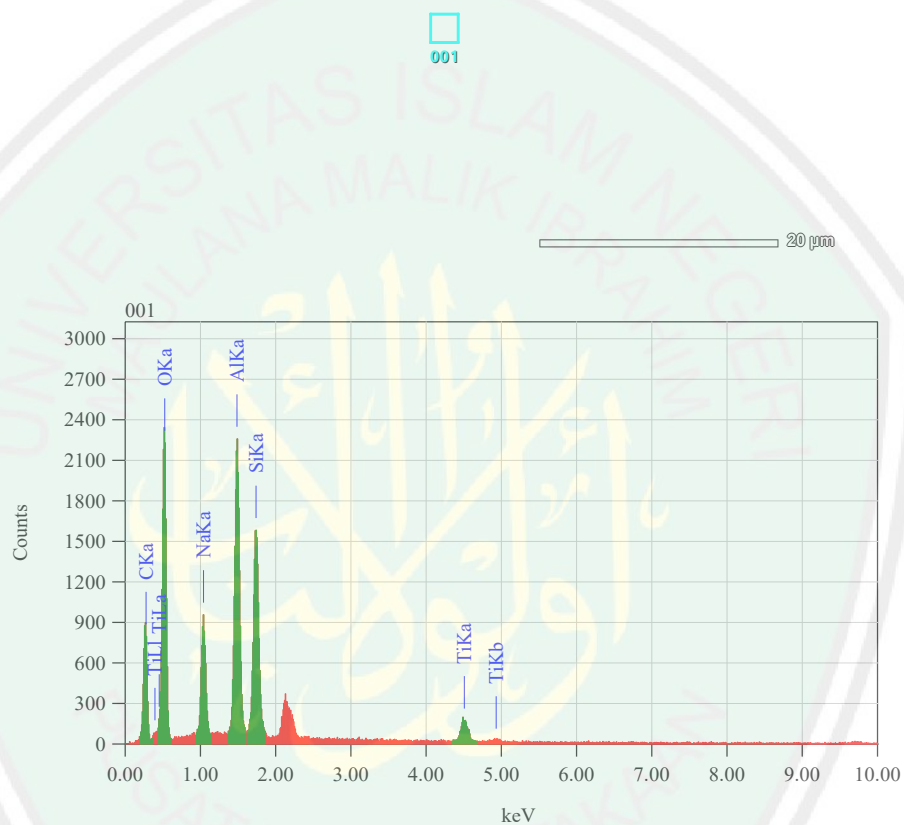


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.1977

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	K
C K	0.277	15.74	0.18	23.17			4.0907
O K	0.525	47.71	0.15	52.75			58.8981
Na K	1.041	6.73	0.09	5.18			6.7951
Al K	1.486	16.72	0.09	10.96			16.9643
Si K	1.739	11.89	0.11	7.49			11.8631
Ti K	4.508	1.22	0.29	0.45			1.3887
Total		100.00		100.00			

5. 15%TiO₂-V/NaX



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.1710

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	K
C K	0.277	32.39	0.07	43.20		15.1776	
O K	0.525	42.07	0.11	42.11		50.7509	
Na K	1.041	4.80	0.05	3.34		6.0401	
Al K	1.486	9.78	0.05	5.80		12.7695	
Si K	1.739	7.96	0.06	4.54		10.8445	
Ti K	4.508	3.01	0.16	1.01		4.4174	
Total		100.00		100.00			