

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub> TERDOPING VANADIUM  
VARIASI KONSENTRASI MENGGUNAKAN METODE REAKSI KEADAAN  
PADATAN**

SKRIPSI

Oleh:  
**PUJA SAKTI DIAN HASANI**  
NIM. 14630048



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub> TERDOPING VANADIUM  
VARIASI KONSENTRASI MENGGUNAKAN METODE REAKSI  
KEADAAN PADATAN**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**PUJA SAKTI DIAN HASANI**  
NIM. 14630048

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**

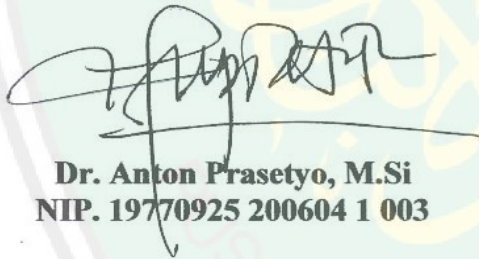
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub> TERDOPING VANADIUM  
VARIASI KONSENTRASI MENGGUNAKAN METODE REAKSI  
KEADAAN PADATAN**

**SKRIPSI**


Oleh:  
**PUJA SAKTI DIAN HASANI**  
NIM. 14630048

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 18 Desember 2019

**Pembimbing I**

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

**Pembimbing II**

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

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub> TERDOPING VANADIUM  
VARIASI KONSENTRASI MENGGUNAKAN METODE REAKSI  
KEADAAN PADATAN**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**PUJA SAKTI DIAN HASANI**  
NIM. 14630048

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 18 Desember 2019

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

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

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

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

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Jurusan**



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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Puja Sakti Dian Hasani

NIM : 14630048

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi  $\text{TiO}_2$  Terdoping Vanadium  
Variasi Konsentrasi Menggunakan Metode Reaksi Keadaan  
Padatan

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

Yang membuat pernyataan  
Malang, 27 Desember 2019



  
Puja Sakti Dian Hasani  
NIM. 14630048

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, tiada kata terindah selain syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya sehingga saya dapat menimba sebagian dari ilmu-Nya dan dapat menyelesaikan skripsi ini. Shalawat dan salam tetap terlimpah curahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW.

Skripsi ini penulis persembahkan untuk:

Kedua orang tua saya, Bapak Hasanuddin dan Ibu Siti Halimah Sa'diyah yang senantiasa dengan ikhlas mendoakan, memberi dukungan, dan memenuhi semua kebutuhan penulis dalam menuntut ilmu hingga dapat menyelesaikan tulisan ini. Untuk keluarga tercinta terutama kakak Misbahus Sofwan Hasani dan adek Ahmad Fatih Badrul Hasani yang selalu memberikan doa dan motivasi kepada penulis.

Tak lupa untuk seluruh teman-teman seperjuangan Anorganik, Chemistry 14 khususnya kelas B, serta seluruh guru dan dosen yang memberikan dukungan, doa, dan ilmunya kepada penulis. Serta semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu yang telah membantu terealisasinya skripsi ini, semoga Allah selalu melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua.

Aamiin..

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, atas segala nikmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan Sripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI TiO<sub>2</sub> TERDOPING VANADIUM VARIASI KONSENTRASI MENGGUNAKAN METODE REAKSI KEADAAN PADATAN”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada junjungan Nabi Muhammad SAW, sosok teladan dalam membangun peradaban dan budaya pemikiran. Iringan doa dan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Orang tua yang telah banyak memberikan perhatian, nasehat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan dan keluarga besar penulis.
2. Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing dengan penuh kesabaran dan kearifan yang telah memberikan bimbingan dan arahan kepada penulis dalam menyelesaikan laporan penelitian ini.
3. Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si selaku konsultan dengan penuh kesabaran dan kearifan 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. Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2014 dan 2015 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusun laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran dari semua pihak yang bersifat membangun. Semoga laporan hasil penelitian ini dapat bermanfaat bagi banyak pihak. Amin ya robbal alamin.

Malang, 21 Mei 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiii</b>
المخلص .....	<b>xiv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan .....	5
1.4 Batasan Masalah .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Karakteristik Semikonduktor TiO <sub>2</sub> sebagai Material Fotokatalis .....	7
2.2 Doping TiO <sub>2</sub> dengan Logam Vanadium .....	11
2.3 Pengaruh Doping Vanadium terhadap Sifat Optik TiO <sub>2</sub> -V .....	15
2.4 Sintesis TiO <sub>2</sub> -V dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan .....	17
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Waktu dan Pelaksanaan Penelitian .....	22
3.2 Alat dan Bahan .....	22
3.2.1 Alat .....	22
3.2.2 Bahan .....	22
3.3 Tahapan Penelitian .....	22
3.4 Prosedur Penelitian .....	23
3.4.1 Sintesis TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Variasi Konsentrasi dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan .....	23
3.4.2 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Variasi Konsentrasi dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan .....	24
3.4.2.1 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -V menggunakan Teknik <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	24
3.4.2.2 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -V menggunakan Spektroskopi <i>Infrared</i> (IR) .....	25
3.4.2.3 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -V menggunakan Spektroskopi Raman .....	25
3.4.2.4 Karakterisasi TiO <sub>2</sub> -V menggunakan UV-Vis <i>Diffuse</i> .....	25



<i>Refflectance spectroscopy (DRS)</i> .....	26
--	----

#### **BAB IV PEMBAHASAN**

4.1 Sintesis Material TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan.....	28
4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD) .....	29
4.3 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR) .....	36
4.4 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) menggunakan Spektroskopi Raman .....	38
4.5 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) menggunakan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	40
4.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam .....	45

#### **BAB V PENUTUP**

5.1 Kesimpulan .....	48
5.2 Saran .....	48

#### **DAFTAR PUSTAKA LAMPIRAN**



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Energi celah pita berbagai semikonduktor .....	8
Gambar 2.2	Struktur Kisi Kristal TiO <sub>2</sub> Anatas dan Rutil .....	9
Gambar 2.3	Mekanisme Fotokatalisis dan Perbedaan Energi Celah Pita Material Fotokatalis TiO <sub>2</sub> .....	10
Gambar 2.4	Pola Difraksi TiO <sub>2</sub> -V pada Konsentrasi 15-50% .....	13
Gambar 2.5	Spektra IR V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V pada Konsentrasi 15-50% .....	14
Gambar 2.6	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> -V pada Konsentrasi 15-50% .....	14
Gambar 2.7	Grafik Hubungan Konsentrasi doping Vanadium dengan Penurunan Energi Celah Pita .....	17
Gambar 2.8	Pola Difraksi TiO <sub>2</sub> -V pada Konsentrasi 0-10% .....	20
Gambar 2.9	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> -V pada Konsentrasi 0-10% .....	20
Gambar 2.10	Pola Difraksi TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium 1% dengan Suhu Kalsinasi 300-800 °C .....	21
Gambar 4.1	Hasil Sintesis Senyawa TiO <sub>2</sub> tanpa Doping V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	29
Gambar 4.2	Pola Difraksi Sinar-X Senyawa TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V .....	30
Gambar 4.3	Pergeseran Puncak Difraksi Sinar-X Senyawa TiO <sub>2</sub> -V .....	31
Gambar 4.4	Plot Hasil <i>Refinement</i> Senyawa TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan .....	33
Gambar 4.5	Spektra IR TiO <sub>2</sub> , V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V .....	36
Gambar 4.6	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V pada Rentang Bilangan Gelombang 100-1100 cm <sup>-1</sup> .....	39
Gambar 4.7	Pergeseran Spektra Raman TiO <sub>2</sub> Anatas pada Bilangan Gelombang 144 cm <sup>-1</sup> .....	40
Gambar 4.8	Spektra DRS Hubungan %R dengan Panjang Gelombang TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan dan TiO <sub>2</sub> -V .....	41
Gambar 4.9	Spektra DRS Hubungan F(R) dengan Panjang Gelombang TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan dan TiO <sub>2</sub> -V .....	42
Gambar 4.10	Spektra DRS Energi Celah Pita TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan dan TiO <sub>2</sub> -V .....	43
Gambar L.3.1	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan .....	58
Gambar L.3.2	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> -V 1% .....	58
Gambar L.3.3	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> -V 2,5% .....	59
Gambar L.3.4	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> -V 5% .....	59
Gambar L.3.5	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> -V 7,5% .....	60
Gambar L.3.6	Difraktogram XRD TiO <sub>2</sub> -V 10% .....	60
Gambar L.6.1	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	68
Gambar L.6.2	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	68
Gambar L.7.1	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan .....	69
Gambar L.7.2	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> -V 1% .....	70
Gambar L.7.3	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> -V 2,5% .....	71
Gambar L.7.4	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> -V 5% .....	72
Gambar L.7.5	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> -V 7,5% .....	73
Gambar L.7.6	Nilai <i>Band Gap</i> TiO <sub>2</sub> -V 10% .....	74
Gambar L.8.1	Proses Penggerusan TiO <sub>2</sub> dan V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	75
Gambar L.8.2	Hasil Kalsinasi Senyawa TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V .....	76

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik TiO <sub>2</sub> Fasa Anatas dan Rutil.....	10
Tabel 2.2	Suhu Tamman Beberapa Oksida Logam .....	18
Tabel 3.1	Massa Tiap-Tiap Bahan Prekursor .....	24
Tabel 3.2	Modus Vibrasi IR TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium.....	25
Tabel 3.3	Modus Vibrasi Raman TiO <sub>2</sub> , V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dan V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	26
Tabel 4.1	Data Kristalografi TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V dari Proses <i>Refinement</i> .....	33
Tabel 4.2	Ukuran Kristal TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V .....	34
Tabel 4.3	Identifikasi Modus Vibrasi IR TiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> -V, dan V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	37
Tabel 4.4	Identifikasi Modus Vibrasi Raman TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V.....	39
Tabel 4.5	Nilai Energi Celah Pita TiO <sub>2</sub> tanpa Dopan dan TiO <sub>2</sub> Terdoping Vanadium.....	43
Tabel L.5.1	Hasil Perhitungan Ukuran Kristal TiO <sub>2</sub> -V Hasil Sintesis.....	67



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	54
Lampiran 2	Perhitungan Prekursor.....	55
Lampiran 3	Hasil Karakterisasi XRD .....	57
Lampiran 4	Penentuan Parameter Kisi dengan Metode <i>Le Bail</i> .....	61
Lampiran 5	Contoh Perhitungan Ukuran Kristal TiO <sub>2</sub> Hasil Sintesis .....	67
Lampiran 6	Spektra Raman TiO <sub>2</sub> Terdoping V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> .....	68
Lampiran 7	Perhitungan Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang .....	69
Lampiran 8	Gambar Hasil Sintesis Senyawa TiO <sub>2</sub> dan TiO <sub>2</sub> -V .....	75



## ABSTRAK

Dian H., Puja Sakti. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium Variasi Konsentrasi Menggunakan Metode Reaksi Keadaan Padatan. Skripsi.** Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Nur Aini, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc ; Konsultan: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

---

**Kata kunci:** TiO<sub>2</sub>, Vanadium (III), doping, metode padatan, variasi konsentrasi.

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) adalah salah satu material semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebar (3,2 eV) dan hanya aktif di daerah UV (280-380 nm). Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya agar TiO<sub>2</sub> memiliki aktivitas fotokatalis pada daerah sinar tampak (400-700 nm) secara efektif dan efisien. Doping ion logam dilaporkan dapat menurunkan energi celah pita sehingga penyerapan cahaya akan bergeser ke daerah cahaya tampak. Dopan vanadium (III) memiliki efek lebih besar terhadap pergeseran serapan sinar material fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada rentang 400-700 nm daripada dopan vanadium (IV) dan vanadium (V). Berdasarkan hal tersebut, maka pada penelitian ini akan dipelajari perubahan karakteristik TiO<sub>2</sub> meliputi struktur kristal, lokal struktur, dan serapan sinar material TiO<sub>2</sub> terhadap variasi konsentrasi dopan vanadium (III) yang diberikan (1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%) dengan metode sintesis reaksi keadaan padatan. TiO<sub>2</sub> sebelum dan sesudah terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi Inframerah (IR), spektroskopi Raman, dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS).

Hasil penelitian ini diperoleh data difraksi sinar-X yang menunjukkan bahwa fasa TiO<sub>2</sub> anatas telah terbentuk dengan grup ruang  $I_{41}/amd$  dan ditemukan pengotor berupa V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pada TiO<sub>2</sub>-V 2,5%. Spektra IR menunjukkan modus vibrasi khas Ti-O dan Ti-O-Ti pada rentang 500-800 cm<sup>-1</sup>. Spektra Raman TiO<sub>2</sub> anatas menunjukkan pergeseran pergeseran posisi puncak modus vibrasi pada bilangan gelombang 144 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya perubahan panjang ikatan Ti-O. Dari pengukuran DRS diketahui bahwa TiO<sub>2</sub> tanpa doping vanadium lebih efektif meningkatkan potensi penyerapan sinar UV sedangkan TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium lebih efektif meningkatkan potensi penyerapan sinar tampak dan memiliki energi celah pita yang semakin kecil dengan bertambahnya konsentrasi vanadium.

## ABSTRACT

Dian H., Puja Sakti. 2019. **Synthesis and Characterization of Vanadium Doped TiO<sub>2</sub> With Variation of Concentration Using Solid State Reaction Methods.** Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Advisor I: Nur Aini, M.Sc; Advisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Dr. Anton Prasetyo, M.Sc.

---

Keywords: TiO<sub>2</sub>, Vanadium (III), Doping, Solid Method, Variation of Concentration.

Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) is one of the semiconductor materials which has a wide band gap energy (TiO<sub>2</sub> anatase 3.2 eV) which is only active in the UV area (280-380 nm). Therefore, efforts need to be made so that TiO<sub>2</sub> has a photocatalyst activity in the visible light region (400-700 nm) effectively and efficiently. Doping metal ions is reported can reduce the band gap energy so that light absorption will shift to the visible light region. The vanadium (III) dopant has a greater effect on the shift in light absorption of TiO<sub>2</sub> photocatalyst material in the range 400-700 nm than the vanadium (IV) and vanadium (V) dopants. Based on this, in this research we will study the characteristics of TiO<sub>2</sub> changes including crystal structure, local structure, and light absorption of TiO<sub>2</sub> material to variations in the concentration of vanadium (III) dopants given (1; 2.5; 5; 7.5; and 10%) with the solid state reaction synthesis method. V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> before and after doped in TiO<sub>2</sub> will be characterized by X-ray diffraction (XRD) techniques, Infrared (IR) spectroscopy, Raman spectroscopy, and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS).

The results of this research showed that X-ray diffraction data showed the phase of TiO<sub>2</sub> anatase had been formed with a space group of *I*<sub>41</sub>/*amd* and found an impurity in the form of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> on TiO<sub>2</sub>-V 2.5%. The IR spectra shows the typical vibration mode of Ti-O and Ti-O-Ti in the range 500-800 cm<sup>-1</sup>. The Raman spectra of TiO<sub>2</sub> shows a shift in the vibrational peak position shift at 144 cm<sup>-1</sup> which indicates a change in Ti-O bond length. From the DRS measurements it is known that TiO<sub>2</sub> without vanadium is more effective in increasing the potential of UV light absorption while vanadium doped TiO<sub>2</sub> is more effective in increasing the absorption potential of visible light and has a smaller band gap energy with increasing vanadium concentration.

## الملخص

ديان هـ. ، بوجا ساكتي. 2019. توليف وتوصيف ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) يختلط بالفاناديوم من اختلاف التركيز باستخدام طرق تفاعل حالة الصلبة. بحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية بمالانج. المشرفة الأولى: نور عيني الماجستير، المشرف الثاني: أحمد حنفي الماجستير، المستشار: الدكتور أنطون براستيو الماجستير.

الكلمات المفتاحية: ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ )، الفاناديوم (III)، ملوث، طريقة الصلبة، اختلاف التركيز.

ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) هو واحد من مادات أشباه الموصلات الذي لديه طاقة فجوة شريطية عريضة (3.2 إلكترون فولت) وهو نشطة في منطقة الأشعة فوق البنفسجية (280-380 نانومتر) فقط. لذلك، يجب بذل الجهود حتى يكون ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) لديه نشاط الحفازة الضوئية في منطقة الضوء المرئي (400-700 نانومتر) بشكل فعال وكفاء. تم الإبلاغ عن تناول ملوث أيون المعادن لتخفيض طاقة فجوة الشريط بحيث يتحول امتصاص الضوء إلى منطقة الضوء المرئي. يكون ملوث الفاناديوم (III) تأثير أكبر على تحول امتصاص الضوء للمواد الحفازة الضوئية ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) في نطاق 400-700 نانومتر من ملوث الفاناديوم (IV) والفاناديوم (V). بناءً على ذلك، سيدرس هذا البحث تغيرات خصائص ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) يشمل على التركيب البلوري، والتركيب المحلية، وامتصاص ضوء مادة ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) إلى اختلاف تركيز ملوث الفاناديوم (III) المعطى (1؛ 2.5؛ 5؛ 7.5؛ و 10٪) من خلال طريقة توليف تفاعل حالة الصلبة. سيتصوف ثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) قبل وبعد التخليط على  $V_2O_5$  بتقنيات حيود الأشعة السينية (XRD)، التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (IR)، التحليل الطيفي لرامان، التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المنتشرة حول الأشعة فوق البنفسجية (DRS).

حصلت نتائج هذه الدراسة على بيانات حيود الأشعة السينية التي تبين أن طور الاناتاس لثاني أكسيد التيتانيوم ( $TiO_2$ ) تم تشكيله مع المجموعة الفضائية  $I_{41}/amd$  ووجدت شوائب في شكل  $V_2O_5$  عند 2.5٪ من  $V-TiO_2$ . يُظهر أطياف الأشعة تحت الحمراء وضع الاهتزاز النموذجي لـ  $Ti-O$  و  $Ti-O-Ti$  في النطاق من 500 إلى  $800\text{ cm}^{-1}$ . يُظهر اطياف الرمان  $TiO_2$  الاناتاسي التحولات في الموضع الاعلى من الموضع الاهتزازي عند الموجة رقم  $144\text{ cm}^{-1}$ ، مما يشير إلى حدوث تغيير في طول رابطة  $Ti-O$ . من قياسات DRS، يُعرف أن  $TiO_2$  بدون ملوث الفاناديوم يكون أكثر فاعلية في زيادة إمكانية امتصاص ضوء الأشعة فوق البنفسجية بينما الفاناديوم المختلط أكثر فعالية في زيادة إمكانية امتصاص الضوء المرئي وله أصغر طاقة فجوة شريطية مع زيادة تركيز الفاناديوم.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) adalah salah satu bahan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebar (3,2 eV), tidak beracun, harga yang relatif murah, mempunyai kemampuan oksidasi yang kuat, serta stabil secara termal (Choi, dkk., 2009). Material  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga fasa struktur kristal, yaitu brookit, anatas, dan rutil. Namun, material  $\text{TiO}_2$  yang sering digunakan dalam proses fotokatalis adalah anatas dan rutil. Fujishima dan Nakata (2012) melaporkan bahwa  $\text{TiO}_2$  anatas memiliki aktivitas fotokatalis yang lebih tinggi.

Energi celah pita yang dimiliki oleh  $\text{TiO}_2$  anatas sebesar 3,2 eV, sedangkan  $\text{TiO}_2$  rutil sebesar 3,0 eV. Besar energi celah pita yang dimiliki oleh  $\text{TiO}_2$  anatas tersebut mengakibatkan  $\text{TiO}_2$  anatas hanya aktif pada daerah UV (280-380 nm). Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk memodifikasi material  $\text{TiO}_2$  anatas agar memiliki aktivitas fotokatalis pada daerah sinar tampak (400-700 nm) secara efektif dan efisien (Fujishima dan Nakata, 2012).

Memodifikasi material  $\text{TiO}_2$  dalam meningkatkan aktifitas fotokatalisnya pada daerah sinar tampak merupakan tanda bahwa manusia mampu berpikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan di alam semesta ini pasti mempunyai manfaat. Segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah tidak ada yang sia-sia tanpa mempunyai manfaat. Sebagaimana Allah menyerukan kepada manusia untuk senantiasa memperhatikan, merenungkan, dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya yang berada di langit, bumi maupun di antara keduanya. Allah SWT telah berfirman dalam QS. al-Imran (3) Ayat 190-191.



إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقَعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا تُسَبِّحُكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya:

190. *Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.*"
191. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka" (QS. al-Imran (3) : 190-191).

Sebagaimana yang telah dijelaskan oleh Allah SWT pada kata *ulul albab* (orang-orang yang berakal) bahwa diperintahkan bagi mereka untuk senantiasa "yatafakkaruna" yaitu memperhatikan, merenungkan, dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya. Salah satu upaya manusia dalam memikirkan ciptaan-Nya adalah mengenai material TiO<sub>2</sub> sebagai katalis dan potensi cahaya matahari sebagai sumber cahaya sehingga dapat dimanfaatkan dalam proses fotokatalisis. Material TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang mempunyai banyak manfaat dan manfaat tersebut dapat ditingkatkan dengan jalan berpikir agar TiO<sub>2</sub> mempunyai aktifitas yang tinggi di daerah sinar tampak.

Beberapa usaha yang dilakukan untuk memodifikasi TiO<sub>2</sub> agar memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi pada daerah sinar tampak adalah dengan menyisipkan dopan pada matriks kristal TiO<sub>2</sub> (Lestari, 2009), yaitu menambahkan pengotor ke dalam material TiO<sub>2</sub> yang dapat berupa logam (Wang dan Egerton, 2012) atau non logam (Liu, dkk., 2005). Choi (2010) menjelaskan bahwa doping logam dapat menurunkan energi celah pita sehingga penyerapan cahaya bergeser ke daerah sinar tampak. Selain itu, doping TiO<sub>2</sub> juga dapat mencegah terbentuknya pusat rekombinasi muatan yang dapat mengurangi pemisahan pasangan muatan elektron terseksitasi dan *hole* (Kubacka, dkk., 2008).

Beberapa ion logam yang berpotensi meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada daerah sinar tampak antara lain vanadium (V<sup>3+</sup>), kromium (Cr<sup>3+</sup>), nikel (Ni<sup>2+</sup>), dan platinum (Pt<sup>4+</sup> dan Pt<sup>2+</sup>) (Choi, dkk., 2009). Choi, dkk. (2009) melaporkan bahwa TiO<sub>2</sub> anatas dengan konsentrasi doping ion logam vanadium (III) sebesar 0,3% menghasilkan serapan panjang gelombang yang lebih lebar di daerah *visible* pada rentang 400-700 nm. Doping ion logam Cr<sup>3+</sup> dan Ni<sup>2+</sup> dengan konsentrasi sebesar 0,3% menghasilkan serapan panjang gelombang antara 400-500 nm, sedangkan doping ion logam Pt<sup>2+</sup> menghasilkan serapan kecil pada panjang gelombang 400-550 nm.

Kubacka, dkk. (2008) melaporkan bahwa penambahan 4 jenis kation (Nb, W, Mo, dan V) ke dalam struktur TiO<sub>2</sub> anatas menyebabkan pergeseran merah yang menunjukkan peningkatan penyerapan pada daerah sinar tampak. Urutan kekuatan penyerapan di daerah sinar tampak adalah Ti-Nb < Ti-W < Ti-Mo < Ti-V. Dari beberapa data pergeseran panjang gelombang yang diserap oleh material TiO<sub>2</sub> dan didoping dengan beberapa logam tersebut menunjukkan bahwa doping logam vanadium memiliki potensi lebih besar untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO<sub>2</sub> pada daerah sinar tampak.

Dopan vanadium (III) memiliki efek lebih besar terhadap pergeseran serapan sinar material fotokatalis TiO<sub>2</sub> daripada dopan vanadium (IV) dan vanadium (V). Pergeseran serapan sinar TiO<sub>2</sub> yang didoping dengan vanadium (III) memberikan serapan pada daerah antara 400-700 nm (Choi, dkk., 2009), sedangkan pergeseran serapan sinar TiO<sub>2</sub> yang didoping dengan vanadium (IV) dan vanadium (V) yaitu pada daerah 380 nm (Maulina, 2014 dan Thuy, dkk., 2012).

Yang, dkk. (2010) melaporkan bahwa doping vanadium oksida ke dalam TiO<sub>2</sub> juga akan menghasilkan efek stabilisasi pada ikatan Ti-O karena semakin banyak elektropositif (V<sup>4+</sup>: 0,72 Å dan V<sup>5+</sup>: 0,68 Å) yang akan menyumbangkan konsentrasinya kepada ion O<sup>2-</sup>, sehingga konsentrasi elektronnya akan meningkat.

Peningkatan konsentrasi elektron tersebut dapat digunakan untuk memperkuat ikatan antara ion  $\text{Ti}^{4+}$  ( $0,74 \text{ \AA}$ ) yang kurang elektropositif. Stabilisasi pada ikatan Ti-O ini dapat menekan suhu transformasi fasa anatas ke rutil karena transformasi anatas ke rutil membutuhkan pemutusan ikatan Ti-O (Ren, dkk., 2015).

Menurut Choi (2010) transformasi fasa anatas menjadi rutil tidak hanya bergantung pada sifat dari logam dopannya (jari-jari ionik), tetapi juga dipengaruhi oleh konsentrasi dopan. Penambahan dopan logam vanadium dilaporkan dapat menginduksi transformasi fasa dari anatas ke rutil (Khatun, dkk., 2017). Penambahan dopan vanadium ke dalam kisi  $\text{TiO}_2$  juga dapat menghasilkan fasa campuran  $\text{TiO}_2$  dan oksida vanadium pada konsentrasi yang melebihi batas (Kubacka, dkk., 2008). Berdasarkan hal tersebut, maka penentuan konsentrasi dopan vanadium pada  $\text{TiO}_2$  menjadi penting untuk dikaji secara komprehensif meliputi perubahan karakter struktur material, modus vibrasi dan karakter serapan sinar (optik).

Ren, dkk. (2015) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  dengan metode reaksi keadaan padatan menggunakan prekursor *nanotube titanic acid* (NTA) pada konsentrasi doping vanadium 0,1-10% dan suhu  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ . Sampel yang terbentuk dilaporkan mempunyai fasa anatas, ditemukan fasa pengotor berupa vanadium ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) dengan konsentrasi doping vanadium 5%. Pada konsentrasi doping vanadium 10% tidak terbentuk fasa rutil yang mengindikasikan prekursor NTA dapat mempertahankan kestabilan fasa anatas. Namun, pada konsentrasi vanadium 1% menghasilkan transformasi fasa anatas ke rutil pada suhu  $700 \text{ }^\circ\text{C}$ , sedangkan pada suhu dibawah  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  menghasilkan fasa anatas murni. Hal ini menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  yang didoping dengan vanadium telah berhasil disintesis menggunakan metode reaksi keadaan padatan.

Berdasarkan uraian tersebut, perubahan karakteristik  $\text{TiO}_2$  sangat dipengaruhi oleh konsentrasi doping vanadium, metode sintesis, dan prekusornya. Pada penelitian ini akan dipelajari perubahan karakteristik  $\text{TiO}_2$  meliputi struktur kristal, modus

vibrasi, dan serapan sinar material pada variasi konsentrasi dopan vanadium (III) (1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%) dengan metode reaksi keadaan padatan. Metode ini dipilih karena material yang dihasilkan dengan metode reaksi padatan dilaporkan memiliki kualitas (kemurnian) dan kuantitas yang lebih baik dibandingkan metode sol-gel atau kopresipitasi (Idayati dan Hamzah, 2008).

TiO<sub>2</sub> sebelum dan sesudah terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> akan dikarakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD), spektroskopi Inframerah (IR), spektroskopi Raman, dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS). XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III). Spektroskopi IR dan Raman digunakan untuk mengetahui modus vibrasi yang terjadi pada kristal TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III). DRS digunakan untuk mengetahui energi celah pita dan serapan panjang gelombang kristal TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III) terhadap cahaya *ultraviolet-visible* (UV-Vis).

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut maka rumusan masalah pada penelitian ini yaitu bagaimana karakteristik struktur, modus vibrasi, serapan sinar dan energi celah pita TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III) dengan variasi konsentrasi 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10% yang disintesis dengan metode reaksi keadaan padatan ?

## 1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah, maka penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik struktur, modus vibrasi, serapan sinar dan energi celah pita TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III) dengan variasi konsentrasi 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10% yang disintesis dengan metode reaksi keadaan padatan.

#### 1.4 Batasan Masalah

1. Material Fotokatalis  $\text{TiO}_2$  disintesis menggunakan metode reaksi keadaan padatan pada suhu sintesis  $550\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam.
2. Variasi konsentrasi dopan logam  $\text{V}_2\text{O}_3$  yang digunakan sebesar 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%.
3. Karakteristik struktur dan ukuran partikel diukur menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD).
4. Karakteristik modus vibrasi diukur menggunakan spektroskopi Inframerah (IR) dan Raman.
5. Karakteristik serapan sinar dan energi celah pita diukur menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS).



## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

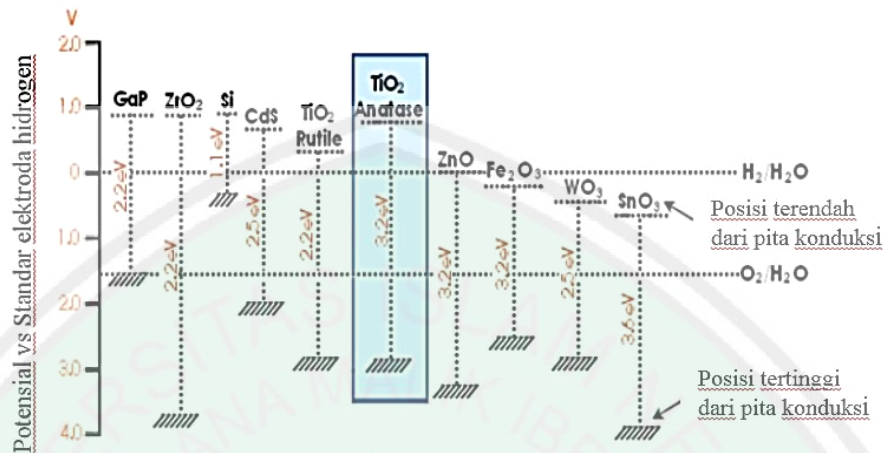
### 2.1 Karakteristik Semikonduktor TiO<sub>2</sub> Sebagai Material Fotokatalis

Semikonduktor adalah material yang memiliki ciri-ciri terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi serta tidak adanya elektron pada daerah celah pita (*band gap*) (Palupi, 2006). Semikonduktor pita *bonding* terluar disebut pita valensi (*valence band*), sedangkan pita *anti-bonding* terluar disebut pita konduksi (*conduction band*). Kedua pita tersebut dipisahkan oleh energi ambang atau celah pita. Semikonduktor dapat berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi bergantung pada besarnya energi celah pita dan jenis senyawa kimia yang akan dioksidasi maupun direduksi (Ismunandar, 2006).

Terdapat beberapa jenis semikonduktor yang dapat digunakan untuk proses fotokatalis yaitu dari kelompok oksida logam dan sulfida logam. Diantara sekian banyak jenis semikonduktor, hingga saat ini serbuk TiO<sub>2</sub> (terutama dalam bentuk kristal anatas) memiliki aktivitas fotokatalis yang tinggi, stabil, dan tidak beracun (Srinivasan dan Somasundaram, 2003). Secara komersial serbuk TiO<sub>2</sub> juga mudah didapat dan diproduksi dalam jumlah besar.

Beberapa kelompok oksida logam yang dapat digunakan sebagai material fotokatalis misalnya: TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO, WO<sub>3</sub>, atau SnO<sub>2</sub>, sedangkan dari kelompok sulfida misalnya: CdS, ZnS, CuS, FeS (Slamet, dkk., 2003). Semikonduktor yang berbeda memiliki level energi celah pita, konduktivitas, dan potensial redoks yang berbeda (Gambar 2.1). Semakin tinggi potensial pita valensi, semakin tinggi daya oksidasi yang dimiliki oleh *hole* (Palupi, 2006). Energi celah pita beberapa semikonduktor ditampilkan pada Gambar 2.1. Berdasarkan beberapa keuntungan

tersebut,  $\text{TiO}_2$  sangat berpotensi untuk dikembangkan lebih lanjut sebagai material fotokatalis.

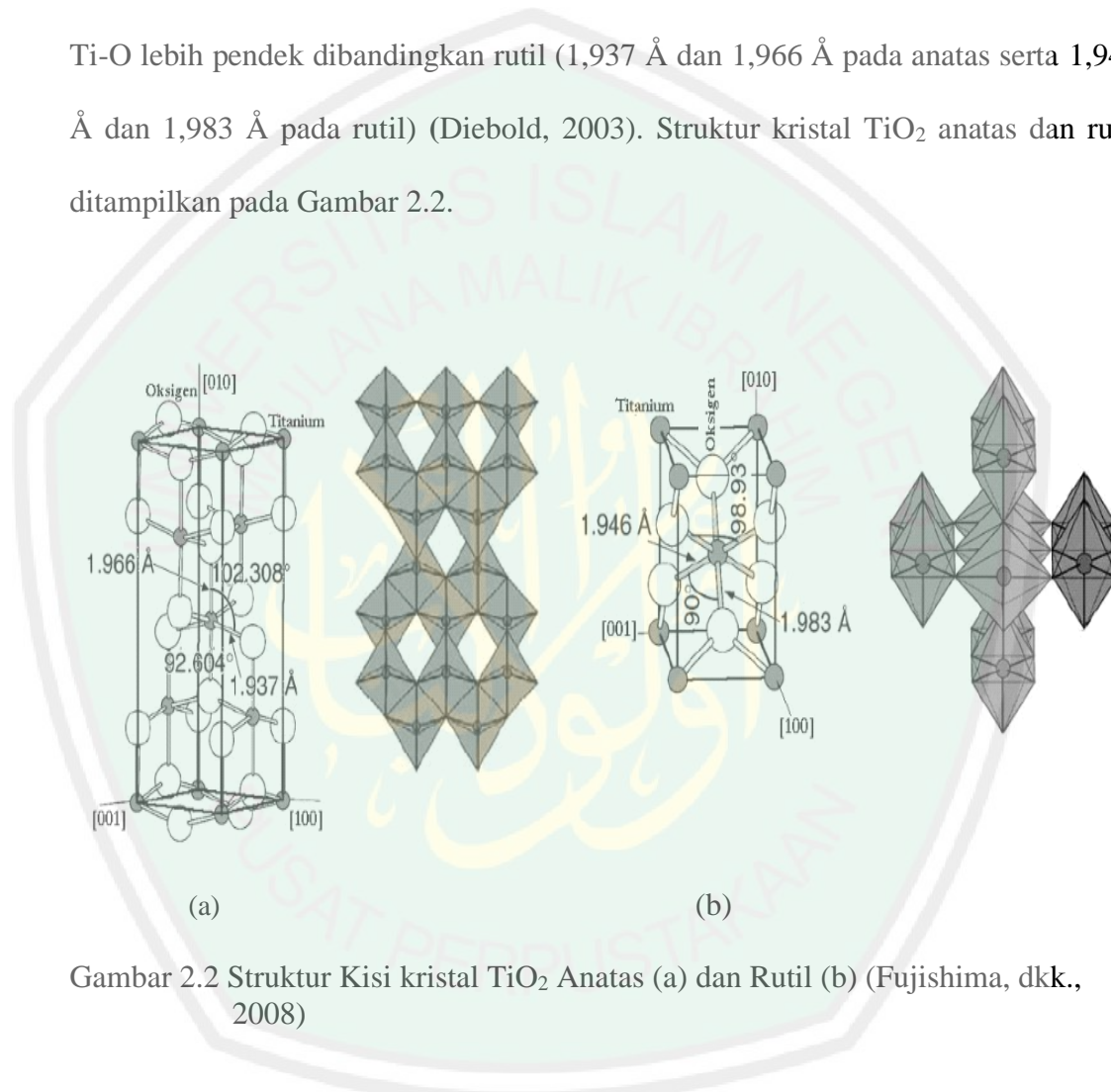


Gambar 2.1 Energi celah pita berbagai semikonduktor (Palupi, 2006)

Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) adalah semikonduktor tipe-n yang banyak digunakan pada berbagai jenis aplikasi, antara lain sebagai sel surya (Gratzel, 2003), fotokatalis (Kolmakov dan Moskovits, 2004), sensor biologis dan kimia (Kolmakov dan Moskovits, 2004), produk kesehatan hingga pigmentasi cat (Gratzel, 2003; Kong, dkk., 2007). Bahan semikonduktor ini memiliki sifat tidak beracun, *biocompatible*, tersedia secara luas, serta biaya pembuatannya relatif rendah (Gratzel, 2003).

Titanium dioksida yang terdapat di alam sebagai mineral terbentuk dalam tiga fasa kristal yaitu rutil, anatas dan brookit. Bentuk yang paling umum dan sering dijumpai adalah kristal  $\text{TiO}_2$  dalam fasa rutil dan anatas. Rutil merupakan bentuk yang paling stabil, sedangkan anatas dan brookit bisa dikonversi ke rutil dengan adanya pemanasan. Struktur anatas dan rutil digambarkan dalam bentuk rantai oktahedral  $\text{TiO}_6$ . Struktur kedua kristal dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola

susunan rantai oktahedronnya. Setiap ion  $\text{Ti}^{4+}$  dikelilingi oleh enam atom  $\text{O}^{2-}$ . Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi ortorhombik, sedangkan oktahedron pada anatas memperlihatkan distorsi ortorhombik yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri (Linsebigier, dkk., 1995). Jarak Ti-Ti pada anatas lebih besar ( $3.79 \text{ \AA}$  dan  $3.04 \text{ \AA}$  serta  $3.57 \text{ \AA}$  dan  $2.96 \text{ \AA}$  untuk rutil), sedangkan jarak ion Ti-O lebih pendek dibandingkan rutil ( $1.937 \text{ \AA}$  dan  $1.966 \text{ \AA}$  pada anatas serta  $1.946 \text{ \AA}$  dan  $1.983 \text{ \AA}$  pada rutil) (Diebold, 2003). Struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatas dan rutil ditampilkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur Kisi kristal  $\text{TiO}_2$  Anatas (a) dan Rutil (b) (Fujishima, dkk., 2008)

Setiap oktahedron pada rutil mengalami kontak dengan 10 oktahedron tetangganya, yaitu pada dua oksigen tepi dan delapan atom oksigen sudut, sedangkan pada anatas setiap oktahedornya mengalami kontak dengan delapan oktahedron tetangganya, yaitu pada empat atom oksigen tepi dan empat atom oksigen sudut. Perbedaan dalam struktur kisi ini menyebabkan perbedaan massa jenis dan struktur

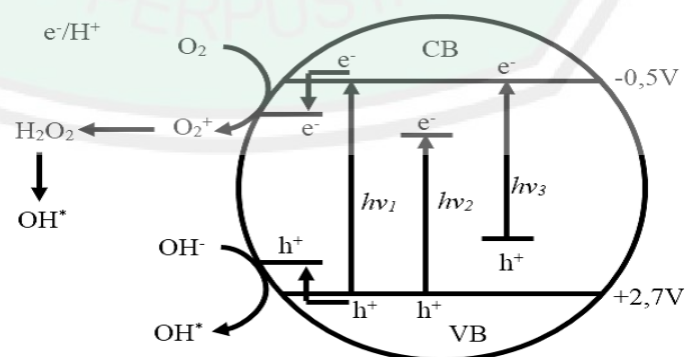


pita elektronik antara kedua bentuk TiO<sub>2</sub> (Linsebigier, dkk., 1995). Anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil. Beberapa karakteristik dari TiO<sub>2</sub> fasa anatas maupun rutil ditampilkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik TiO<sub>2</sub> fasa anatas dan rutil (Sellapan, 2013)

Sifat	Anatas	Rutil
Kisi kristal	Tetragonal	Orthorombik
Celah pita (eV)	3,23	3,0
Vol (Å <sup>3</sup> )	136,25	62,07
Massa jenis (g/cm <sup>3</sup> )	3,9	4,2
Indeks bias	2,52	2,71
Kekerasan	5,5-6,0	6,0-7,0
Titik didih (°C)	650	1858

Pita valensi pada TiO<sub>2</sub> tersusun dari hibridisasi *p-d* antara orbital *2p* pada atom O dan *3d* pada atom Ti yang terikat kuat di daerah pita valensi, sedangkan pita konduksi disusun oleh hibridisasi *p-d* antara orbital *3d* pada atom Ti dengan orbital *2p* pada atom O dan orbital *3p* pada atom Ti. Pendopongan vanadium pada TiO<sub>2</sub> akan menyebabkan beberapa ion Ti<sup>4+</sup> digantikan oleh ion vanadium. Setiap substitusi yang terjadi akan menghasilkan tingkat energi baru pada celah pita (Khatun, dkk., 2017).



Gambar 2.3 Mekanisme Fotokatalisis dan Perbedaan Energi Celah Pita TiO<sub>2</sub>.  $h\nu_1$ : TiO<sub>2</sub> murni;  $h\nu_2$ : TiO<sub>2</sub> dopan logam, dan  $h\nu_3$ : TiO<sub>2</sub> dopan non logam (Zaleska, 2008)

Proses terjadinya fotokatalisis pada  $\text{TiO}_2$  terdoping ditampilkan pada Gambar 2.3. Mekanisme proses fotokatalitik terjadi jika semikonduktor dikenai foton ( $h\nu_1$ ) dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi celah pita, maka elektron ( $e^-$ ) pada pita valensi akan tereksitasi menuju pita konduksi dan meninggalkan *hole* ( $h^+$ ) pada pita valensi (Ismunandar, 2006). Elektron yang telah tereksitasi dan *hole* dapat mengalami rekombinasi dan melepaskan energi panas atau terjebak dalam permukaan semikonduktor dan bereaksi dengan elektron donor atau akseptor yang teradsorpsi pada permukaan semikonduktor (Zaleska, 2008).

## 2.2 Doping $\text{TiO}_2$ dengan Logam Vanadium

Manusia khususnya umat Islam diperintahkan untuk memikirkan kekuasaan dan ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi, diantara langit dan bumi, sebagaimana telah disinggung dalam Al-qur'an surat Ali Imran (3): 190–191. Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah dan tidak ada yang sia-sia. Hal ini kembali ditegaskan oleh Allah SWT dalam surat Shaad (38): 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بِطِلَافٍ ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۖ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ



Artinya:

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”. (QS. Shaad (38) : 27)

Salah satu cara manusia dalam mengungkap hikmah adalah dengan memperhatikan, merenungkan dan mempelajari segala ciptaan Allah SWT yang berada di langit, di bumi, dan diantara keduanya. Sebagai mahasiswa kimia memikirkan, mempelajari, dan memanfaatkan berbagai material kimia seperti  $\text{TiO}_2$

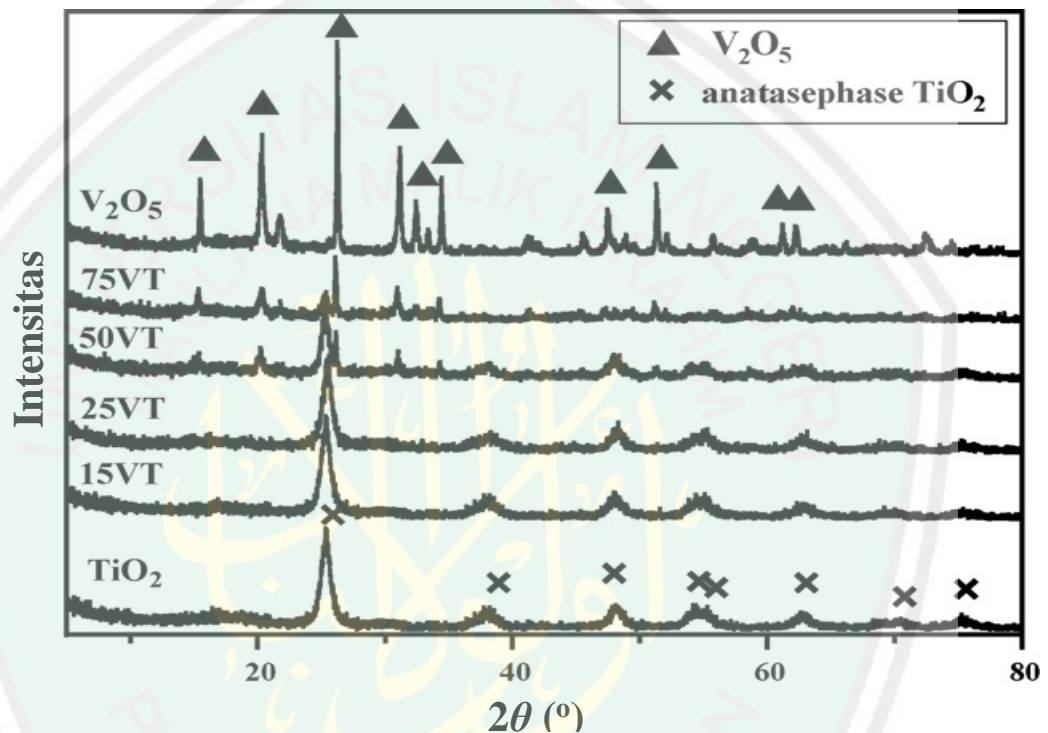
untuk dijadikan material fotokatalis dan memodifikasinya agar mempunyai aktifitas yang efektif dan efisien di daerah sinar tampak merupakan suatu bentuk upaya untuk mendapatkan hikmah dari segala ciptaan Allah SWT. Modifikasi tersebut dilakukan dengan cara mendoping suatu atom lain ke dalam matriks  $\text{TiO}_2$ . Doping merupakan suatu proses memasukkan atom lain (dopan) ke dalam material fotokatalis. Ketika semikonduktor didoping dengan impuritas maka semikonduktor menjadi ekstrinsik.

Tujuan pendopingan terhadap material fotokatalis yaitu untuk memperbaiki sifat-sifat bahan sesuai dengan kebutuhan (Lestari, 2009). Doping memiliki beberapa keuntungan diantaranya dapat meningkatkan konduktivitas semikonduktor, memperoleh semikonduktor dengan hanya satu pembawa muatan (elektron atau lubang) saja, atau mendapatkan semikonduktor yang memiliki energi celah pita yang lebih rendah dari asalnya.

Dopan yang digunakan untuk mendoping material semikonduktor dapat berupa dopan non-logam dan dopan logam. Menurut Natawidha (2012) dopan logam mampu merubah posisi pita konduksi dari  $\text{TiO}_2$  ke bawah karena nanopartikel logam akan terdispersi dalam matriks  $\text{TiO}_2$ . Logam yang didoping ke dalam matrik  $\text{TiO}_2$  akan menghasilkan tingkat energi baru di dalam celah pita  $\text{TiO}_2$ . Elektron akan tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi oleh foton dengan tingkat energi tertentu. Dopan logam transisi membentuk suatu pita penjebak elektron yang dapat meningkatkan penangkapan (*trapping*) elektron untuk menghambat rekombinasi elektron-hole selama proses radiasi (Zaleska, 2008).

Sun, dkk. (2008) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium dengan metode kopresipitasi yang ditampilkan pada Gambar 2.4. Dari data tersebut menunjukkan bahwa intensitas fasa  $\text{TiO}_2$  anatas akan semakin menurun dengan meningkatnya konsentrasi doping vanadium. Fasa pengotor berupa kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$  tidak terdeteksi

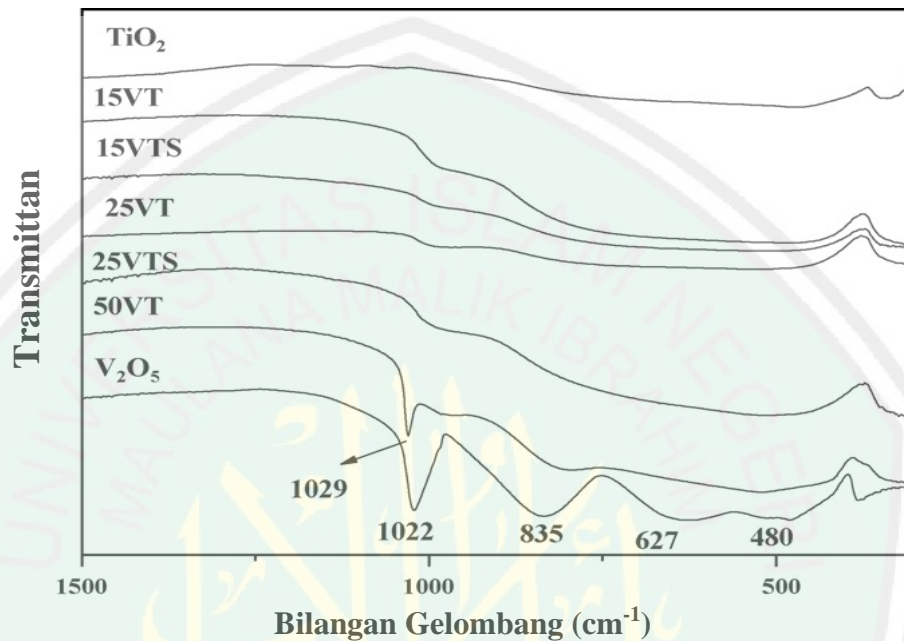
pada konsentrasi doping vanadium dibawah 25% yang mengindikasikan vanadium telah terdispersi kedalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$ . Namun, pada konsentrasi diatas 25% fasa kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$  mulai terdeteksi yang mengindikasikan terjadinya aglomerasi  $\text{V}_2\text{O}_5$ . Berdasarkan hal tersebut, diketahui bahwa besarnya konsentrasi dopan vanadium berpengaruh terhadap karakteristik struktur  $\text{TiO}_2$ .



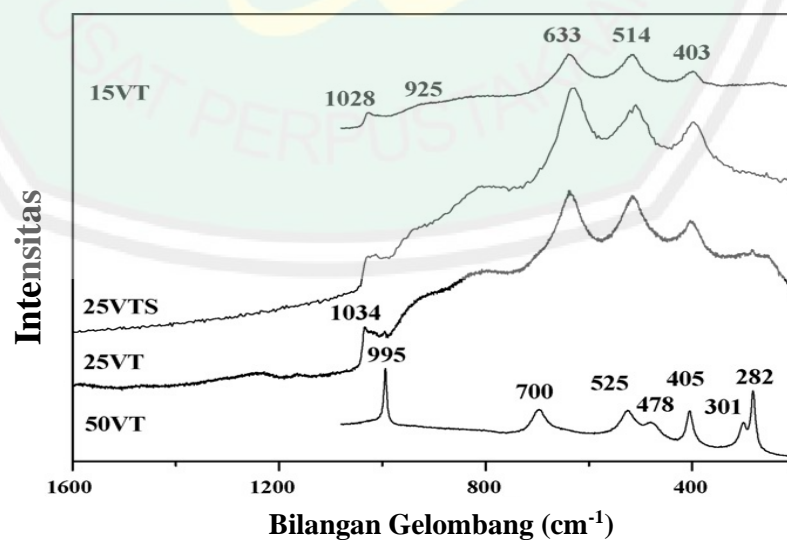
Gambar 2.4 Pola difraksi  $\text{TiO}_2$  anatas terdoping vanadium pada konsentrasi 15-50% (Sun, dkk., 2008)

$\text{TiO}_2$  terdoping vanadium akan mempengaruhi karakter modus vibrasi inframerah (IR). Data spektra IR  $\text{TiO}_2$  yang terdoping vanadium ditampilkan pada Gambar 2.5. Dari data tersebut menunjukkan bahwa karakter ikatan ionik Ti-O terdeteksi pada bilangan gelombang 1128 dan 1045  $\text{cm}^{-1}$  yang mempunyai intensitas sangat lemah sehingga tidak terdeteksi pada spektra IR (Sun, dkk., 2008).  $\text{V}_2\text{O}_5$  memiliki spektra pada bilangan gelombang 1022  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan modus vibrasi *stretching* pada ikatan rangkap dua V=O. Pembentukan fasa kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$

tidak terdeteksi pada konsentrasi vanadium di bawah 50%, sedangkan pada konsentrasi 50% terdapat spektra tajam pada bilangan gelombang 1029  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan terbentuknya fasa kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$ . (Sun, dkk., 2008).



Gambar 2.5 Spektra inframerah (IR)  $\text{V}_2\text{O}_5$  dan  $\text{TiO}_2$ -V pada konsentrasi 15-50 % (Sun, dkk., 2008)



Gambar 2.6 Spektra Raman  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium pada konsentrasi vanadium 15-50 % (Sun, dkk., 2008)

Data spektra Raman  $\text{TiO}_2$  yang terdoping vanadium ditampilkan pada Gambar 2.6. Dari data tersebut menunjukkan bahwa karakter ikatan kovalen Ti-O muncul pada bilangan gelombang 633, 514, dan  $403 \text{ cm}^{-1}$ . Modus vibrasi V=O dan V-O-V terdeteksi pada bilangan gelombang 1028 dan  $925 \text{ cm}^{-1}$  dengan konsentrasi doping vanadium 15%. Peningkatan konsentrasi vanadium hingga 25% akan menyebabkan pergeseran vibrasi *stretching* V=O dari  $1028 \text{ cm}^{-1}$  ke  $1034 \text{ cm}^{-1}$ . Hal ini dikarenakan terjadi distorsi pada permukaan *spesi*  $\text{VO}_x$  selama reaksi polimerisasi. Modus vibrasi kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$  muncul pada konsentrasi doping vanadium 50%, sedangkan pada konsentrasi doping vanadium di bawah 25% tidak muncul modus vibrasi kristalin  $\text{V}_2\text{O}_5$ . Hal ini mengindikasikan bahwa vanadium telah terdispersi ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  pada konsentrasi doping vanadium yang rendah (Sun, dkk., 2008).

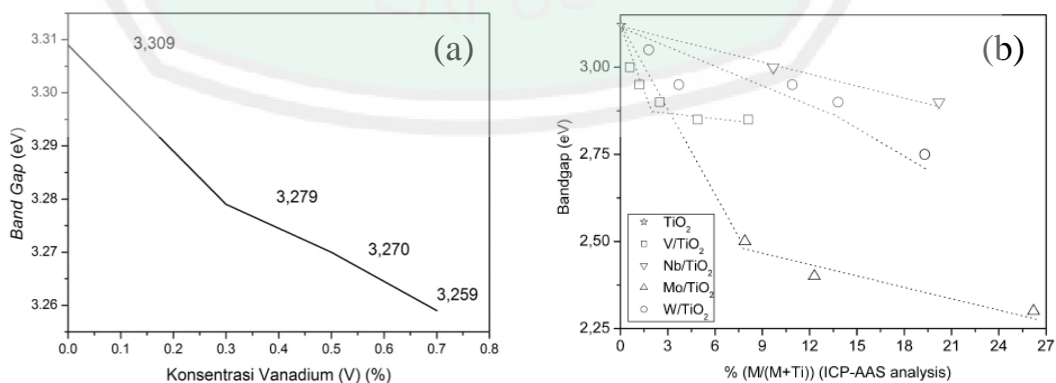
### 2.3 Pengaruh Doping Vanadium terhadap Sifat Optik $\text{TiO}_2$ -V

Penyerapan panjang gelombang oleh  $\text{TiO}_2$  terdoping logam ke daerah sinar tampak disebabkan eksitasi elektron ion dopan dari pita valensi ke pita konduksi  $\text{TiO}_2$  (Choi, 2010). Namun, Kuznetsov dan Serpone (2006) menjelaskan bahwa spektrum serapan sinar dari  $\text{TiO}_2$  yang dimodifikasi di daerah sinar tampak kemungkinan besar berasal dari cacat karena terjadi kekosongan oksigen (*vacancy oxygen*). Dopan ion logam yang digunakan dalam penelitian ini memiliki keadaan valensi yang berbeda dari  $\text{Ti}^{4+}$  dan dapat menyebabkan munculnya kekosongan oksigen selama sintesis. Beberapa sampel M- $\text{TiO}_2$  (misalnya, Ni- $\text{TiO}_2$ , V- $\text{TiO}_2$ , Pt(II)- $\text{TiO}_2$ ) menunjukkan penyerapan serupa pada rentang 400-600 nm meskipun intensitasnya berbeda. Oleh karena itu, besarnya tingkat energi baru di antara pita valensi dan pita konduksi akibat

pengotor dan kekosongan oksigen oleh doping logam sangat mempengaruhi penyerapan cahaya yang diamati pada sampel  $M\text{-TiO}_2$  (Choi, 2010).

Mansour, dkk. (2017) menjelaskan bahwa semakin besar konsentrasi doping vanadium maka akan menghasilkan pergeseran serapan panjang gelombang ke daerah *visible* yang semakin lebar.  $\text{TiO}_2$  anatas yang didoping dengan ion logam vanadium (III) sebesar 0,3% menghasilkan serapan panjang gelombang yang lebih lebar di daerah *visible* pada rentang 400-700 nm (Choi, dkk., 2009). Kubacka, dkk. (2008) mengkonfirmasi bahwa batas kelarutan vanadium ke dalam struktur  $\text{TiO}_2$  anatas yaitu sebesar 5%. Pada konsentrasi doping vanadium di atas 5% akan menghasilkan keadaan *mid-gap* pada pita energi *bandgap* yang berpotensi dapat meningkatkan rekombinasi muatan.

Aktivitas fotokatalitik  $\text{TiO}_2$  akan meningkat dengan konsentrasi doping yang rendah. Namun, aktivitas fotokatalitik akan menurun pada konsentrasi doping yang tinggi. Hal ini disebabkan karena jumlah dopan vanadium yang terlalu tinggi akan menempati situs aktif dari  $\text{TiO}_2$ , sehingga aktivitas fotokatalitiknya akan menurun (Ren, dkk., 2015). Substitusi vanadium yang melebihi batas kelarutan akan menghasilkan fasa baru di dalam struktur  $\text{TiO}_2$  anatas hasil sintesis.



Gambar 2.7 Grafik hubungan konsentrasi doping vanadium dengan penurunan energi celah pita pada konsentrasi 0,3-0,7 % (a) dan konsentrasi 0,6-8,1 % (b) (Kubacka, dkk., 2008 dan Mustofa, 2014)

Substitusi dopan vanadium ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  akan mempengaruhi parameter kisi dan ukuran partikel dari kisi kristal  $\text{TiO}_2$ . Substitusi ini juga dapat mereduksi celah pita  $\text{TiO}_2$  yang ditampilkan pada Gambar 2.7. Data tersebut menunjukkan penurunan celah pita dari 3,309 eV menjadi 3,259 eV yang terjadi pada  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium sebesar 0,7% dengan metode sintesis reaksi keadaan padatan (Mustofa, 2014), sedangkan pada konsentrasi doping vanadium dibawah 5% akan menyebabkan penurunan celah pita sebesar 0,2 eV dengan metode sintesis sol-gel. Namun, penurunan tersebut akan cenderung konstan ketika melewati batas kelarutan vanadium ke dalam  $\text{TiO}_2$  anatas, yaitu diatas 5% (Kubacka, dkk., 2008).

#### 2.4 Sintesis $\text{TiO}_2$ -V dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan (*Solid State*)

Reaksi padatan adalah reaksi antara campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang berupa padatan dengan melibatkan pemanasan beberapa komponen pada suhu tinggi selama periode tertentu. Dalam reaksi kimia padat, melibatkan pemanasan antara campuran dua padatan atau lebih untuk membentuk suatu padatan baru. Material yang dihasilkan dengan metode reaksi padatan dilaporkan memiliki kualitas (kemurnian) dan kuantitas yang lebih baik dibandingkan metode sol-gel atau kopresipitasi (Idayati dan Hamzah, 2008). Teknik ini biasanya menggunakan suhu yang tinggi bahkan mencapai 1000 °C hingga 1500 °C. Suhu ini dipilih karena dalam kenyataannya padatan-padatan tidak akan bereaksi pada suhu kamar, sedangkan pada suhu tinggi laju reaksinya akan meningkat (Ismunandar, 2006).

Faktor-faktor yang mempengaruhi laju reaksi yaitu, luas kontak padatan pereaksi, laju difusi, dan laju nukleasi fasa produk. Oleh karena itu preparasi reaktan harus dibuat sehalus mungkin dengan bantuan *mortar agate* untuk mendapatkan luas



kontak padatan yang lebih besar sehingga dapat mempercepat reaksi (Ismunandar, 2006). Teknik sintesis padatan erat kaitannya dengan bentuk produk yang diinginkan. Beberapa bentuk yang dapat diadopsi oleh padatan dan kegunaan bentuk itu dijelaskan sebagai berikut : (a) kristal tunggal, bentuk ini biasanya dipilih untuk keperluan karakterisasi struktur dan sifat, (b) Serbuk polikristalin, sering digunakan untuk karakterisasi struktur dan sifat bila kristal tunggal tidak mungkin didapatkan, (c) Amorf tidak memiliki keteraturan translasi berorde panjang dan umumnya digunakan untuk aplikasi yang memerlukan keunggulan sifat optis dan konduktor ionik, (d) Film tipis, digunakan secara luas dalam mikroelektronik dan telekomunikasi (Ismunandar, 2006).

Suhu yang digunakan pada reaksi padatan umumnya lebih besar dari suhu Tamman reaktan terkait mobilitas ion dalam suatu kisi oksida (Haber, dkk., 1995). Pada suhu tersebut suatu padatan memiliki 70% kebebasan vibrasinya, sehingga memungkinkan difusi ke dalam kisi padatan lain. Suhu Tamman reaktan dapat dihitung dengan membagi dua titik leleh dari reaktan tersebut. Suhu Tamman dari beberapa oksida logam ditampilkan pada Tabel 2.2 (Ross, 2012).

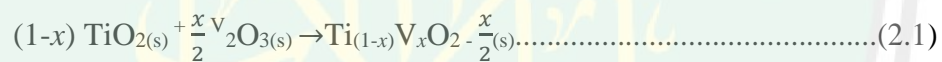
Tabel 2.2 Suhu Tamman beberapa oksida logam (Ross, 2012)

Oksida Logam	Titik Leleh (K)	Suhu Tamman (K)
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	963	482
V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2213	1107
CuO	1599	800
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1838	919
TiO <sub>2</sub>	2128	1064
ZnO	2248	1124
NiO	2257	1129
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2538	1269

Metode sintesis reaksi padatan meliputi dua langkah, yaitu pencampuran dua oksida dan kalsinasi hasil pencampuran tersebut. Pada saat pencampuran kedua

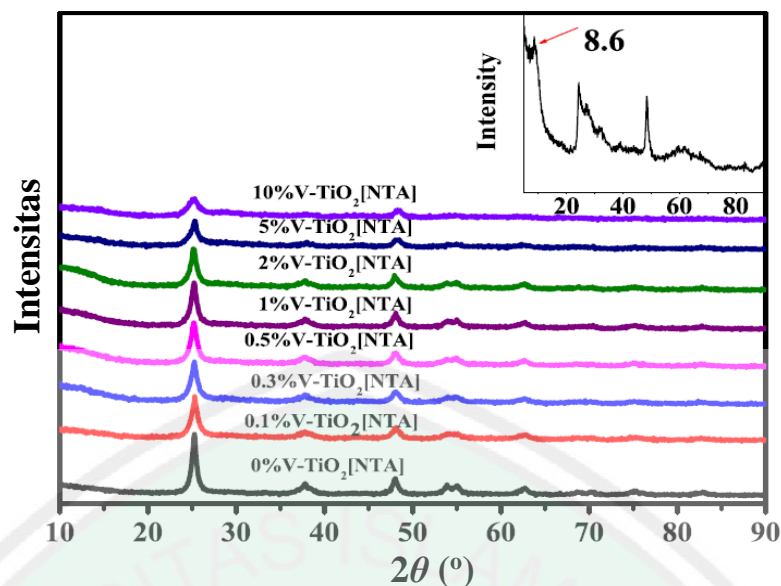
oksida, akan terjadi interaksi antara vanadium (V) dengan permukaan  $\text{TiO}_2$  dan pembentukan ikatan V-O-Ti. Reaksi antara titanium dengan vanadium diketahui terjadi diatas suhu 482 K/209 °C. Suhu diatas 773 K/500 °C dapat mengakibatkan transformasi fasa anatas ke rutil yang disebabkan penggabungan kation-kation vanadium ke dalam struktur kristal titanium dan membentuk  $\text{V}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_2$  (Bulushev, dkk., 2000).

Reaksi yang terjadi pada doping  $\text{TiO}_2$  dengan vanadium (III) menggunakan metode reaksi keadaan padatan adalah reaksi antarmuka antara  $\text{TiO}_2$  dengan  $\text{V}_2\text{O}_3$ . Pada reaksi tersebut, terjadi proses difusi ion-ion  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{V}^{3+}$  pada daerah antarmuka yang akan terbentuk setelah pemberian sejumlah besar panas pada campuran padatan reaktan (kalsinasi). Dugaan reaksi yang terjadi antara  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{V}_2\text{O}_3$  adalah sebagai berikut (West, 2014):

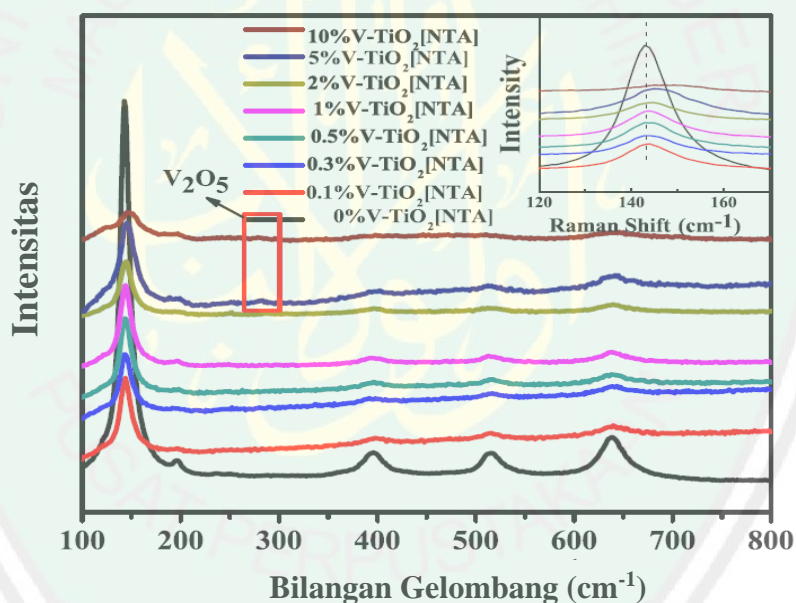


Reaksi tersebut dapat diasumsikan menggunakan doping vanadium (III) dengan nilai  $x = 0,01; 0,025; 0,05; 0,075; 0,1$ . Substitusi ion  $\text{Ti}^{4+}$  oleh vanadium yang semakin banyak di dalam kisi kristal menyebabkan deformasi kisi yang mengakibatkan kompensasi muatan.

Ren, dkk. (2015) telah mensintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium dengan metode reaksi keadaan padatan yang ditampilkan pada Gambar 2.8. Dari data tersebut menunjukkan bahwa intensitas fasa anatas semakin menurun dengan meningkatnya konsentrasi doping vanadium yang dapat teramati secara jelas pada konsentrasi doping vanadium 5%. Fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  tidak terdeteksi dalam data XRD tersebut mengindikasikan bahwa vanadium telah terdispersi ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  (Ren, dkk., 2015).



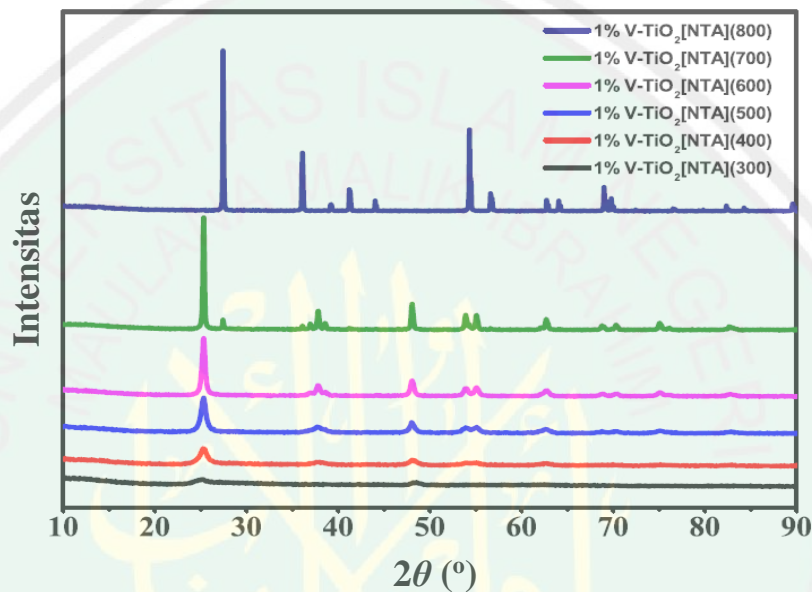
Gambar 2.8 Pola Difraksi  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium pada konsentrasi 0-10% (Ren, dkk., 2015)



Gambar 2.9 Spektra Raman  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium pada konsentrasi 0-10% (Ren, dkk., 2015)

Namun, fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  dapat terdeteksi menggunakan spektroskopi Raman yang ditampilkan pada Gambar 2.9. Data tersebut menunjukkan tidak terbentuknya fasa  $\text{TiO}_2$  rutil dan terbentuknya fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  yang terdeteksi pada bilangan gelombang  $120\text{-}170\text{ cm}^{-1}$  dengan konsentrasi doping vanadium 5%.

Peningkatan konsentrasi doping vanadium mengakibatkan pergeseran spektra  $\text{TiO}_2$  anatas ke arah bilangan gelombang yang lebih besar. Hal ini mengindikasikan bahwa ion  $\text{V}^{4+}$  telah mensubstitusi ion  $\text{Ti}^{4+}$  dan membentuk ikatan V-O-Ti yang disebabkan selisih jari-jari ion antara  $\text{V}^{4+}$  dan  $\text{Ti}^{4+}$  yang sangat dekat, yaitu  $0,72 \text{ \AA}$  ( $\text{V}^{4+}$ ) dan  $0,74 \text{ \AA}$  ( $\text{Ti}^{4+}$ ) (Ren, dkk., 2015).



Gambar 2.10 Pola difraksi  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium 1% dengan suhu kalsinasi 300-800 °C (Ren, dkk., 2015)

Modifikasi suhu kalsinasi pada sintesis  $\text{TiO}_2$  dapat mempengaruhi kristalisasi pada sampel yang dihasilkan. Gambar 2.10 menunjukkan bahwa pada suhu kalsinasi dibawah 600 °C hanya menghasilkan  $\text{TiO}_2$  fasa anatas. Pada suhu kalsinasi 700 °C menunjukkan struktur kristal campuran dengan fasa anatas dan sedikit fasa rutil, sedangkan pada suhu kalsinasi 800 °C terbentuk fasa rutil dengan intensitas yang besar. Fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  tidak terdeteksi pada data tersebut mengindikasikan bahwa pada konsentrasi doping vanadium rendah, suhu kalsinasi tidak mempengaruhi pembentukan fasa vanadium oksida (Ren, dkk., 2015).

## BAB III

### METODOLOGI

#### 3.1 Waktu dan Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan September 2018 - April 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Surabaya (ITS), Karakterisasi IR dilakukan di Laboratorium Organik Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi Raman dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Material (LKFM) program studi Kimia Institut Teknologi Bandung (ITB). Karakterisasi UV-Vis DRS dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, tanur, neraca analitik, krusibel alumina, *mortar agate*, *X-Ray Diffraction* (XRD), FT-IR VARIAN tipe FT 1000, spektroskopi Raman, dan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS).

##### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah  $\text{TiO}_2$  anatas (Sigma Aldrich,  $\geq 99\%$ ),  $\text{V}_2\text{O}_3$  (Sigma Aldrich, 98%),  $\text{HNO}_3$  *p.a* dan aseton *p.a*.

#### 3.3 Tahapan Penelitian

1. Sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_3$  menggunakan metode reaksi keadaan padatan dengan variasi konsentrasi 1; 2,5; 5; 7,5; 10% pada suhu  $550\text{ }^\circ\text{C}$

selama 4 jam.

2. Karakterisasi struktur material fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)*.
3. Karakterisasi modus vibrasi material fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan spektroskopi IR dan spektroskopi Raman.
4. Karakterisasi energi *band gap* dan serapan panjang gelombang material fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan *UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy (DRS)*.
5. Analisis data.

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Sintesis TiO<sub>2</sub> Terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Variasi Konsentrasi dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan**

Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO<sub>2</sub> dan V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. TiO<sub>2</sub> ditimbang terlebih dahulu berdasarkan perhitungan stoikiometri, begitu juga pada V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ditimbang sesuai perhitungan stoikiometri berdasarkan persen konsentrasi vanadium yang ditambahkan (Lampiran 2). Kemudian kedua prekursor tersebut dicampurkan pada mortar agate dan digerus selama ±5 jam. Penggerusan dilakukan untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran tersebut selanjutnya di press dalam bentuk pelet untuk meningkatkan kontak antar partikel agar lebih baik. Pelet kemudian dikalsinasi dalam tanur dengan suhu 550 °C selama 4 jam. Kemudian, sampel digerus kembali selama 5 jam dalam mortar agate, dibuat pelet dan dikalsinasi kembali di dalam tanur pada suhu 550 °C selama 4 jam. Hal ini dilakukan untuk mengoptimalkan reaksi antar padatan. Langkah-langkah tersebut dilakukan kembali untuk sintesis TiO<sub>2</sub> dengan dopan V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%.

Tabel 3.1 Massa tiap-tiap bahan prekursor

Senyawa	Massa Target (g)	Massa Preaksi	
		TiO <sub>2</sub> (g)	V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (g)
V-TiO <sub>2</sub> 1%	2	1,9790	0,0190
V-TiO <sub>2</sub> 2,5%	2	1,9480	0,0470
V-TiO <sub>2</sub> 5%	2	1,9020	0,0941
V-TiO <sub>2</sub> 7,5%	2	1,8451	0,1403
V-TiO <sub>2</sub> 10%	2	1,7930	0,1870

### 3.4.2 Karakterisasi TiO<sub>2</sub> Terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Variasi Konsentrasi dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan

#### 3.4.2.1 Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-V menggunakan Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi struktur material TiO<sub>2</sub> sebelum dan setelah didoping dengan logam V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada berbagai variasi konsentrasi diukur dengan difraksi sinar-X bubuk (XRD). Sumber sinar yang digunakan dalam analisis XRD adalah Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$ ) pada 30 kV dan 30 mA dan  $2\theta(^{\circ})$ :  $10^{\circ} - 90^{\circ}$ . Difraktogram yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan standar *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) untuk TiO<sub>2</sub> anatase (ICSD No. 9852), V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (ICSD No. 95762), dan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (ICSD No. 653926).

Struktur dan sistem kristal dibandingkan dengan data standar difraktogram TiO<sub>2</sub> anatase ICSD (No. 9852), TiO<sub>2</sub> rutil (No. 23697), V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (No. 201106), dan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (ICSD No. 653926). Berdasarkan lebar puncak difraktogram yang diperoleh dari hasil sinar-X, maka ukuran kristal rata-rata TiO<sub>2</sub> hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* yang ditampilkan pada Persamaan 3.1.

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

dengan  $D$  = ukuran partikel (nm),  $K$  = konstanta (0,9),  $\lambda$  = panjang gelombang radiasi,  $\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM),  $\theta$  = sudut puncak (dalam satuan derajat).

Data XRD akan direfinement dengan program Rietica. Proses *refinement*

dilakukan dengan metode *Le Bail* untuk mendapatkan data kristalografi dari material yang dihasilkan dengan menginput standar ICSD dengan nomor 9852 sebagai standar fasa anatas, nomor 95762 sebagai standar  $V_2O_3$ , dan nomor 653926 sebagai standar  $V_2O_5$ .

### 3.4.2.2 Karakterisasi $TiO_2$ -V menggunakan Spektroskopi *Infrared* (IR)

Analisis kualitatif dalam mengetahui modus vibrasi pada material diidentifikasi menggunakan Spektrofotometer FT-IR VARIAN tipe FT 1000.  $TiO_2$  terdoping Vanadium (III) digerus dalam *mortar agate* kemudian dipress dan dibentuk pelet, lalu pelet diletakkan di *cell holder* dalam instrumen FTIR dan diukur pada rentang bilangan gelombang 4000 – 400  $cm^{-1}$ . Modus vibrasi IR senyawa  $TiO_2$  terdoping  $V_2O_5$  dirangkum pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Modus Vibrasi IR  $TiO_2$  terdoping Vanadium <sup>1</sup>Sun, dkk. (2008), <sup>2</sup>Kuisor, dkk. (2017), <sup>3</sup>Jaimy, dkk. (2012)

Vibrasi	Bilangan Gelombang ( $cm^{-1}$ )
Ti-O-Ti <i>stretching</i> <sup>2</sup>	570
Ti-O-O <sup>2</sup>	690
vibrasi O-O <sup>2</sup>	800
$V_2O_5$ <sup>1</sup>	1029
<i>Stretching</i> V=O <sup>1</sup>	1022
Vibrasi ulur H-O-H <sup>2</sup>	1658
<i>Stretching</i> asimetris V-O-V <sup>1</sup>	835
<i>Stretching</i> simetris V-O-V <sup>1</sup>	627
Vibrasi ulur O-H <sup>3</sup>	1620, 3440

### 3.4.2.3 Karakterisasi $TiO_2$ -V menggunakan Spektroskopi Raman

Spektroskopi Raman digunakan untuk mengetahui lokal struktur pada  $TiO_2$  yang terdoping  $V_2O_3$ . Pengukuran dilakukan menggunakan sumber sinar pengekstisasi dengan panjang gelombang 532 nm pada rentang pengukuran 50-1500  $cm^{-1}$ . Modus vibrasi Raman  $TiO_2$  terdoping  $V_2O_5$  dirangkum pada Tabel 3.3.



Tabel 3.3 Modus Vibrasi Raman TiO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> <sup>1</sup>Sun, dkk. (2008), <sup>2</sup>Jaiswal, dkk. (2012), <sup>3</sup>Shaohong, dkk. (2016), <sup>4</sup>Shen, dkk. (2011)

Vibrasi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )
<sup>1</sup> Ikatan Kovalen Ti-O	403, 514, dan 633
<sup>2</sup> E <sub>g</sub>	144 dan 197
<sup>2</sup> B <sub>1g</sub>	399
<sup>2</sup> A <sub>1g</sub>	513
<sup>2</sup> B <sub>2g</sub>	639
<sup>4</sup> V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	251
<sup>3</sup> E <sub>g</sub>	213, 295, 328 dan 589
<sup>3</sup> A <sub>1g</sub>	239 dan 501
<sup>1</sup> V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	282, 301, 405, 525, 700 dan 995

#### 3.4.2.4 Karakterisasi TiO<sub>2</sub>-V menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Penentuan energi *band gap* dan serapan panjang gelombang digunakan untuk mengetahui serapan cahaya di daerah *visible* dan energi *band gap* TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pada berbagai variasi konsentrasi. Penentuan energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectroscopy* (DRS). Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder*. Kemudian diukur presentasi reflektansinya pada rentang panjang gelombang 195-800 nm.

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi dengan UV-Vis DRS berupa absorbansi, panjang gelombang ( $\lambda$ ) % reflektansi (%R), %R kemudian diubah menjadi  $R$  dan dilanjutkan dengan perhitungan nilai  $F(R)$  sesuai dengan persamaan Kubelka-Munk yang ditampilkan pada persamaan 3.2.

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

dengan  $F(R)$  adalah faktor Kubelka-Munk,  $K$  adalah koefisien absorpsi molar,  $S$  adalah koefisien *scattering*,  $R$  adalah nilai reflektansi yang diukur terhadap standar TiO<sub>2</sub>. Nilai energi *band gap* ditentukan dengan membuat plot antara  $(F(R).h\nu)^{1/2}$  (sebagai sumbu  $y$ ) vs energi foton ( $h\nu$ ) (sebagai sumbu  $x$ ). 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 Planck ( $6,626 \times 10^{-34}$  J/s). Kemudian dibuat garis linear yang melewati daerah tersebut dan dibuat persamaan linearnya (Istighfarini, 2013). Persamaan linear sebagai berikut:

$$y = ax + b \dots\dots\dots(3.3)$$

Dari persamaan linear selanjutnya dicari nilai  $x$  ketika  $y = 0$ . Nilai  $x$  tersebut yang menyatakan besar dari energi *band gap*.



## BAB IV PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini dilakukan sintesis fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping Vanadium (III) dengan variasi konsentrasi 0; 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10% menggunakan metode reaksi keadaan padatan. Selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengidentifikasi struktur fasa material, spektroskopi IR untuk mengidentifikasi gugus fungsi, spektroskopi Raman untuk mengidentifikasi perubahan struktur lokal senyawa hasil sintesis dan UV-Vis DRS untuk mengidentifikasi energi celah pita dan serapan sinar.

### 4.1 Sintesis Material $\text{TiO}_2$ Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Keadaan Padatan

Material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  terdoping Vanadium (III) telah disintesis menggunakan metode reaksi keadaan padatan. Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini adalah Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) anatas dan  $\text{V}_2\text{O}_3$ . Sintesis material  $\text{TiO}_2$ -V dilakukan dengan variasi konsentrasi dopan vanadium 0; 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%. Tahap awal sintesis dilakukan dengan menimbang kedua prekursor sesuai dengan konsentrasi masing-masing variasi dan digerus selama  $\pm 5$  jam menggunakan *mortar agate*. Penggerusan dilakukan untuk memperluas permukaan prekursor sehingga akan memperluas kontak antar kristal dan memaksimalkan reaksi (Ismunandar, 2006).

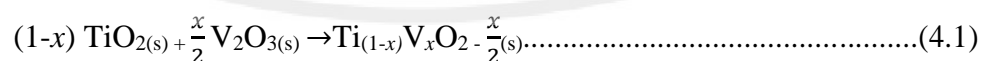
Campuran kemudian dikalsinasi dengan suhu  $550\text{ }^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Pada saat pencampuran kedua prekursor, akan terjadi interaksi antara Vanadium (III) dengan permukaan  $\text{TiO}_2$ . Reaksi antara  $\text{TiO}_2$  dan vanadium diketahui berlangsung pada suhu di atas  $482\text{ K}/209\text{ }^\circ\text{C}$  dan suhu di atas  $773\text{ K}/550\text{ }^\circ\text{C}$  yang mengakibatkan transformasi fasa dari anatas ke rutil yang disebabkan oleh penggabungan kation-kation vanadium ke dalam struktur Kristal titanium dan membentuk  $\text{V}_x\text{Ti}_{1-x}\text{O}_2$  (Bulushev, dkk., 2000).

Reaksi yang terjadi pada proses doping TiO<sub>2</sub> dengan Vanadium (III) menggunakan metode sintesis reaksi keadaan padatan adalah reaksi antarmuka antara TiO<sub>2</sub> dengan V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pada reaksi tersebut terjadi proses difusi ion-ion Ti<sup>4+</sup> dan V<sup>3+</sup> pada daerah antarmuka yang akan terbentuk setelah pemberian sejumlah besar panas pada campuran padatan reaktan (kalsinasi) (Maulina, 2014). Setelah proses kalsinasi akan terbentuk padatan kuning TiO<sub>2</sub>-V akibat dari pencampuran TiO<sub>2</sub> dengan vanadium (III) yang ditampilkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil Sintesis (a) TiO<sub>2</sub> tanpa doping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (b) TiO<sub>2</sub>-V 1%, (c) TiO<sub>2</sub>-V 2,5%, (d) TiO<sub>2</sub>-V 5%, (e) TiO<sub>2</sub>-V 7,5%, dan (f) TiO<sub>2</sub>-V 10%

Ion Ti<sup>4+</sup> pada TiO<sub>2</sub> mempunyai muatan yang lebih tinggi dari ion V<sup>3+</sup>. Jika senyawa *host* mempunyai muatan yang lebih tinggi dari doping, maka untuk menyeimbangkan muatan antara keduanya akan terbentuk vakansi anion atau intertisi kation (West, 2014). Oleh karena itu, kemungkinan reaksi yang terjadi jika TiO<sub>2</sub> didoping dengan V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> adalah sebagai berikut (West, 2014) :

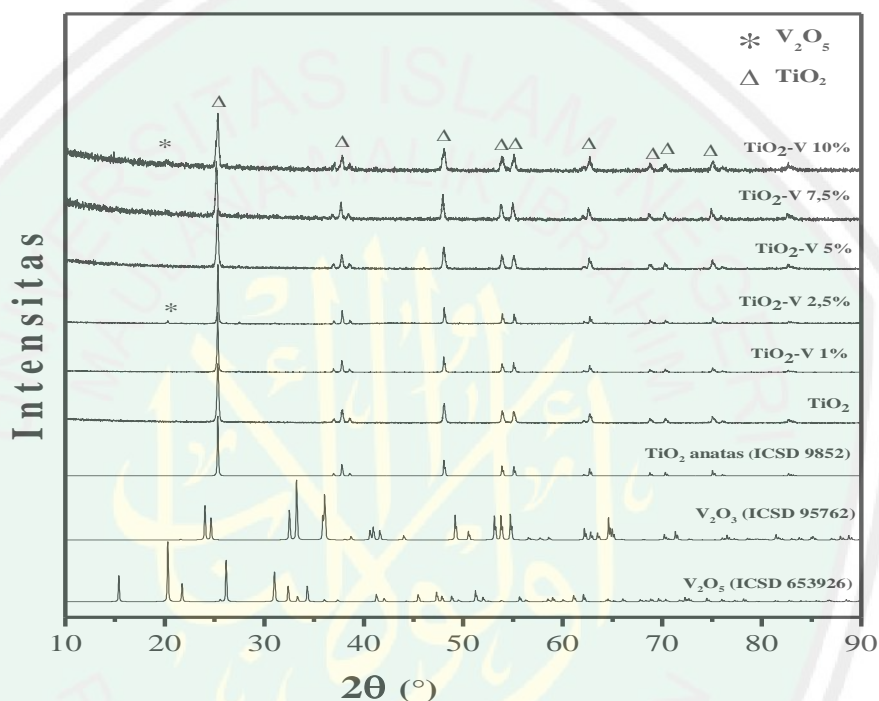


dengan  $x = 0,01; 0,025; 0,05; 0,075$  dan  $0,1$ .

#### 4.2 Karakterisasi Material Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Senyawa TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-V hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa dan struktur kristal. Pola difraksi sinar-X sampel ditampilkan

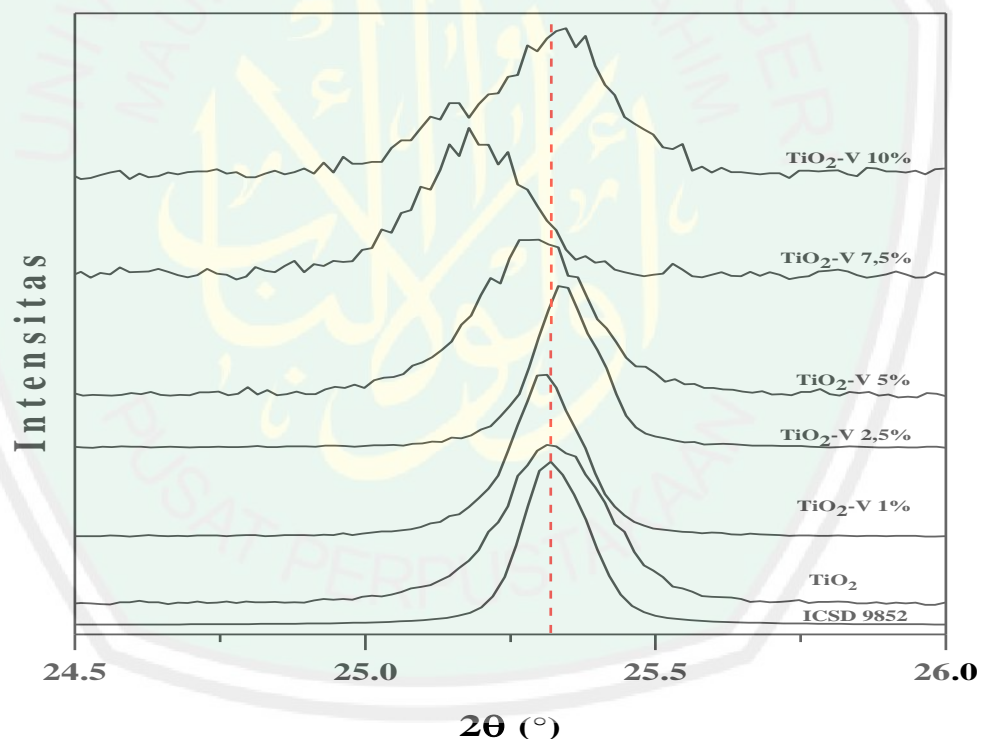
pada Gambar 4.2. Data yang diperoleh dicocokkan dengan data standar  $\text{TiO}_2$  pada *International Crystallography Standard Data* (ICSD) No. 9852 dan diperoleh hasil bahwa senyawa  $\text{TiO}_2$  anatas hasil sintesis telah terbentuk. Hal ini dapat dilihat dari kecocokan pola difraksi dengan standar  $\text{TiO}_2$  anatas dan tidak terdapat pola difraksi khas  $\text{TiO}_2$  rutil.



Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X senyawa  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$

Namun, pada material  $\text{TiO}_2\text{-V}$  dengan konsentrasi vanadium 2,5% dan 10% terdapat puncak baru yang merupakan pengotor pada  $2\theta(^{\circ})$ : 20,32° dan 20,23°. Fasa pengotor tersebut merupakan fasa milik  $\text{V}_2\text{O}_5$  karena puncak tersebut memiliki puncak difraksi yang sama dengan standar  $\text{V}_2\text{O}_5$  (ICSD No. 653926). Munculnya  $\text{V}_2\text{O}_5$  tersebut disebabkan karena dopan  $\text{V}^{3+}$  (0,78 Å) dapat mengalami oksidasi menjadi  $\text{V}^{5+}$  (0,68 Å) yang dapat bersenyawa dengan oksigen atau membentuk oksida. Hasil ini didukung oleh penelitian yang telah dilakukan oleh Sun (2008), dimana pengotor berupa  $\text{V}_2\text{O}_5$  muncul pada daerah  $2\theta(^{\circ})$ : 20°.

Atom vanadium mempunyai multivalensi  $V^{3+}$ ,  $V^{4+}$ , dan  $V^{5+}$ , sehingga dengan pemanasan suhu yang tinggi pada proses kalsinasi dapat menyebabkan perubahan valensi. Dalam penelitian ini diduga valensi  $V^{3+}$  dari  $V_2O_3$  berubah menjadi  $V^{5+}$  dari  $V_2O_5$ . West (2014) mengkonfirmasi bahwa doping yang ditambahkan memiliki valensi yang lebih kecil dari atom *host* ( $Ti^{4+}$ ), maka mekanisme substitusi yang terjadi adalah *vacancy* anion dan interstisi kation. Sedangkan jika valensi doping lebih besar dari atom *host*, maka terjadi *vacancy* kation dan interstisi anion. Hal ini menyebabkan perubahan parameter kisi kristal (cacat kristal) pada  $TiO_2$  yang mengakibatkan pergeseran puncak khas  $TiO_2$  anatase seperti ditampilkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pergeseran puncak difraksi sinar-X senyawa  $TiO_2$ -V pada  $2\theta(^{\circ})$ :  $25,29^{\circ}$

Penambahan dopan Vanadium (III) tidak mengakibatkan perubahan pola difraksi dan munculnya fasa rutil, namun menyebabkan pergeseran puncak difraksi. Dopan vanadium pada  $TiO_2$  menyebabkan pergeseran posisi puncak pada  $2\theta(^{\circ})$ :  $25,29^{\circ}$  yang

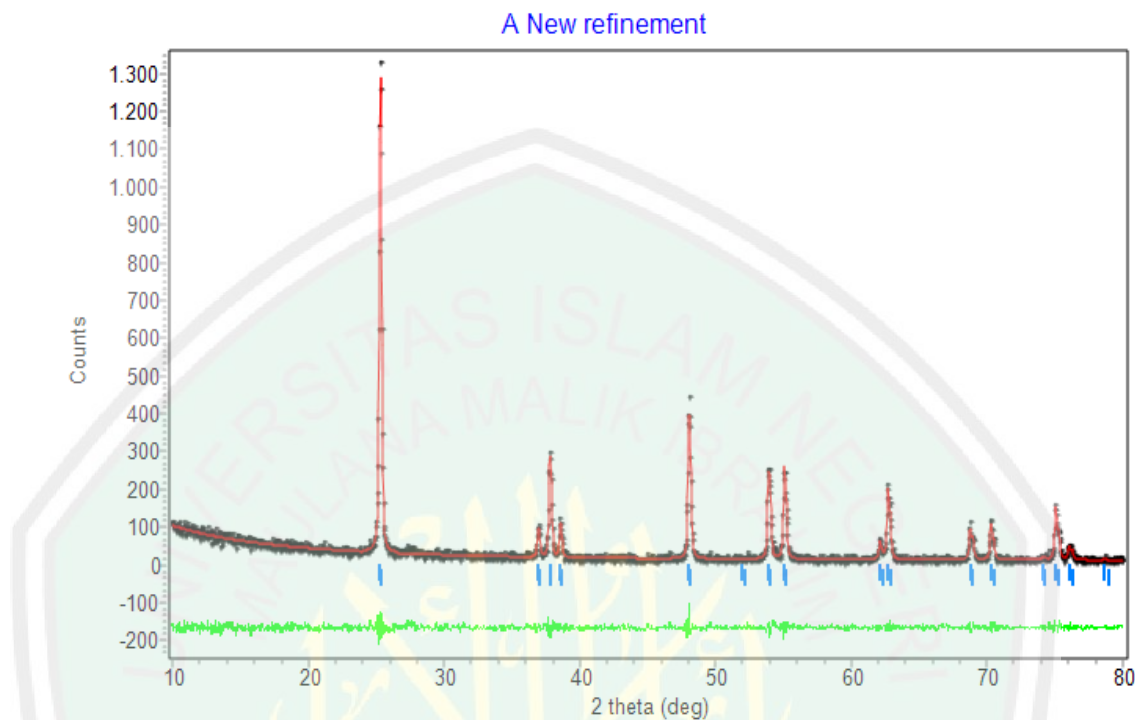
ditampilkan pada Gambar 4.3. Pergeseran puncak khas  $\text{TiO}_2$  mengindikasikan adanya perubahan parameter kisi kristal akibat dopan  $\text{V}^{3+}$  tersubstitusi ke dalam kisi  $\text{TiO}_2$  yang disebabkan selisih jari-jari ion antara  $\text{Ti}^{4+}$  (0,74 Å) dan  $\text{V}^{3+}$  (0,78 Å) adalah 5,4% (kurang dari 15%). Pergeseran dan kemiripan pola difraksi dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan mengindikasikan bahwa ion  $\text{V}^{3+}$  telah mengalami substitusi atau intertisi ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  menggantikan posisi  $\text{Ti}^{4+}$  sehingga ketika dikarakterisasi menggunakan XRD puncak milik vanadium tidak terdeteksi (Choi, dkk., 2009).

Substitusi terjadi jika selisih jari-jari ionik dari  $\text{Ti}^{4+}$  dan  $\text{V}^{3+}$  tidak lebih dari 15%. Karena jari-jari ionik  $\text{Ti}^{4+}$  adalah 0,74 Å dan  $\text{V}^{3+}$  adalah 0,78 Å (selisih 5,8%), maka dimungkinkan yang terjadi adalah substitusi  $\text{V}^{3+}$  ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  (West, 2014). Dari hasil analisis tersebut dapat diketahui bahwa penambahan dopan vanadium tidak mengakibatkan perubahan struktur kristal  $\text{TiO}_2$  anatas pada variasi konsentrasi vanadium 1-10% dan munculnya fasa baru berupa  $\text{V}_2\text{O}_5$  pada variasi konsentrasi vanadium 2,5% dan 10%. Fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  tersebut berasal dari dopan  $\text{V}_2\text{O}_3$  yang tidak bereaksi terhadap  $\text{TiO}_2$  dan mengalami oksidasi menjadi  $\text{V}_2\text{O}_5$ .

Data kristalografi senyawa hasil sintesis diperoleh dari proses *refinement* dengan metode *Le Bail* menggunakan program Rietica. *Refinement* adalah proses untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur fotokatalis akibat doping  $\text{V}^{3+}$  pada  $\text{TiO}_2$  anatas yang disintesis menggunakan metode reaksi keadaan padatan. Proses *refinement* menggunakan data standar  $\text{TiO}_2$  ICSD No. 9852 yang memiliki nilai parameter kisi  $a$  (Å) =  $b$  = 3,7842 Å,  $c$  = 9,5146 Å,  $Z$  = 4, sel satuan tetragonal dan volume sel satuan 136,25 dengan grup ruang  $I4_1/amd$ .

Hasil plot *refinement* untuk  $\text{TiO}_2$  tanpa doping ditunjukkan pada Gambar 4.4, sedangkan untuk variasi konsentrasi dopan vanadium (1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%) ditunjukkan pada Lampiran 4 dan hasil *refinement* dirangkum pada Tabel 4.1. Hasil

yang diperoleh dari proses *refinement* menunjukkan bahwa adanya dopan tidak berpengaruh terhadap perubahan struktur kristal maupun grup ruang.



Gambar 4.4 Plot hasil *refinement* senyawa  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan

Tabel 4.1 Data kristalografi  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$  dari proses *refinement* dengan metode *Le Bail*

Parameter	$\text{TiO}_2$	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 1%	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 2,5%	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 5%	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 7,5%	$\text{TiO}_2\text{-V}$ 10%
Grup Ruang	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$
Kisi Kristal	Tetra- gonal	Tetra- gonal	Tetra- gonal	Tetra- gonal	Tetra- gonal	Tetra- gonal
Unit Asimetrik (Z)	4	4	4	4	4	4
Volume Sel ( $\text{\AA}^3$ )	136,25	136,29	136,24	136,33	137,64	136,25
$a = b$ ( $\text{\AA}$ )	3,7848	3,7848	3,7840	3,7853	3,7994	3,7842
$c$ ( $\text{\AA}$ )	9,5146	9,5146	9,5146	9,5146	9,5349	9,5146
$R_p$ (%)	12,26	10,97	15,75	13,46	14,58	14,63
$R_{wp}$ (%)	8,56	6,38	11,61	10,51	12,33	11,79
$GoF$ ( $\chi^2$ )	0,8711	0,1811	0,3346	0,7755	0,9289	0,7082

Keterangan:  $I4_1/amd$  ( $I$  : jenis kisi *body center*,  $4_1$  : *screw rotation* (translasi  $\frac{1}{4}$  dan rotasi  $90^\circ$  pada bidang  $c$ ),  $a$  : *glide* (refleksi tegak lurus bidang  $c$  dan translasi  $\frac{1}{2}$  sejajar bidang  $a$  dan  $b$ ),  $m$  : bidang cermin,  $d$  : *glide* (refleksi tegak lurus bidang  $c$  dan translasi  $\frac{1}{4}$  sejajar bidang  $a$  dan  $b$ ).



Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan maupun  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium memiliki kecocokan yang baik dengan data standar  $\text{TiO}_2$  (ICSD 9852). Hal tersebut dapat dilihat dari nilai *goodness of fit* (GoF), residu profil ( $R_p = \text{residue profil}$ ) dan residu profil terboboti ( $R_{wp} = \text{residue weight profil}$ ) yang merupakan parameter kecocokan difraktogram sampel dengan standar menurut perhitungan *refinement* dimana nilai  $R_p$  dan  $R_{wp}$  dibawah 20% dan nilai GoF kurang dari 1,8 menunjukkan kecocokan difraktogram dengan standar dapat diterima (Hill dan Madsen, 1986).

Substitusi  $\text{Ti}^{4+}$  oleh  $\text{V}^{3+}$  akan meningkatkan unit sel dan volume kristal. Sedangkan penurunan unit sel dan volume kristal mengindikasikan bahwa vanadium yang masuk kedalam kation *host*  $\text{Ti}^{4+}$  dimungkinkan memiliki valensi yang lebih tinggi ( $\text{V}^{4+}$  atau  $\text{V}^{5+}$ ) (Khatun, dkk., 2016). Hal ini ditampilkan pada Tabel 4.1, dimana parameter kisi kristal pada konsentrasi vanadium 2,5% dan 10% mengalami penurunan akibat adanya pengotor berupa  $\text{V}^{5+}$  yang memiliki valensi lebih tinggi dari  $\text{Ti}^{4+}$ .

Tabel 4.2 Ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$

Material	Ukuran Kristal (nm)
$\text{TiO}_2$	47,35
$\text{TiO}_2\text{-V}$ 1%	59,18
$\text{TiO}_2\text{-V}$ 2,5%	59,10
$\text{TiO}_2\text{-V}$ 5%	59,22
$\text{TiO}_2\text{-V}$ 7,5%	59,39
$\text{TiO}_2\text{-V}$ 10%	59,02

Ukuran kristal senyawa  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$  diukur menggunakan persamaan *Debye-Schererr*. Contoh perhitungan ditampilkan pada Lampiran 5. Berdasarkan hasil perhitungan ukuran kristal pada Tabel 4.2 diperoleh bahwa penambahan konsentrasi dopan vanadium menyebabkan ukuran kristal yang semakin besar dengan selisih yang tidak signifikan pada variasi konsentrasi dopan vanadium. Hal ini menunjukkan bahwa

konsentrasi dopan vanadium tidak berpengaruh secara signifikan terhadap perubahan ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  anatas terdoping vanadium.

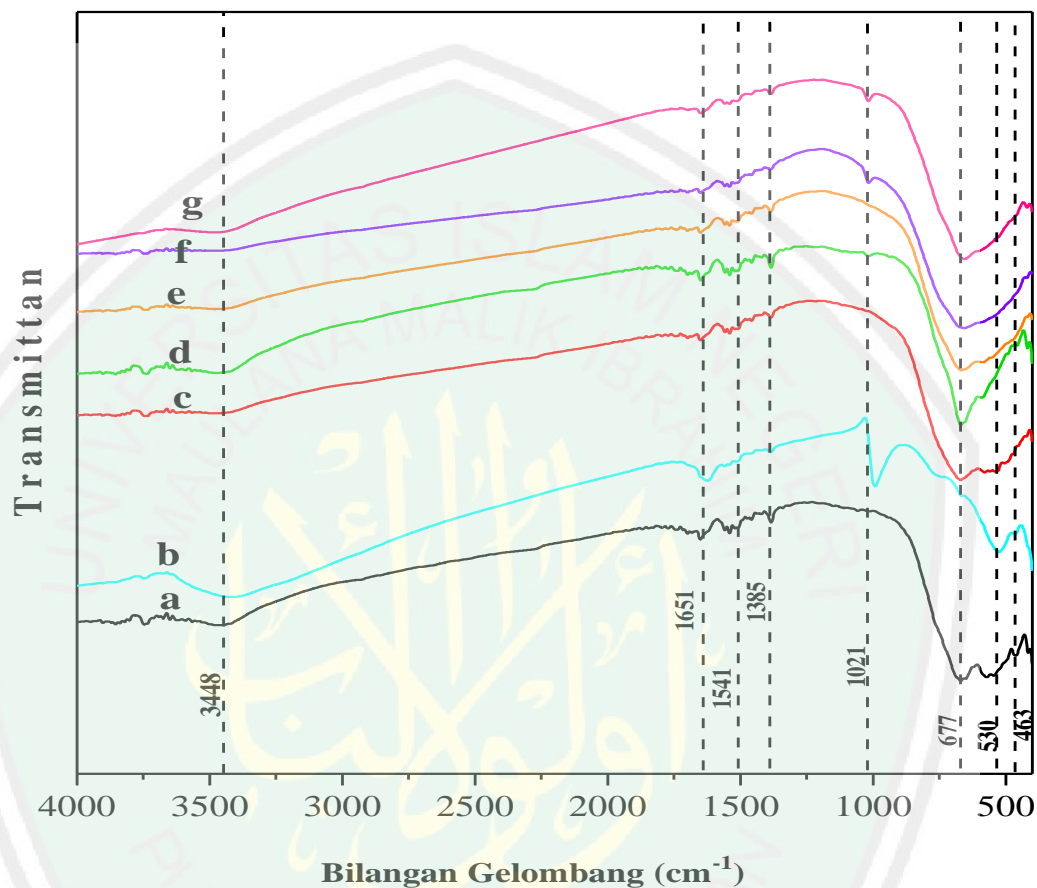
Penambahan ukuran kristal tersebut didukung oleh pergeseran yang terjadi pada puncak khas  $\text{TiO}_2$  anatas pada  $2\theta(^{\circ})$ :  $25,29^{\circ}$  seperti yang ditampilkan pada Gambar 4.3. Jika pergeseran mengarah ke  $2\theta(^{\circ})$  lebih kecil maka material memiliki ukuran kristal yang semakin besar. Begitu juga sebaliknya, jika pergeseran mengarah ke  $2\theta(^{\circ})$  lebih besar maka material yang terbentuk memiliki ukuran kristal yang semakin kecil. Hal ini didukung oleh penelitian yang telah dilakukan Zhang, dkk. (2010), dimana pergeseran puncak khas  $\text{TiO}_2$  ke arah  $2\theta(^{\circ})$  lebih besar mengindikasikan bahwa doping yang telah masuk ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  memiliki ukuran lebih kecil.

Dari hasil karakterisasi XRD yang dilakukan terhadap sampel  $\text{TiO}_2$  murni dan  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_3$  mengindikasikan bahwa doping telah berhasil dilakukan pada penelitian ini. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 4.2, dimana pola difraksi  $\text{TiO}_2$ -V pada semua variasi konsentrasi doping vanadium yang diberikan memiliki kemiripan pola difraksi dengan standar  $\text{TiO}_2$  anatas (ICSD 9852). Selain itu, keberhasilan proses doping dapat dilihat pada terjadinya pergeseran puncak khas  $\text{TiO}_2$  anatas pada  $2\theta(^{\circ})$ :  $25,29^{\circ}$ . Pergeseran tersebut menyebabkan perubahan ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium yang semakin besar, sehingga terjadi perubahan parameter kisi kristal  $\text{TiO}_2$ . Tetapi, perlakuan variasi konsentrasi doping vanadium tidak menunjukkan perubahan yang signifikan terhadap parameter kisi dan ukuran kristal  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium hasil sintesis.

#### **4.3 Karakterisasi Material Fotokatalis $\text{TiO}_2$ Terdoping Vanadium (III) menggunakan Spektroskopi Inframerah (IR)**

Karakterisasi spektroskopi inframerah (IR) bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi IR dari sampel  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan dan  $\text{TiO}_2$  terdoping Vanadium (III).

Pengukuran dilakukan pada rentang  $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ . Spektra IR senyawa  $\text{TiO}_2\text{-V}$  hasil sintesis ditampilkan pada Gambar 4.5 dan identifikasi modus vibrasi IR dirangkum pada Tabel 4.3.



Gambar 4.5 Spektra IR (a)  $\text{TiO}_2$ , (b)  $\text{V}_2\text{O}_3$ , (c)  $\text{TiO}_2\text{-V}$  1%, (d)  $\text{TiO}_2\text{-V}$  2,5%, (e)  $\text{TiO}_2\text{-V}$  5%, (f)  $\text{TiO}_2\text{-V}$  7,5%, (g)  $\text{TiO}_2\text{-V}$  10%

Berdasarkan spektra IR pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  telah terbentuk yang ditunjukkan dengan munculnya modus vibrasi khas Ti-O dan Ti-O-Ti pada rentang bilangan gelombang  $500\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  (Sim, dkk., 2017). Hasil ini didukung oleh munculnya modus vibrasi Ti-O-Ti yang muncul pada bilangan gelombang  $530\text{ cm}^{-1}$  dan Ti-O-O pada bilangan gelombang  $677\text{ cm}^{-1}$ . Penelitian terdahulu yang dilakukan oleh Kuisor, dkk. (2017) juga mengkonfirmasi bahwa modus vibrasi

Ti-O-Ti dan Ti-O-O secara berturut-turut muncul pada bilangan gelombang 570 dan 690  $\text{cm}^{-1}$ .

Tabel 4.3 Identifikasi Modus Vibrasi IR  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2\text{-V}$ , Dan  $\text{V}_2\text{O}_5$  (<sup>1</sup>Kuisor, dkk. (2017), <sup>2</sup>Sun, dkk. (2008), <sup>3</sup>Finnie, dkk. (2001), <sup>4</sup>Jaimy, dkk. (2012).

Bilangan Gelombang literatur ( $\text{cm}^{-1}$ )	Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Modus Vibrasi
570	530	Vibrasi ulur Ti-O-Ti <sup>1</sup>
690	677	Vibrasi Ti-O-O <sup>1</sup>
1022	1021	Vibrasi ulur V=O <sup>2</sup>
1350	1385	Vibrasi ulur simetris C=O <sup>3</sup>
1550	1541	Vibrasi ulur asimetris C=O <sup>3</sup>
1658	1651	Vibrasi Ulur H-O-H <sup>1</sup>
3440	3448	Vibrasi Ulur O-H <sup>4</sup>

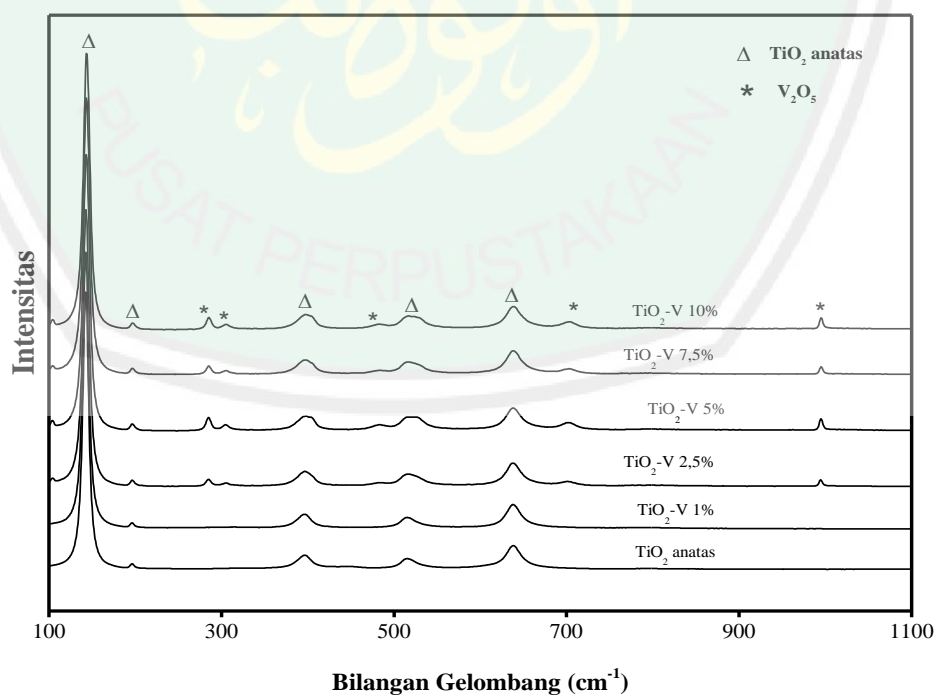
Modus vibrasi gugus hidroksil H-O-H dan vibrasi O-H terdeteksi pada bilangan gelombang 1651 (Kuisor, dkk., 2017) dan 3448  $\text{cm}^{-1}$  (Jaimy, dkk., 2012). Sedangkan modus vibrasi ulur asimetris dan simetris C=O terdeteksi pada bilangan gelombang 1385 dan 1541  $\text{cm}^{-1}$ . Penelitian yang dilakukan oleh Finnie (2001) mengkonfirmasi bahwa modus vibrasi C=O muncul pada bilangan gelombang 1350 dan 1550  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas yang sangat lemah.

Modus vibrasi vanadium ditemukan pada bilangan gelombang 1021  $\text{cm}^{-1}$  yang muncul pada konsentrasi vanadium 2,5; 7,5; dan 10% dengan intensitas yang lemah. Modus vibrasi tersebut merupakan modus vibrasi ulur V=O milik vanadium. Hasil tersebut didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Sun, dkk. (2008), dimana doping vanadium menyebabkan munculnya modus vibrasi milik vanadium V=O pada bilangan gelombang 1022  $\text{cm}^{-1}$  dengan intensitas yang lemah. Hal ini disebabkan karena vanadium mempunyai multivalensi  $\text{V}^{3+}$ ,  $\text{V}^{4+}$ , dan  $\text{V}^{5+}$ , sehingga dengan pemanasan suhu yang tinggi pada proses kalsinasi dapat menyebabkan perubahan valensi. Dalam penelitian ini diduga valensi  $\text{V}^{3+}$  dari  $\text{V}_2\text{O}_3$  berubah menjadi  $\text{V}^{5+}$  dari  $\text{V}_2\text{O}_5$ .

Hasil tersebut didukung dengan data XRD pada Gambar 4.2, dimana pada konsentrasi 2,5 dan 10% muncul puncak pengotor  $V_2O_5$  pada daerah  $2\theta(^{\circ})$ :  $20^{\circ}$ . Namun, puncak vanadium pada konsentrasi 7,5% dapat terdeteksi pada analisis IR dengan intensitas yang lemah. Hal ini mengindikasikan adanya pengotor vanadium pada konsentrasi vanadium 7,5%, tetapi memiliki intensitas yang lemah sehingga tidak terdeteksi pada data XRD.

#### 4.4 Karakterisasi Material Fotokatalis $TiO_2$ Terdoping Vanadium (III) menggunakan Spektroskopi Raman

Karakterisasi spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui modus vibrasi aktif raman pada senyawa  $TiO_2$  tanpa dopan dan  $TiO_2$  terdoping Vanadium (III). Spektra raman sampel ditampilkan pada Gambar 4.6 pada rentang bilangan gelombang  $100-1100\text{ cm}^{-1}$  dan Gambar 4.7 menunjukkan pergeseran puncak khas  $TiO_2$  anatas pada rentang panjang gelombang  $100-200\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 4.6 Spektra Raman  $TiO_2$  dan  $TiO_2$ -V pada rentang bilangan gelombang  $100-1100\text{ cm}^{-1}$

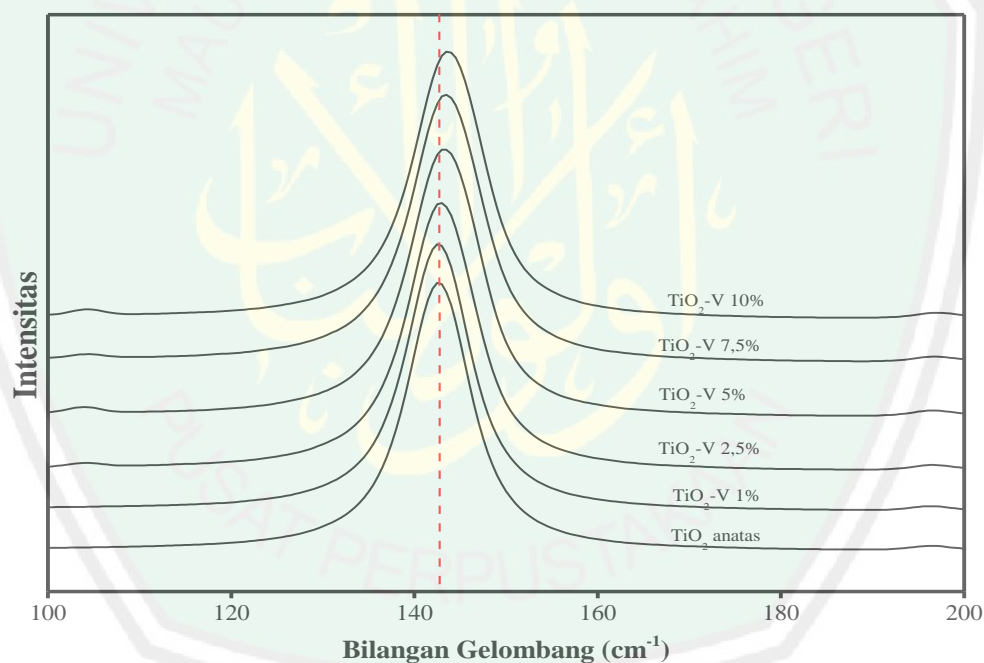
Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa senyawa TiO<sub>2</sub> yang terbentuk memiliki kemiripan pola spektra dengan TiO<sub>2</sub> anatas tanpa dopan vanadium. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa TiO<sub>2</sub> yang terbentuk memiliki fasa anatas. Namun, pada konsentrasi dopan vanadium 2,5% hingga 10% ditemukan puncak baru pada bilangan gelombang 285, 305, 484, 700, dan 994,5 cm<sup>-1</sup> yang cocok dengan pola spektra milik vanadium (V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) yang muncul pada bilangan gelombang 285, 301, 487, 701 dan 995 cm<sup>-1</sup> (Jaiswal, dkk., 2012 dan Sun, dkk., 2008). Hal ini mengindikasikan adanya pengotor V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> pada konsentrasi 2,5% hingga 10%. Hal ini dikonfirmasi oleh data XRD dan IR dimana pengotor V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> muncul pada konsentrasi vanadium 2,5 dan 10% dari data XRD dan pada konsentrasi vanadium 2,5 ; 7,5 dan 10% dari data IR. Sedangkan, dari data Raman dikonfirmasi bahwa pengotor V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> terdapat pada variasi 2,5% hingga 10%. Berdasarkan hal tersebut dapat dikatakan bahwa TiO<sub>2</sub> terdoping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hanya menghasilkan fasa TiO<sub>2</sub> anatas murni pada konsentrasi doping V<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1%.

Menurut Jaiswal, dkk. (2012), spektra Raman TiO<sub>2</sub> anatas teramati pada bilangan gelombang 144, 197, 399, 513, dan 639 cm<sup>-1</sup>. Secara berturut-turut menunjukkan modus vibrasi *E<sub>g</sub>*, *E<sub>g</sub>*, *B<sub>1g</sub>*, *A<sub>1g</sub>*, dan *E<sub>g</sub>*. Identifikasi jenis modus vibrasi Raman pada senyawa TiO<sub>2</sub> tanpa dopan dan TiO<sub>2</sub> terdoping Vanadium (III) dirangkum pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Identifikasi modus vibrasi Raman TiO<sub>2</sub> dan TiO<sub>2</sub>-V (<sup>1</sup>Jaiswal, dkk. (2012), <sup>2</sup>Sun, dkk. (2008))

Bilangan Gelombang literatur (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Modus Vibrasi
144, 197, 639	143, 196, 638	<i>E<sub>g</sub></i> (vibrasi ulur simetris O-Ti-O) <sup>1</sup>
399	397	<i>B<sub>1g</sub></i> (vibrasi tekuk simetris O-Ti-O) <sup>1</sup>
513	515	<i>A<sub>1g</sub></i> (vibrasi tekuk anti-simetris O-Ti-O) <sup>1</sup>
487	484	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> <sup>1</sup>
282, 301, 700, 995	285, 305, 701, 994,5	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> <sup>2</sup>

Pengaruh doping  $V_2O_3$  terhadap modulus vibrasi ulur O-Ti-O ( $144, 197, 399, 513,$  dan  $639 \text{ cm}^{-1}$ ) ditunjukkan pada Gambar 4.7. Berdasarkan Gambar 4.7, terjadi pergeseran posisi puncak modulus vibrasi ulur O-Ti-O yang bergeser ke arah bilangan gelombang lebih besar dengan meningkatnya konsentrasi doping vanadium. Pergeseran bilangan gelombang tersebut mengindikasikan energi vibrasinya menjadi semakin besar yang berhubungan dengan panjang ikatan yang semakin pendek. Hal ini dimungkinkan karena  $Ti^{4+}$  didoping dengan  $V^{5+}$  dimana  $V^{5+}$  mempunyai *ionic radii* yang lebih kecil dibandingkan dengan  $Ti^{4+}$ . Hal ini mengindikasikan bahwa doping yang masuk ke dalam kisi kristal  $TiO_2$  adalah  $V^{5+}$ .

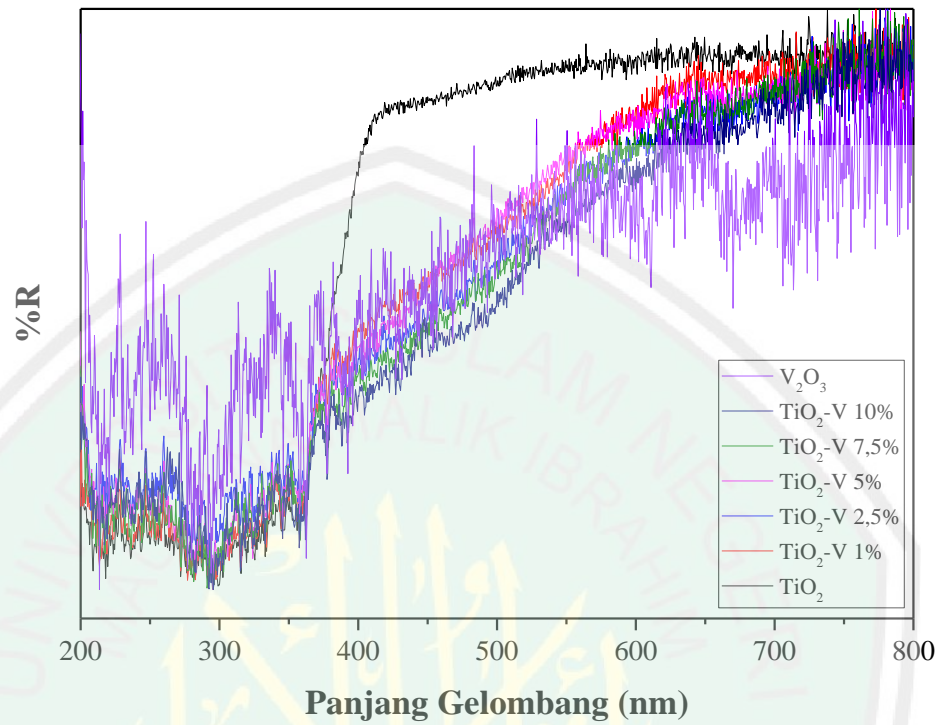


Gambar 4.7 Pergeseran spektra Raman khas  $TiO_2$  pada bilangan gelombang  $144 \text{ cm}^{-1}$

#### 4.5 Karakterisasi Material Fotokatalis $TiO_2$ Terdoping Vanadium (III) menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy* (DRS)

Karakterisasi menggunakan UV-Vis DRS bertujuan untuk mengetahui nilai energi celah pita hasil sintesis dan karakter serapan sinar pada daerah panjang gelombang UV maupun sinar tampak. Karakter serapan dari masing-masing sampel

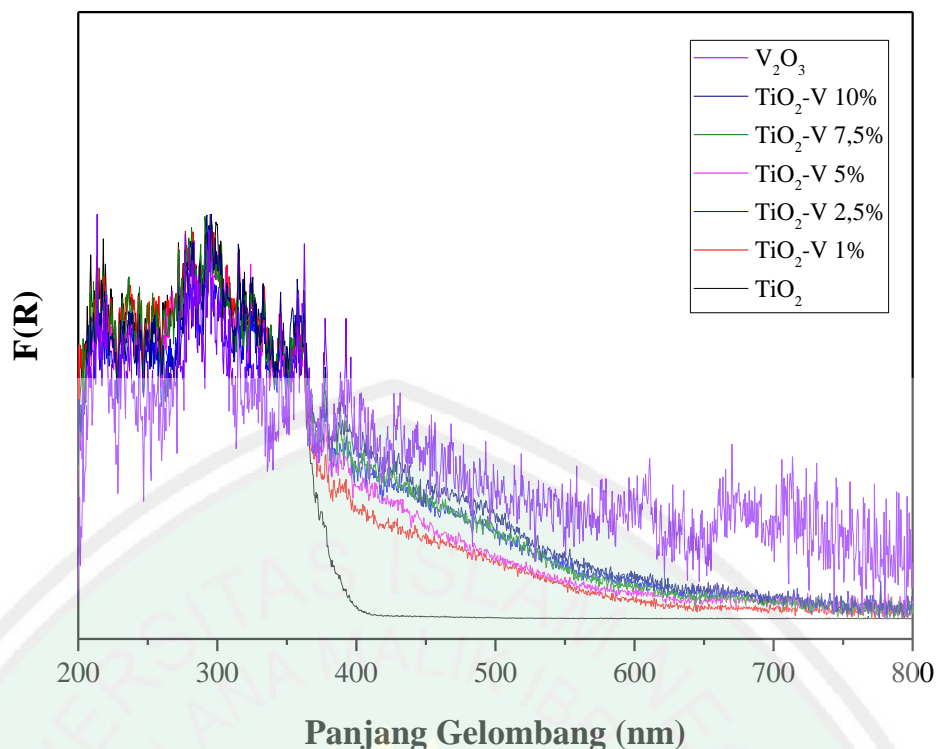
variasi konsentrasi dopan yang diukur terhadap nilai reflektansi ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Spektra DRS hubungan %R dengan panjang gelombang TiO<sub>2</sub> tanpa dopan dan TiO<sub>2</sub>-V dengan variasi konsentrasi dopan vanadium (III)

Berdasarkan Gambar 4.8, doping vanadium dapat mempengaruhi nilai reflektansi material TiO<sub>2</sub>. Dapat dilihat pada daerah UV, konsentrasi doping vanadium 1-10% menyebabkan nilai reflektansi yang saling berhimpit dan mengalami sedikit kenaikan intensitas reflektansi dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa doping. Perubahan yang signifikan pada nilai reflektansi teramati pada daerah *visible* dimana pada daerah tersebut terjadi penurunan nilai reflektansi pada material TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium jika dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> tanpa doping. Hal ini mengindikasikan bahwa doping vanadium lebih efektif meningkatkan potensi penyerapan sinar tampak material TiO<sub>2</sub> untuk proses fotokatalis. Potensi penyerapan sinar dapat dilihat dari nilai reflektansi yang ditampilkan pada Gambar 4.9.



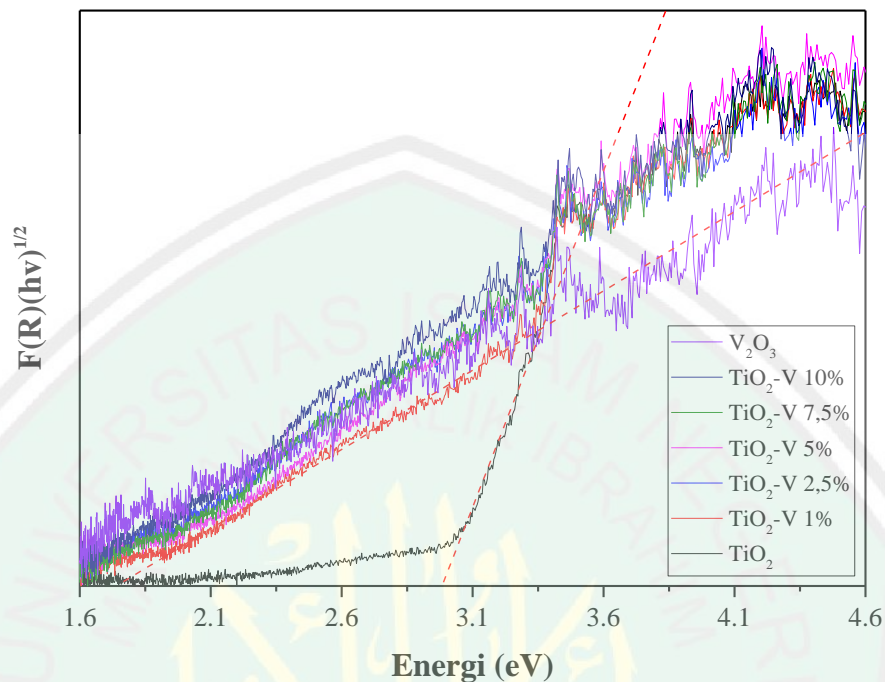


Gambar 4.9 Spektra DRS hubungan  $F(R)$  dengan panjang gelombang  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan dengan  $\text{TiO}_2\text{-V}$  dengan variasi konsentrasi dopan vanadium

Doping vanadium dapat mempengaruhi material  $\text{TiO}_2$  terhadap koefisien absorpsi. Perubahan yang signifikan pada koefisien absorpsi teramati pada daerah *visible* dimana pada daerah tersebut terjadi peningkatan koefisien absorpsi pada material  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium jika dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa doping vanadium. Dapat dilihat pada Gambar 4.9, penambahan konsentrasi dopan vanadium menunjukkan koefisien absorpsi bergeser semakin ke daerah *visible*. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan vanadium dapat menyebabkan material  $\text{TiO}_2$  yang disintesis memiliki efektivitas penyerapan sinar tampak lebih tinggi dibandingkan material  $\text{TiO}_2$  tanpa doping vanadium.

Pengaruh ada dan tidaknya dopan juga dapat diketahui melalui energi celah pita yang diperoleh dari olah data persen reflektansi UV-Vis DRS menggunakan persamaan Kubelka Munk. Hubungan antara  $(FR*hv)^{1/2}$  dengan energi foton ( $hv$ ) ditampilkan pada Gambar 4.10. Perhitungan energi celah pita dan panjang gelombang ditampilkan pada

Lampiran 7, sedangkan hasil perhitungan energi celah pita dan panjang gelombang dirangkum pada Tabel 4.5.



Gambar 4.10 Spektra DRS energi celah pita  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$  dengan variasi konsentrasi vanadium

Tabel 4.5 Nilai energi celah pita  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan dan  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium

Material	Energi Celah Pita (eV)
$\text{TiO}_2$	3,05
$\text{TiO}_2\text{-V 1\%}$	1,71
$\text{TiO}_2\text{-V 2,5\%}$	1,66
$\text{TiO}_2\text{-V 5\%}$	1,73
$\text{TiO}_2\text{-V 7,5\%}$	1,68
$\text{TiO}_2\text{-V 10\%}$	1,66

Berdasarkan Tabel 4.5, terjadi penurunan energi celah pita untuk material  $\text{TiO}_2\text{-V}$  dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  tanpa doping. Nilai energi celah pita  $\text{TiO}_2$  tanpa doping vanadium umumnya sebesar 3,2 eV dan mampu menyerap cahaya pada panjang gelombang 365 nm (Wang, dkk., 2004). Energi celah pita yang semakin kecil menyebabkan material fotokatalis dapat mengalami eksitasi elektron pada energi yang lebih rendah atau pada panjang gelombang yang lebih besar.

Penurunan energi celah pita  $\text{TiO}_2\text{-V}$  disebabkan oleh substitusi  $\text{Ti}^{4+}$  oleh  $\text{V}^{3+}$  sehingga terjadi cacat kristal. Cacat kristal ini disebabkan munculnya kekosongan oksigen (*vacancy oxygen*) akibat perbedaan valensi  $\text{V}^{3+}$  dengan  $\text{Ti}^{4+}$ . Kuznetsov dan Serpone (2006) menjelaskan bahwa spektrum serapan sinar dari  $\text{TiO}_2$  yang didoping agar mempunyai aktivitas di daerah sinar tampak kemungkinan berasal dari cacat karena terjadinya kekosongan oksigen. Oleh karena itu, besarnya tingkat energi baru di antara pita valensi dan pita konduksi akibat adanya pengotor dan kekosongan oksigen oleh doping logam (vanadium) sangat mempengaruhi penyerapan cahaya yang diamati pada sampel  $\text{TiO}_2\text{-V}$  hasil sintesis.

Berdasarkan hasil perhitungan energi celah pita yang ditampilkan pada Tabel 4.5, menunjukkan penurunan nilai energi celah pita yang fluktuatif pada kenaikan konsentrasi doping  $\text{V}_2\text{O}_3$ . Hasil tersebut didukung dengan data XRD pada Gambar 4.3 dimana pada  $\text{TiO}_2\text{-V}$  2,5 dan 10% terdeteksi pengotor berupa  $\text{V}_2\text{O}_5$ . Sedangkan pada data IR, muncul pengotor vanadium pada  $\text{TiO}_2\text{-V}$  2,5 ; 7,5 dan 10%. Data Raman juga menunjukkan fasa pengotor pada  $\text{TiO}_2\text{-V}$  2,5 hingga 10%.

Adanya pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  dapat disebabkan karena adanya sebagian  $\text{V}^{3+}$  dari  $\text{V}_2\text{O}_3$  yang tidak berdifusi ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  dan mengalami oksidasi menjadi  $\text{V}_2\text{O}_5$  pada saat proses kalsinasi dalam kondisi atmosfer. Besarnya konsentrasi fasa pengotor  $\text{V}_2\text{O}_5$  tersebut tidak linier dengan besarnya konsentrasi doping  $\text{V}_2\text{O}_3$  yang ditambahkan. Hal ini juga mengindikasikan bahwa jumlah dopan  $\text{V}^{3+}$  yang terdistribusi ke dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  juga tidak linear dengan peningkatan jumlah dopan yang ditambahkan dari konsentrasi 2,5 hingga 10%, sehingga menghasilkan penurunan energi celah pita yang fluktuatif.

$\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_3$  pada konsentrasi 1; 2,5; 5; 7,5 dan 10% menghasilkan energi celah pita 1,71; 1,66; 1,73; 1,68 dan 1,66 dan sebanding dengan serapan sinar pada panjang gelombang 725,63; 747,48; 717,24; 738,58 dan 747,48 nm. Hal ini

menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_3$  dapat menyerap foton pada daerah sinar tampak. Hasil tersebut didukung oleh penelitian yang telah dilakukan Takle, dkk. (2018) yang mensintesis  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium pada konsentrasi 1% hingga 5% dan menunjukkan penurunan energi celah pita  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium sebesar 1,79 eV hingga 1,69 eV. Penurunan energi celah pita ini disebabkan adanya ion  $\text{V}^{3+}$  dan  $\text{V}^{5+}$  dalam kisi kristal  $\text{TiO}_2$  dan mengindikasikan adanya eksitasi elektron dari orbital  $3d$  vanadium ke pita konduksi  $\text{TiO}_2$  (Takle, dkk., 2018).

Berdasarkan hasil yang diperoleh, energi minimum yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron pada material  $\text{TiO}_2\text{-V}$  adalah sebesar 1,73 eV atau sebanding dengan panjang gelombang 717,24 nm. Sedangkan energi minimum yang dibutuhkan untuk eksitasi elektron pada material  $\text{TiO}_2$  tanpa doping vanadium adalah sebesar 3,05 eV atau sebanding dengan panjang gelombang 406,83 nm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_3$  pada penelitian ini dapat memperbaiki aktifitas fotokatalis material  $\text{TiO}_2$  pada daerah sinar tampak.

#### **4.6 Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam**

Titanium dioksida merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang sangat bermanfaat. Modifikasi material fotokatalis  $\text{TiO}_2$  yang dilakukan agar dapat aktif oleh cahaya tampak merupakan salah satu bentuk berpikir manusia terhadap ciptaan Allah SWT. Material fotokatalis ini sangat berguna bagi kesejahteraan lingkungan makhluk hidup. Perlindungan lingkungan adalah salah satu bentuk konservasi bagi kesejahteraan lingkungan yang merupakan tujuan tertinggi syari'ah (Abdullah,2010). Al Quran sebagai sumber ajaran Islam banyak mengungkapkan isu-isu lingkungan. Muhammad Shomali (2009) dalam Abdullah (2010) menyatakan bahwa terdapat lebih dari 750 ayat di dalam Al-qur'an yang terkait dengan alam, seperti penggunaan fenomena alam, tumbuhan dan hewan sebagai nama surah (al-Fajr, al-Anfal, dan at-Tin) dan

penyebutan komponen-komponen lingkungan (al-Ma' : air, as Sama' : langit, al Ardh : bumi). Hal ini menunjukkan bahwa al-Quran peduli pada masalah perlindungan lingkungan sebagai tempat pengagungan kepada Allah SWT dengan menjaga kelestarian lingkungan dari bahaya pencemaran limbah industri seperti limbah zat warna.

Berbagai metode telah banyak dilakukan oleh peneliti untuk meminimalkan cemaran limbah industri tersebut terhadap lingkungan. Salah satu metode yang sedang dikembangkan sekarang adalah metode fotokatalisis yang memanfaatkan sinar matahari untuk mendegradasi cemaran limbah zat warna tersebut menjadi zat-zat yang lebih sederhana dengan menggunakan semikonduktor sebagai material katalis (Andhari dan Wardhani, 2014). Indonesia merupakan negara yang mendapatkan pancaran sinar matahari hampir merata sepanjang tahun, hal ini membuka peluang pemanfaatan teknik fotokatalisis sebagai metode penguraian limbah zat warna tersebut.

Mengolah limbah agar lebih aman bagi lingkungan merupakan suatu bentuk tindakan manusia sebagai *khalifatullah fi al'ardh* atau wakil Allah SWT yang ditugaskan untuk menjaga, melindungi, mengelola dan memanfaatkannya demi kemaslahatan manusia serta makhluk hidup lainnya. Surat Fathir (35): 39 menegaskan posisi manusia sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* terkait masalah lingkungan.

هُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ فِي الْأَرْضِ ۖ فَمَنْ كَفَرَ فَعَلَيْهِ كُفْرُهُ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرَهُمْ إِلَّا مَقْتًا ۖ وَلَا يَزِيدُ الْكَافِرِينَ كُفْرَهُمْ إِلَّا خَسَارًا ﴿٣٩﴾

*Artinya :*

*“Dia-lah yang menjadikan kamu khalifah-khalifah di muka bumi. Barangsiapa yang kafir, maka (akibat) kekafirannya menimpa dirinya sendiri. Dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kemurkaan pada sisi Tuhannya dan kekafiran orang-orang yang kafir itu tidak lain hanyalah akan menambah kerugian mereka belaka” (Q.S Fathir (35) : 39).*

Berdasarkan hasil pada penelitian ini, material  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk memiliki energi celah pita yang semakin kecil dengan bertambahnya jumlah doping vanadium yang ditambahkan. Selain itu, penambahan jumlah doping vanadium yang semakin besar menyebabkan pergeseran daerah serapan sinar ke arah sinar tampak. Hal ini mengindikasikan bahwa material  $\text{TiO}_2$  hasil sintesis pada penelitian ini dapat digunakan sebagai material fotokatalis dalam upaya mengurangi bahaya limbah zat warna terhadap lingkungan. Intensitas matahari di Indonesia yang melimpah sangat mendukung pemanfaatan metode fotokatalisis ini sebagai salah satu bentuk upaya manusia menjalankan tugasnya sebagai *khalifatullah fi al 'ardh* dalam menjaga lingkungan.



## BAB V PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat ditarik beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Material fotokatalis TiO<sub>2</sub> terdoping vanadium (III) konsentrasi 0; 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10% berhasil disintesis dengan grup ruang  $I4_1/amd$ . Doping vanadium menyebabkan perubahan ukuran kristal TiO<sub>2</sub> dan kristalinitas.
2. Doping vanadium menyebabkan munculnya modus vibrasi IR khas Ti-O-O dan Ti-O-Ti pada bilangan gelombang 530 dan 677 cm<sup>-1</sup>. Modus vibrasi IR pengotor vanadium ditemukan dengan intensitas rendah pada bilangan gelombang 1021 cm<sup>-1</sup> yang merupakan modus vibrasi ulur V=O milik vanadium.
3. Modus vibrasi Raman khas TiO<sub>2</sub> anatas terdeteksi pada rentang bilangan gelombang 144-639 cm<sup>-1</sup> dan terjadi pergeseran modus vibrasi Raman khas TiO<sub>2</sub> anatas pada bilangan gelombang 144 cm<sup>-1</sup>. Sedangkan modus vibrasi Raman pengotor V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> muncul pada konsentrasi vanadium 2,5 hingga 10%.
4. Data DRS menunjukkan TiO<sub>2</sub> yang terdoping vanadium memiliki efektivitas penyerapan sinar tampak lebih tinggi dibandingkan material TiO<sub>2</sub> tanpa doping vanadium. Nilai energi celah pita paling kecil yaitu sebesar 1,66 eV yang setara dengan panjang gelombang 747,48 nm pada TiO<sub>2</sub>-V 2,5 dan 10%.

### 5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian maka penulis menyarankan bahwa diperlukan dilakukan analisis menggunakan instrumen XPS untuk mengetahui muatan valensi vanadium yang masuk ke dalam kisi kristal TiO<sub>2</sub>.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. 2010. *Al Quran & Konservasi Lingkungan Argumen Konservasi Lingkungan sebagai Tujuan Tertinggi Syari'ah*. Jakarta : Dian Rakyat.
- Andhari., dan Wardhani. 2014. Fotokatalis TiO<sub>2</sub>-Zeolit Untuk Degradasi Metilen Biru. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya.
- Bulushev, D. A., Liubov, K.M., Vladimir I.Z., dan Albert, R. 2000. Formation of Active Sites for Selective Toluene Oxidation during catalyst Synthesis via Solid-State Reaction of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> with TiO<sub>2</sub>. *Journal of Catalysis*, 193: 145– 153.
- Choi, J., Park, H., dan Hoffmann, M.R. 2009. Combinatorial Doping of TiO<sub>2</sub> with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Materials Research*, 25(3): 149-158.
- Choi, J. 2010. Development of visible-light-active Photocatalyst for hydrogen production and Environmental application. *Thesis*. California: California Institute of Technology.
- Diebold, U. 2003. The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Report*, 48: 53-229.
- Finnie, K. S., Cassidy, D.J., Bartlett, J.R., dan Woolfrey, J.L. 2001. IR Spectroscopy of Surface Water and Hydroxyl Species on Nanocrystalline TiO<sub>2</sub> Films. *Langmuir*, 17: 816–820.
- Fujishima, A., dan Nakata, K. 2012. TiO<sub>2</sub> Photocatalyst. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry*, 13(3): 169-189.
- Gratzel, M., 2003. Review: Dye-Sensitized Solar Cells. *Journal Of Photochemistry and Photobiology. Photochemistry Reviews*, 4: 145-153.
- Haber, J., Machej, T., Serwicka, E. M., dan Wachs, I. E. 1995. Mechanism of Surface Spreading in Vanadia-Titania System. *Catalysis Letter*, 32(1-2): 101-114.
- Hill, R. J., dan Madsen, I. 1986. The Effect of Profile Step Width On The Determination of Crystal Structure Parameters and Estimated Standard by X-ray Rietveld Analysis. *Journal Application Crystal*, 19: 10-18.
- Idayati, E., dan Hamzah, F. 2008. *Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit La<sub>1-x</sub>Sr<sub>x</sub>CoO<sub>3-δ</sub> dari Tiga Variasi Metode (Sol-Gel, Solid State, Kopresipitasi)*. Surabaya: Jurusan Kimia FMIPA ITS.



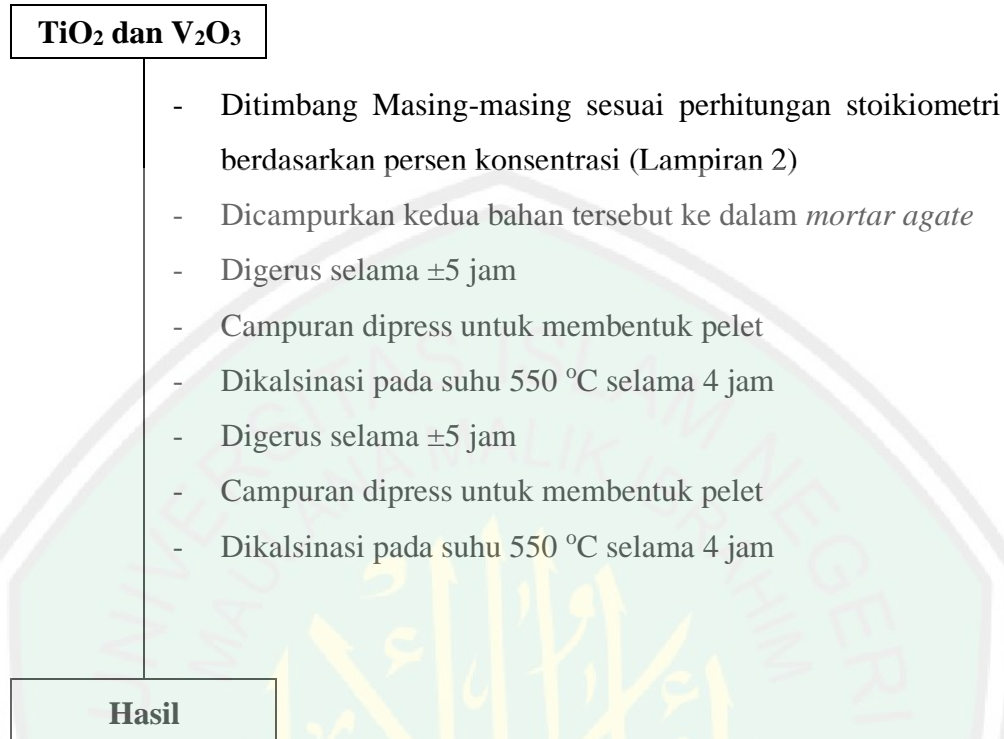
- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam Struktur, Sintesis dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.
- Istighfarini, V. N. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Gabungan  $\text{SrTiO}_3$  dan  $\text{Sr}_2\text{TiO}_4$  sebagai Material Fotokatalis. *Tesis*. Jurusan Kimia. ITB
- Jaimy, K. B., Ghosh, S., dan Warriar, K.G. 2012. Enhanced visible light activity of nano-titanium dioxide doped with multiple ions: Effect of crystal defects. *Journal of Solid State Chemistry*, 196: 465–470.
- Jaiswal, R., Patel, N., Kothari, D.C., dan Miotello, A. 2012. Improved visible light photocatalytic activity of  $\text{TiO}_2$  Co-doped with Vanadium and Nitrogen. *Applied Catalysis B: Environmental*, 126: 47– 54.
- Khatun, N., Rini, E.G., Shirage, P., Rajput, P., Jha, S.N., dan Sen, S. 2016. Effect of Lattice Distortion On Bandgap Decrement Due to Vanadium Substitution in  $\text{TiO}_2$  Nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 50: 7-13.
- Khatun, N., Anita., Rajput, P., Bhattacharya, D., Jha, S.N., Biring, S., dan Sen, S. 2017. Anatase to Rutile Phase Transition Promoted by Vanadium Substitution in  $\text{TiO}_2$ : a structural, vibrational and optoelectronic study. *Ceramic International*.
- Kolmakov, A., dan Moskovits, M. 2004. Chemical Sensing and Catalysis by one dimensional metal- oxide Nanostructures. *Annual Reviews of Material Research*, 34: 151-80.
- Kong, F.T., Dai, S.Y., dan Wang, K.J. 2007. *Review of Recent Progress in Dye Sensitized Solar Cells*, 2007(75384): 1-13.
- Kubacka, A., Garcia, M. F., dan Colon, G. 2008. Nanostructured Ti–M mixed-metal oxides: Toward a visible light-driven photocatalyst. *Journal of Catalysis*, 254: 272–284.
- Kuisor, A., Banas, J., Trenczek-Zajac, A., Zubrzycka, P., Micek-Ilnicka, A., dan Radecka, M. 2017. Structural Properties of  $\text{TiO}_2$  Nanomaterials. *Journal of Molecular Structure*.
- Kuznetsov, V.N., dan Serpone, N. 2006. Visible Light Absorption by Various Titanium Dioxide Specimens. *Journal of Physics Chemistry B*, 110: 25203.
- Lestari, D.N. 2009. Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped  $\text{TiO}_2$  dengan Metode Sol-Gel menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Linsebigier, A.L., Lu, G. dan Yates, John T. 1995. Photocatalysis on  $\text{TiO}_2$  Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chemical Reviews*, 95(3): 735-758.

- Liu, Y., Chen, X., Li, J., dan Burdha, C. 2005. Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Nitrogen doped TiO<sub>2</sub> Nanocatalys. *Chemosphere*, 61: 11- 18.
- Mansour, H., Bargougui, R., Gadri, A., dan Ammar, S. 2017. Co-precipitation synthesis of V-doped titania: influence of vanadium concentration on the structural and optical properties. *Journal of Material Sciences: Mater Electron*, 28: 1852-1858.
- Maulina, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (V) dengan Metode Reaksi Padatan Sonikasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maliki Malang.
- Mustofa, K. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>) Anatas Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Reaksi Padatan. *Skripsi*. Malang: Fakultas Saintek, UIN Malang.
- Natawidha, C. N. V. 2012. Degradasi Limbah Deterjen (Senyawa Linear Alkilbenzena Sulfonat) dengan Fotokatalis Komposit Berbasis TiO<sub>2</sub> dan Batu Apung. *Skripsi*. Depok: Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UI.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Metilen Biru dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO<sub>2</sub>. *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Ren, F., Li, H., Wang, Y., dan Yang, J. 2015. Enhanced photocatalytic oxidation of propylene over V-doped TiO<sub>2</sub> photocatalyst: Reaction mechanism between V<sup>5+</sup> and single-electron-trapped oxygen vacancy. *Applied Catalyst B: Environmental*, 176: 160-172.
- Ross, J. R. H. 2012. *Heterogeneous Catalysis: Fundamentals and Applications*. Belanda : Elsevier.
- Sellapan, R. 2013. *Mechanisms of Enhanced Activity of Model TiO<sub>2</sub>/Carbon and TiO<sub>2</sub>/Metal Nanocomposite Photocatalysts*. Gotebrog: Department of Applied Physics Chalmers University, Gotebrog, Sweden.
- Shaohong, Z., Juan, F., Qiucheng, S., Liangpeng, W., dan Xinjun, L. 2016. In Situ Characterization On Thermal transitions Of VO<sub>2</sub>(B): Toward VO<sub>2</sub>(R) and V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Rare Metal Materials and Engineering*. 45(6): 1374-1380.
- Shen, W.J., Sun, K.W., dan Lee, C.S. 2011. Electrical characterization and Raman spectroscopy of individual vanadium pentoxide nanowire. *Journal Nanoparticle Research*, 13: 4929-4936.
- Sim, L. C., Tan, W. H., Leong, K. H., Bashir, M. J. K., Saravanan, P., dan Surib, N. A. 2017. Mechanistic Characteristic of Surface Modified Organic Semiconductor g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Nanotubes Alloyed with Titania. *Materials*.
- Slamet., S, R., dan Danumulyo, W. 2003. Pengolahan Limbah Logam Berat Chromium(VI) dengan Fotokatalis TiO<sub>2</sub>. *Makara, Teknologi*, 7(1).

- Srinivasan, C., dan Somasundaram, N. 2003. Bactericidal and Detoxification of Irradiated Semiconductor Catalyst, TiO<sub>2</sub>. *Current Science*, 85(10): 1431- 1438.
- Sun, Q., Fu, Y., Liu, J., Auroux, A., dan Shen, J. 2008. Structural, acidic and redox properties of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-TiO<sub>2</sub>-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> catalysts. *Applied Catalyst A: General*, 334: 26-34.
- Takle, S. P., Naik, S. D., Khore, S. K., Ohwal, S. A., Bhujbal, N. M., Landge, S. L., Kale, B. B., dan Sonawane, R. S. 2018. Photodegradation of Spent Wash, A Sugar industry Waste, Using Vanadium-doped TiO<sub>2</sub> Nanoparticles. *The Royal Society of Chemistry*. 8: 20394-20405.
- Thuy, N. M., Van, D. Q., dan Hai, L. T. H. 2012. The Visible Light Activity of the TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>: V<sup>4+</sup> Photocatalyst. *Journal of Nanomaterials and Nanotechnology*, 2: 14. Vietnam.
- Wang, R., Xin, J.H., Yang, Y., Liu, H., Xu, L., dan Hu, J. 2004. The Characteristics and Photocatalytic Activities of Silver Doped ZnO Nanocrystallites. *Applied Surface Science*, 227(1-4): 312-317.
- Wang, L., dan Egerton, T. 2012. The Effect of Transition Metal on the Optical Properties and Photoactivity of Nano-Particulate Titanium Dioxide. *Journal of Materials Science Research*, 1(4): 19-27.
- West, A. R. 2014. *Solid State Chemistry and Its Applications*. Chichester: John Wiley and Sons.
- Yang, X., Ma, F., Li, K., Guo, Y., Hu, J., Li, W., Huo, M., dan Guo, Y. 2010. Mixed phase titania nanocomposite codoped with metallic silver and vanadium oxide: New efficient photocatalyst for dye degradation. *Journal of Hazardous Material*, 175: 429-438.
- Zaleska, A. 2008. Doped-TiO<sub>2</sub>: A Review. *Recent Patents on Engineering*, 2(3): 157-164.
- Zhang, Z., Shao, C., Zhang, L., Li, X., dan Liu, Y. 2010. Electrospun nanofibers of V-doped TiO<sub>2</sub> with High Photocatalytic Activity. *Journal of Colloid and Interface Science*. 351: 57-62.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Diagram Alir



## Lampiran 2. Perhitungan Prekursor

Mr TiO <sub>2</sub>	: 79,855 gr/mol
Ar Ti	: 47,867 gr/mol
Mr V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	: 149,884 gr/mol
Ar V	: 50,942 gr/mol
Target Sintesis	: 2 gr

### 1. TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) 1%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,99 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,99}\text{V}_{0,01}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times 2 \text{ gr} \\ &= \frac{0,99 \times 47,867}{(0,99 \times 47,867) + (0,01 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{79,855}{47,867} \times 2 \text{ gr} \\ &= 1,9790 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_3 &= \frac{0,01 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,99}\text{V}_{0,01}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{2 \times \text{Ar V}} \times 2 \text{ gr} \\ &= \frac{0,01 \times 50,942}{(0,99 \times 47,867) + (0,01 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{149,884}{2 \times 50,942} \times 2 \text{ gr} \\ &= 0,0190 \text{ gram} \end{aligned}$$

### 2. TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) 2,5%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,975 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,975}\text{V}_{0,025}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times 2 \text{ gr} \\ &= \frac{0,975 \times 47,867}{(0,975 \times 47,867) + (0,025 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{79,855}{47,867} \times 2 \text{ gr} \\ &= 1,9480 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_3 &= \frac{0,025 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,975}\text{V}_{0,025}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{2 \times \text{Ar V}} \times 2 \text{ gr} \\ &= \frac{0,025 \times 50,942}{(0,975 \times 47,867) + (0,025 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{149,884}{2 \times 50,942} \times 2 \text{ gr} \\ &= 0,0470 \text{ gram} \end{aligned}$$

### 3. TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) 5%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,95 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,95}\text{V}_{0,05}\text{O}_2} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times 2 \text{ gr} \\ &= \frac{0,95 \times 47,867}{(0,95 \times 47,867) + (0,05 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{79,855}{47,867} \times 2 \text{ gr} \\ &= 1,9020 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,05 \times \text{Ar } V}{\text{Mr } Ti_{0,95}V_{0,05}O_2} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar } V} \times 2 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,05 \times 50,942}{(0,95 \times 47,867) + (0,05 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{149,884}{2 \times 50,942} \times 2 \text{ gr} \\
 &= 0,0941 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

#### 4. TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) 7,5%

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } TiO_2 &= \frac{0,925 \times \text{Ar } Ti}{\text{Mr } Ti_{0,925}V_{0,075}O_2} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar } Ti} \times 2 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,925 \times 47,867}{(0,925 \times 47,867) + (0,075 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{79,855}{47,867} \times 2 \text{ gr} \\
 &= 1,8451 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,075 \times \text{Ar } V}{\text{Mr } Ti_{0,925}V_{0,075}O_2} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar } V} \times 2 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,075 \times 50,942}{(0,925 \times 47,867) + (0,075 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{149,884}{2 \times 50,942} \times 2 \text{ gr} \\
 &= 0,1403 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

#### 5. TiO<sub>2</sub> Terdoping Vanadium (III) 10%

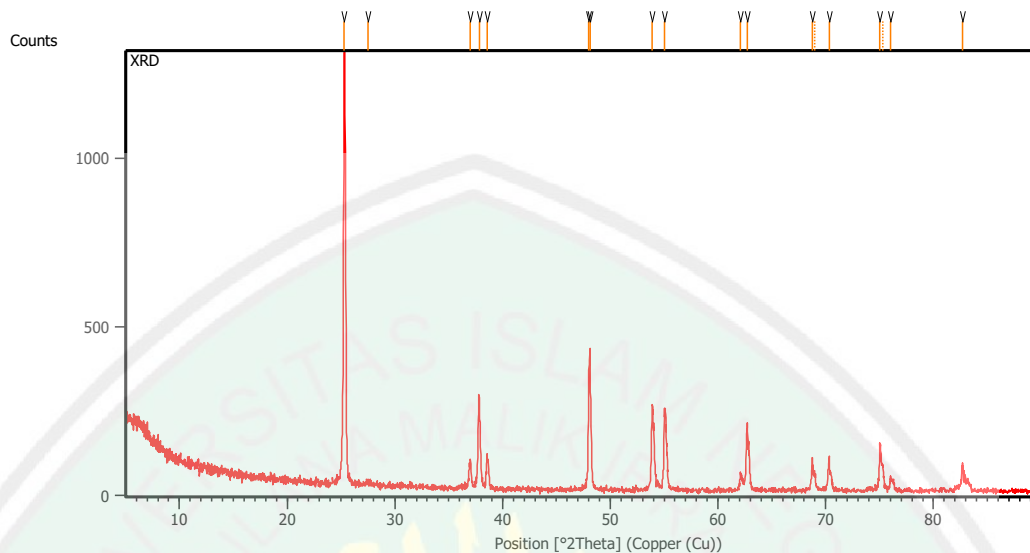
$$\begin{aligned}
 \text{Massa } TiO_2 &= \frac{0,90 \times \text{Ar } Ti}{\text{Mr } Ti_{0,9}V_{0,1}O_2} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar } Ti} \times 2 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,90 \times 47,867}{(0,90 \times 47,867) + (0,1 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{79,855}{47,867} \times 2 \text{ gr} \\
 &= 1,7930 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,1 \times \text{Ar } V}{\text{Mr } Ti_{0,9}V_{0,1}O_2} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar } V} \times 2 \text{ gr} \\
 &= \frac{0,1 \times 50,942}{(0,90 \times 47,867) + (0,1 \times 50,942) + (2 \times 16)} \times \frac{149,884}{2 \times 50,942} \times 2 \text{ gr} \\
 &= 0,1870 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

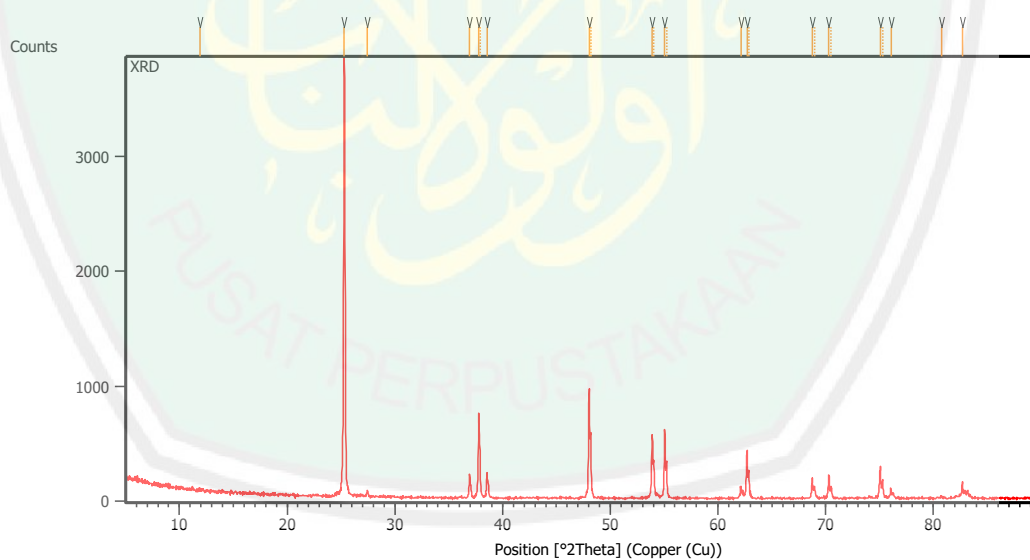
### Lampiran 3. Hasil Karakterisasi XRD

Dataset Name	XRD
Comment	Configuration = Reflection-Transmission Sp Goniometer = PW3050/60 (Theta/Theta); Mini
Measurement Date / Time	12/13/2018 10:54:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	5.0084
End Position [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	89.9744
Step Size [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	Yes

### L.3.1 Pola Difraksi Sinar-X Senyawa $\text{TiO}_2$ dan $\text{TiO}_2$ Terdoping Vanadium (III) Konsentrasi 1; 2,5; 5; 7,5; dan 10%

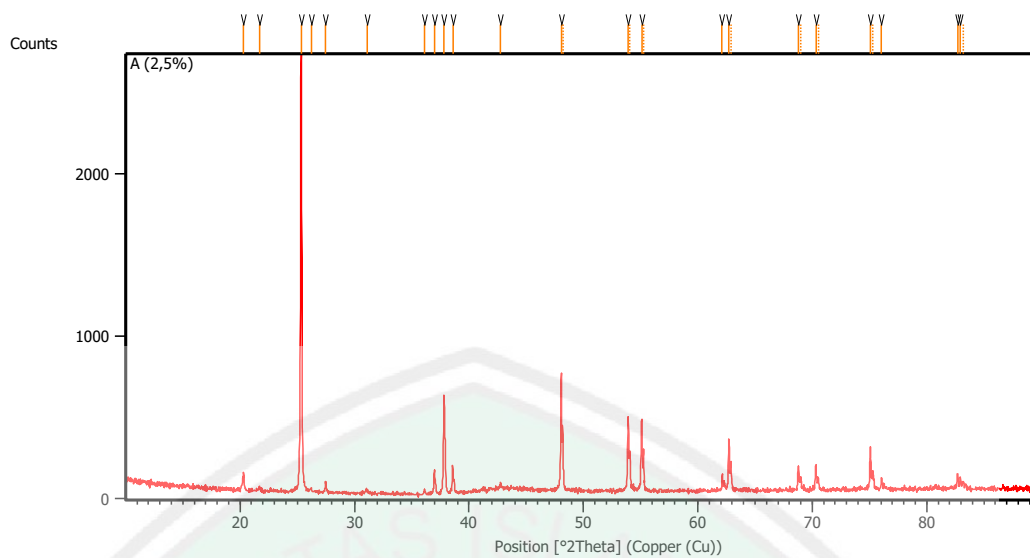
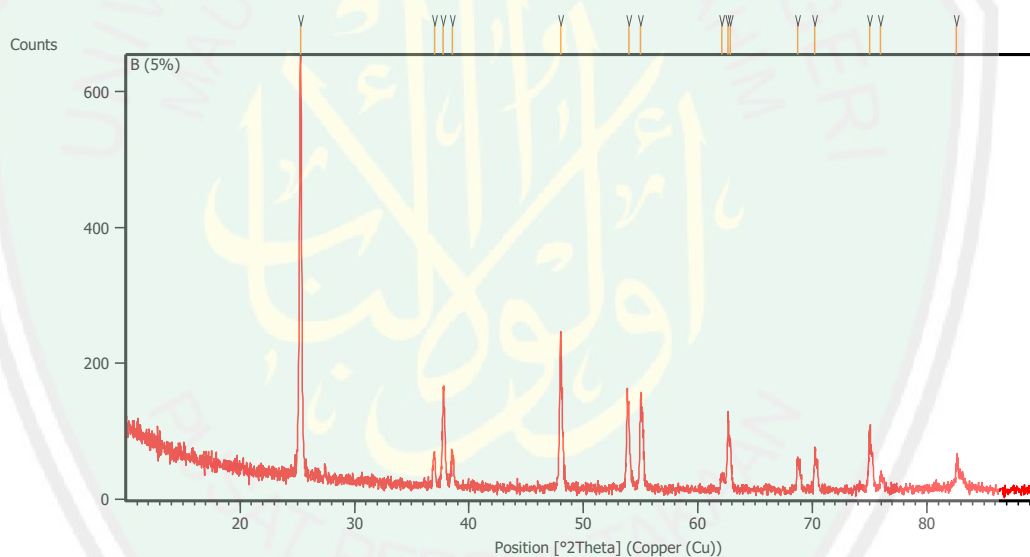


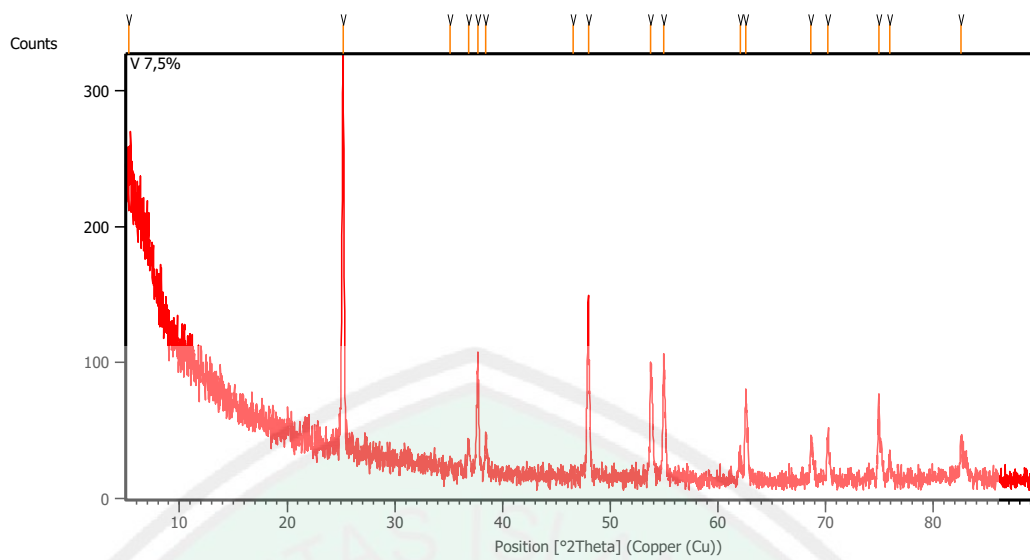
Gambar L.3.1 Difraktogram XRD  $\text{TiO}_2$  tanpa dopan



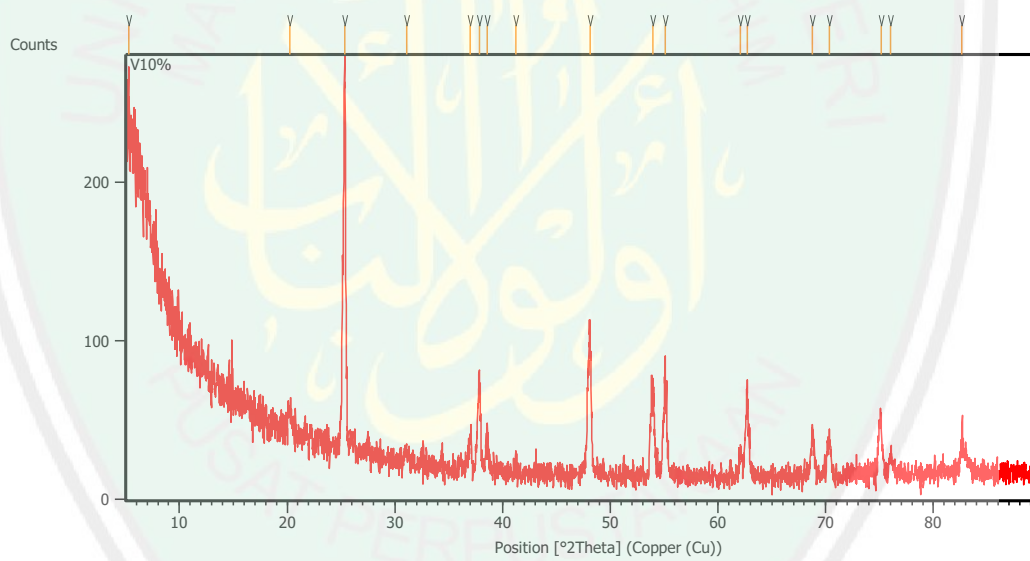
Gambar L.3.2 Difraktogram XRD  $\text{TiO}_2$ -V 1%



Gambar L.3.3 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>-V 2,5%Gambar L.3.4 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>-V 5%



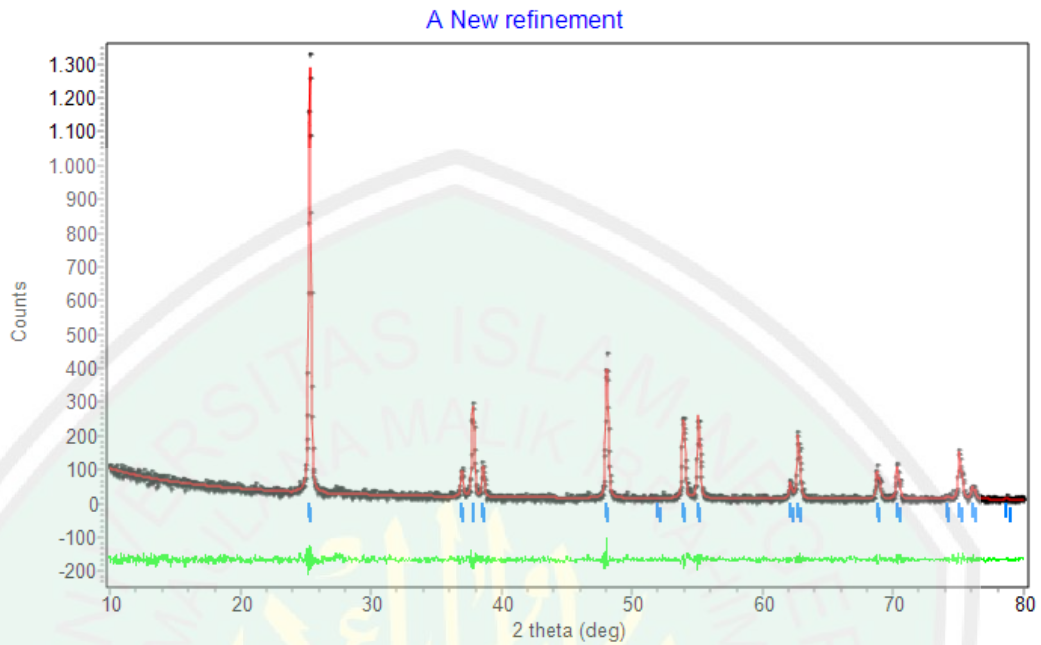
Gambar L.3.5 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>-V 7,5%



Gambar L.3.6 Difraktogram XRD TiO<sub>2</sub>-V 10%

## Lampiran 4. Penentuan Parameter Kisi dengan Metode *Le Bail* Program Rietica

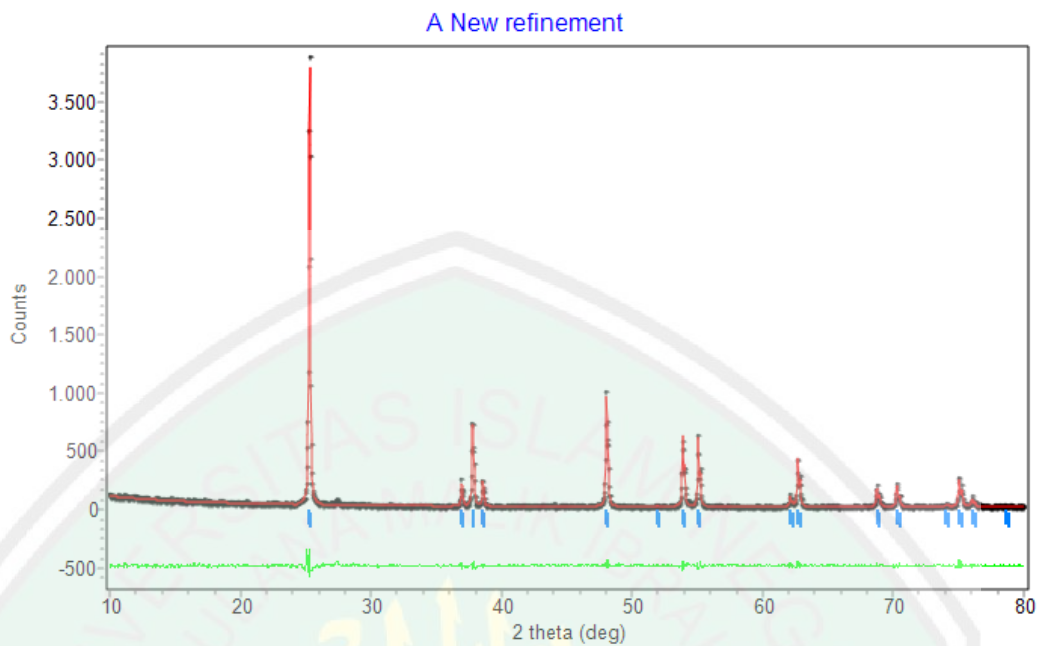
### L.4.1 TiO<sub>2</sub> tanpa dopan



CELL PARAMETERS = 3.784438 -0.000001 0.000147  
 3.784438 -0.000001 0.000147  
 9.513229 0.000001 0.000484  
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000 CELL  
 VOLUME = 136.248169 0.010209

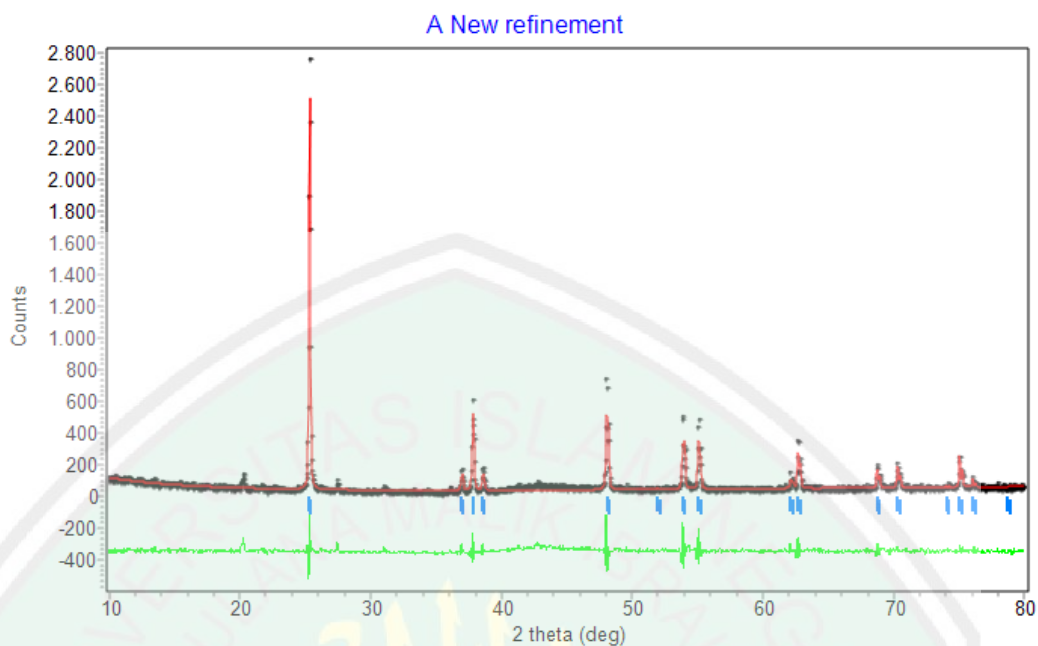
-----+  
 Rp | Rwp | GOF

-----+  
 12.26 | 8.56 | 0.8711E-01 |

L.4.2 TiO<sub>2</sub>-V 1%

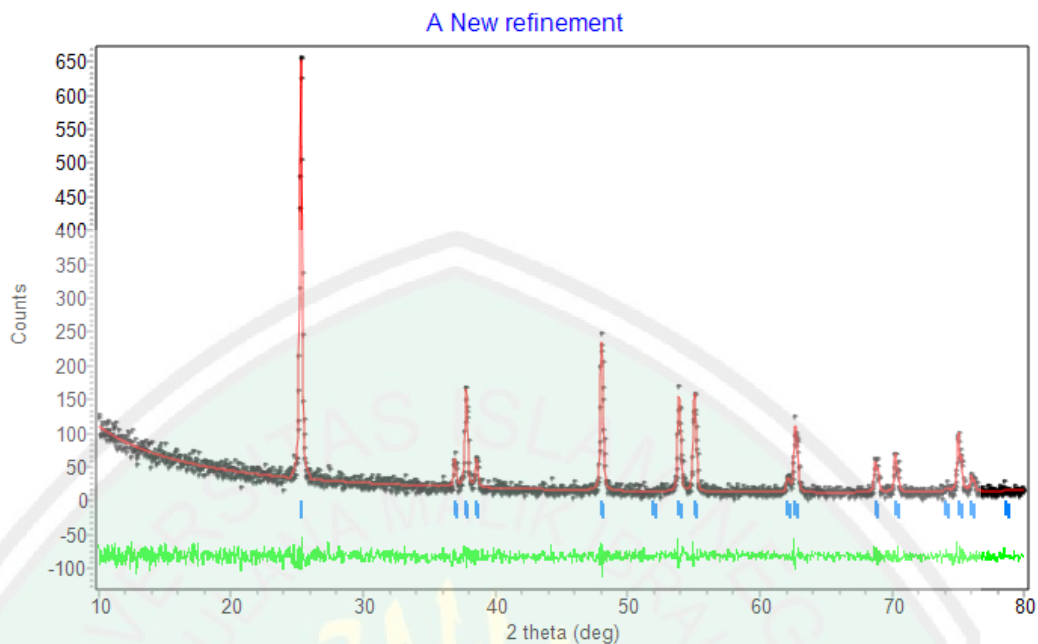
CELL PARAMETERS = 3.784779 -0.000000 0.000072  
 3.784779 0.000000 0.000072  
 9.514600 0.000000 0.000000  
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000 CELL  
 VOLUME = 136.292358 0.003691

+-----+   Rp   Rwp   GOF   +-----+
10.97   6.38   0.1811E+00

L.4.3 TiO<sub>2</sub>-V 2,5%

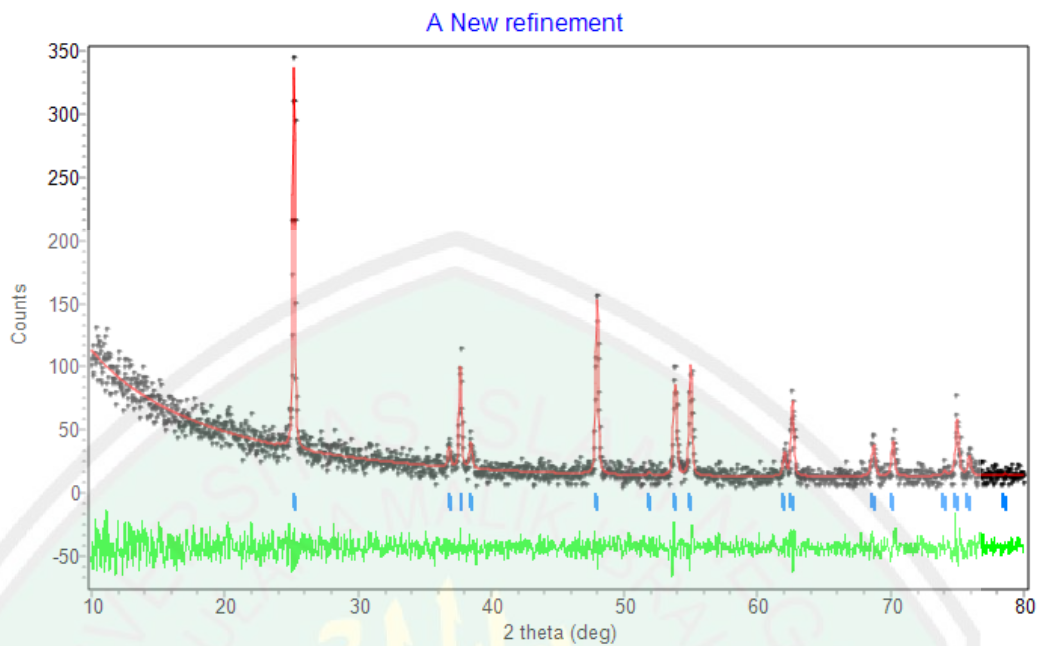
CELL PARAMETERS = 3.784002 0.001304 0.000148  
 = 3.784002 0.001304 0.000148  
 = 9.514599 0.000000 0.000000  
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000  
 CELL VOLUME = 136.236389 0.007554

+-----+   Rp   Rwp   GOF   +-----+
15.75   11.61   0.3346E+00

L.4.4 TiO<sub>2</sub>-V 5%

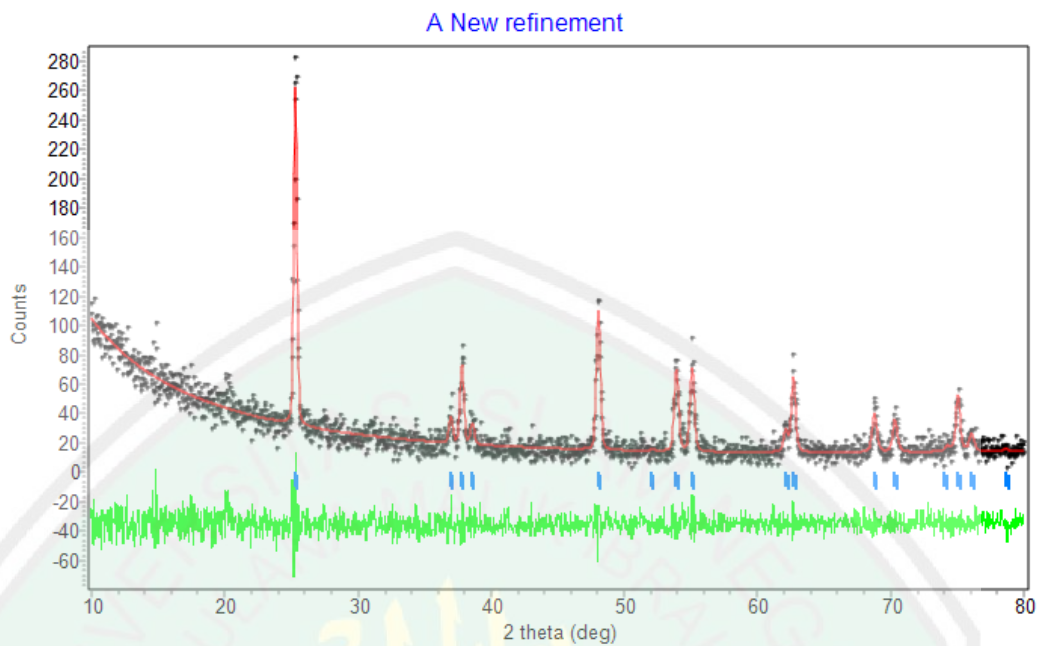
CELL PARAMETERS = 3.785267 0.000005 0.000168  
 = 3.785267 0.000005 0.000168  
 = 9.514600 0.000000 0.000000  
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000  
 CELL VOLUME = 136.327499 0.008548

-----+-----+  
 | Rp | Rwp | GOF |  
 -----+-----+  
 | 13.46 | 10.51 | 0.7755E-01 |

L.4.5 TiO<sub>2</sub>-V 7,5%

CELL PARAMETERS = 3.799418 0.000000 0.000463  
 3.799418 0.000000 0.000463  
 9.534949 0.000001 0.001764  
 RECIPROCAL CELL = 0.263 0.263 0.105 90.000 90.000 90.000  
 CELL VOLUME = 137.642532 0.034806

-----+  
 | Rp | Rwp | GOF |  
 -----+  
 | 14.58 | 12.33 | 0.9289E-01 |

L.4.6TiO<sub>2</sub>-V 10%

CELL PARAMETERS = 3.784200 0.000000 0.000000  
 3.784200 0.000000 0.000000  
 9.514600 0.000000 0.000000  
 RECIPROCAL CELL = 0.264 0.264 0.105 90.000 90.000 90.000  
 CELL VOLUME = 136.250687 0.000000

-----+  
 | Rp | Rwp | GOF |  
 -----+  
 | 14.63 | 11.79 | 0.7082E-01 |



### Lampiran 5. Contoh Perhitungan Ukuran Kristal TiO<sub>2</sub> Hasil Sintesis

Perhitungan *crystallite size* dapat menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Data-data untuk perhitungan *crystallite size* TiO<sub>2</sub> tanpa dopan adalah :

$\lambda$	: 1,54056
K $\alpha$	: 0,9
FWHM	: 0.1673
$\beta$ (FWHM)	: 0.002918456
$2\theta$	: 25.2924
$\theta$	: 12.6462
Cos $\theta$	: 0.996815326

Sehingga *crystallite size* yang diperoleh adalah :

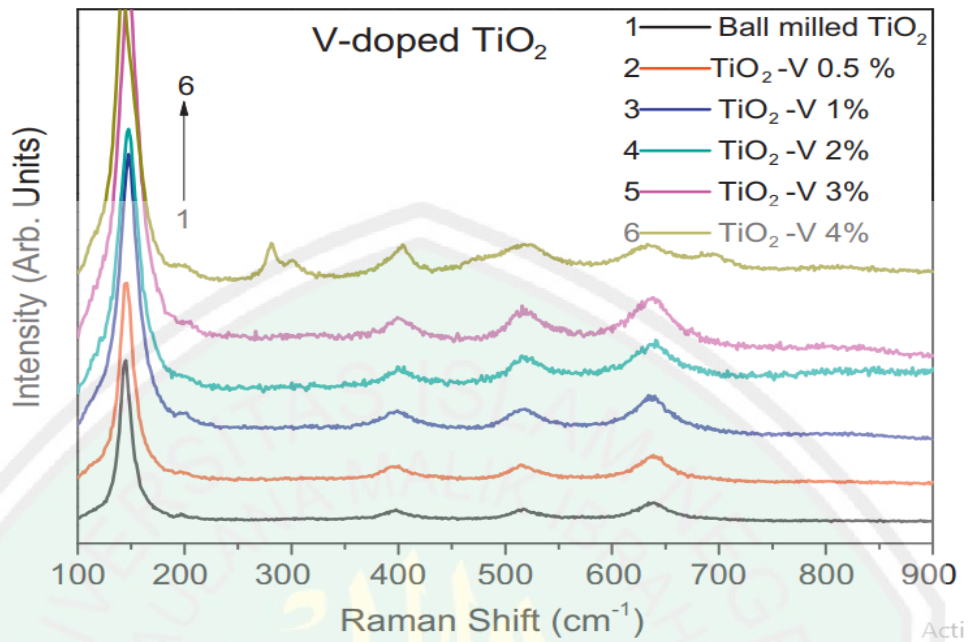
$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1,54056}{0.002918456 \times 0.996815326} = 47,35 \text{ nm}$$

Perhitungan *crystallite size* senyawa lain dilakukan dengan cara yang sama. Hasil pengukuran *crystallite size* dirangkum pada Tabel L.5.1.

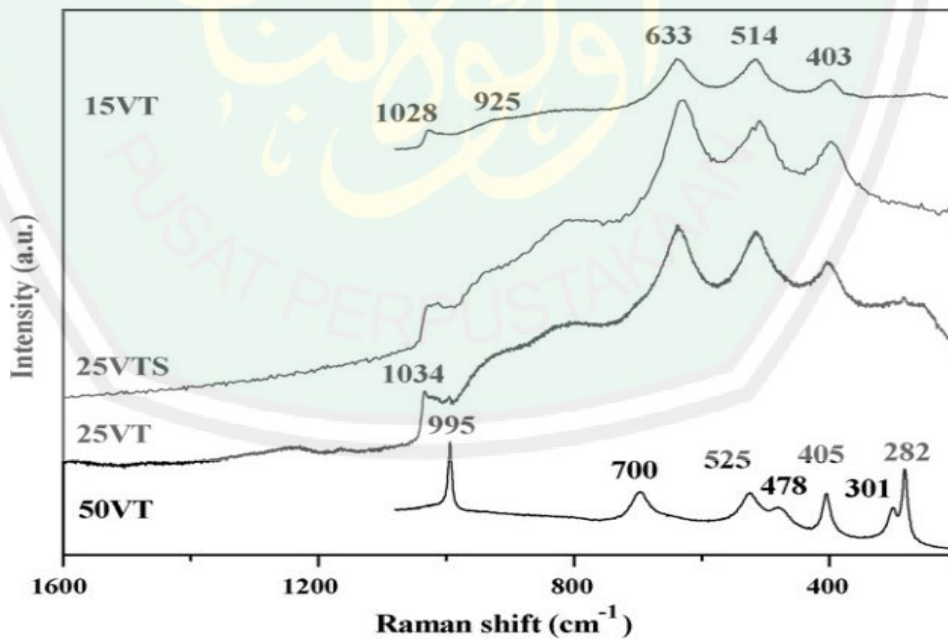
Tabel L.5.1 Hasil perhitungan ukuran kristal TiO<sub>2</sub>-V hasil sintesis

Material	Crystallite Size (nm)
TiO <sub>2</sub> tanpa dopan	47,35
TiO <sub>2</sub> -V 1%	59,18
TiO <sub>2</sub> -V 2,5%	59,10
TiO <sub>2</sub> -V 5%	59,22
TiO <sub>2</sub> -V 7,5%	59,39
TiO <sub>2</sub> -V 10%	59,02

### Lampiran 6 Spektra Raman $\text{TiO}_2$ Terdoping $\text{V}_2\text{O}_5$

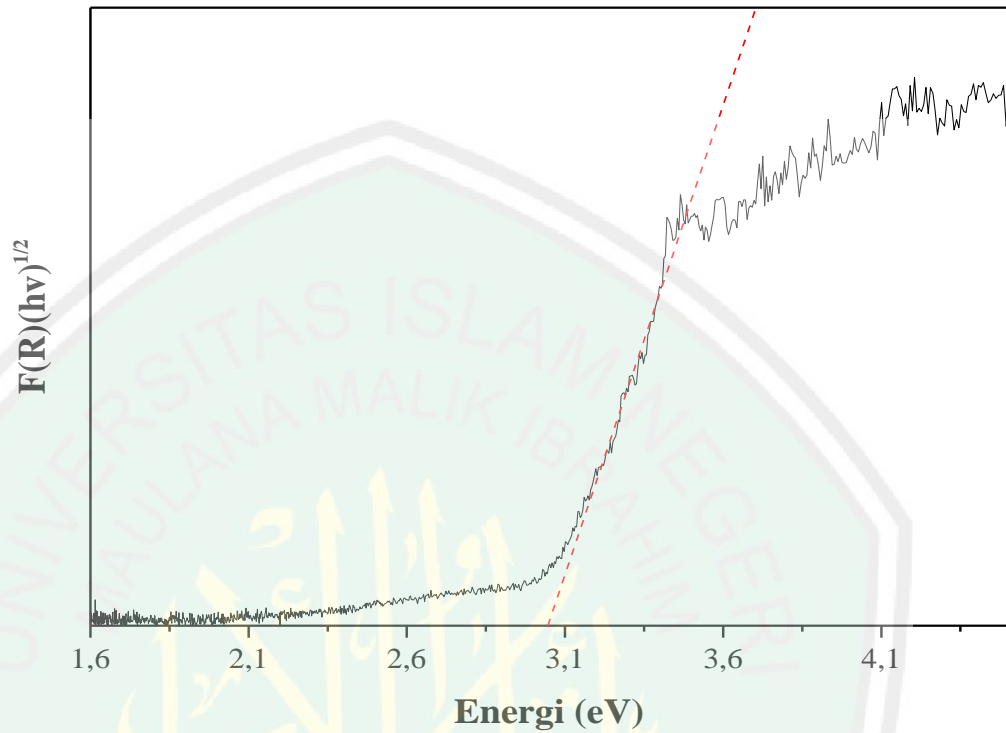


Gambar L.6.1 Spektra Raman  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_5$



Gambar L.6.2 Spektra Raman  $\text{TiO}_2$  terdoping  $\text{V}_2\text{O}_5$

**Lampiran 7. Perhitungan Energi Celah Pita dan Panjang Gelombang**  
**L.7.1 TiO<sub>2</sub> Tanpa Dopan**



Gambar L.7.1 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub> tanpa dopan

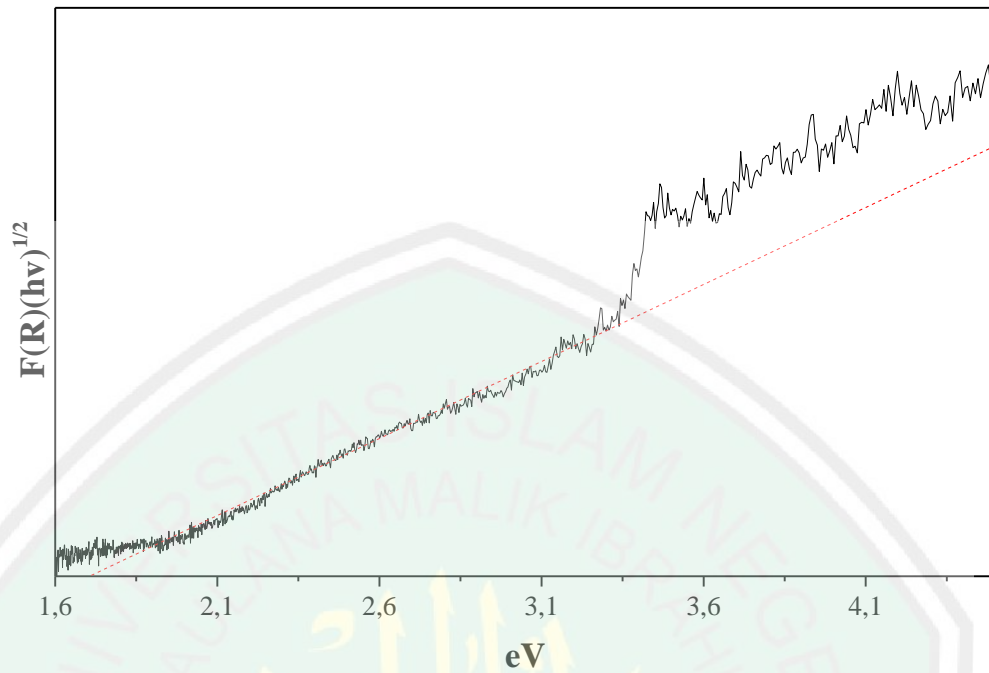
Diketahui :

$$E_g = 3,05 \text{ eV}$$

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

Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{3,05 \text{ eV}} = 406,83 \text{ nm}$$

L.7.2 TiO<sub>2</sub>-V 1%Gambar L.7.2 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub>-V 1%

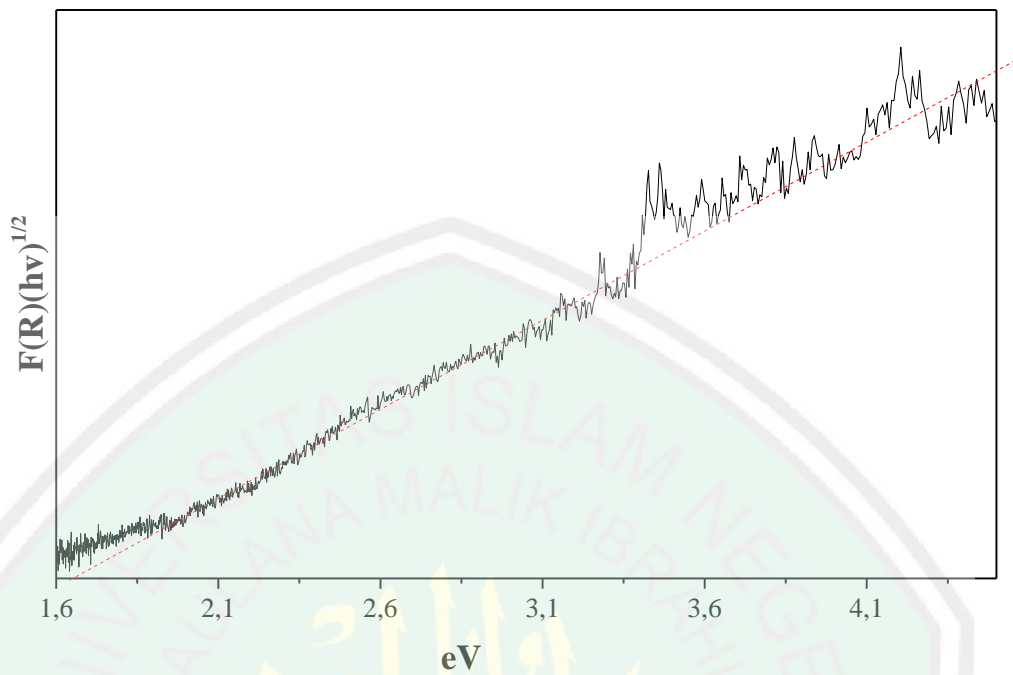
Diketahui :  
 $E_g = 1,71 \text{ eV}$

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

Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{1,71 \text{ eV}} = 725,63 \text{ nm}$$

### L.7.3 TiO<sub>2</sub>-V 2,5%



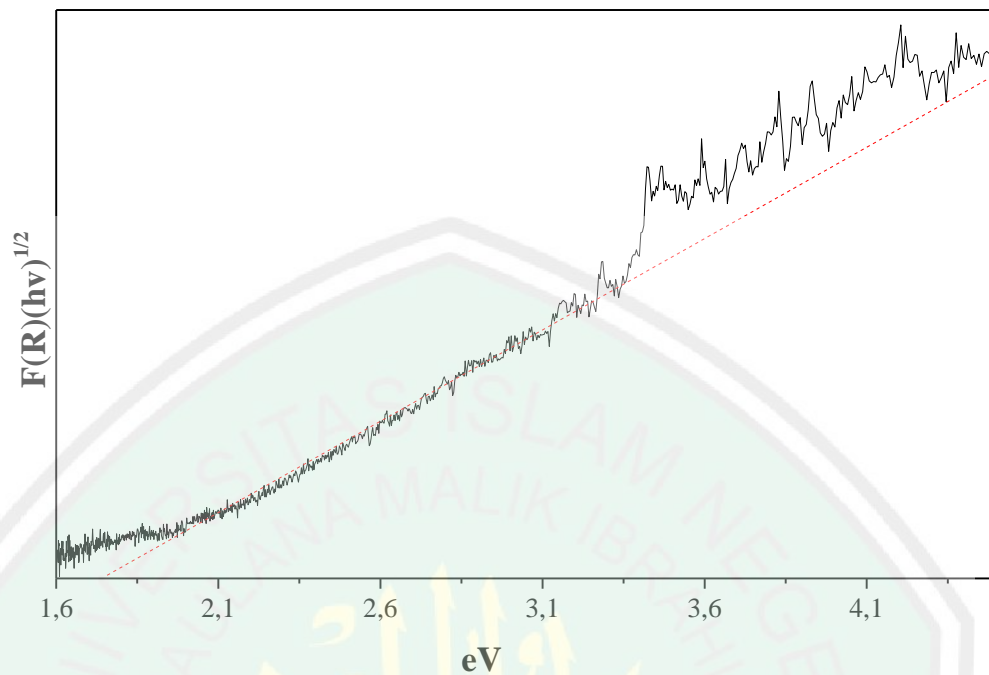
Gambar L.7.3 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub>-V 2,5%

Diketahui :  
 $E_g = 1,66 \text{ eV}$

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

Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{h c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{1,66 \text{ eV}} = 747,48 \text{ nm}$$

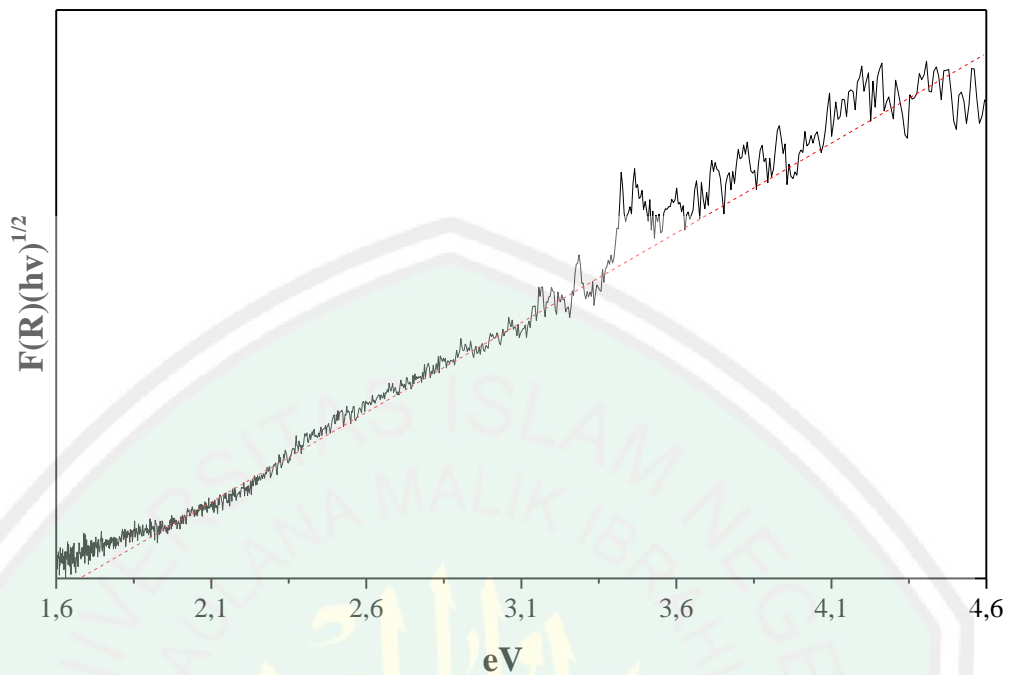
L.7.4 TiO<sub>2</sub>-V 5%Gambar L.7.4 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub>-V 5%

Diketahui :  
 $E_g = 1,73 \text{ eV}$

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

Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{1,73 \text{ eV}} = 717,24 \text{ nm}$$

L.7.5 TiO<sub>2</sub>-V 7,5%Gambar L.7.5 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub>-V 7,5%

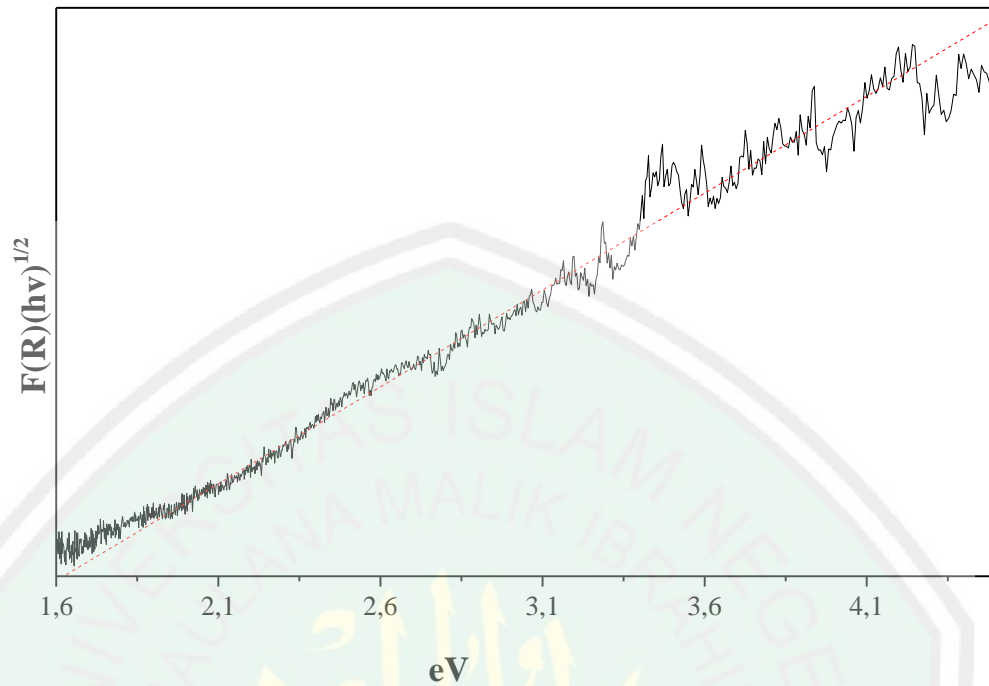
Diketahui :  
 $E_g = 1,68 \text{ eV}$

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

Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{1,68 \text{ eV}} = 738,58 \text{ nm}$$

### L.7.6 TiO<sub>2</sub>-V 10%



Gambar L.7.6 Nilai *band gap* TiO<sub>2</sub>-V 10%

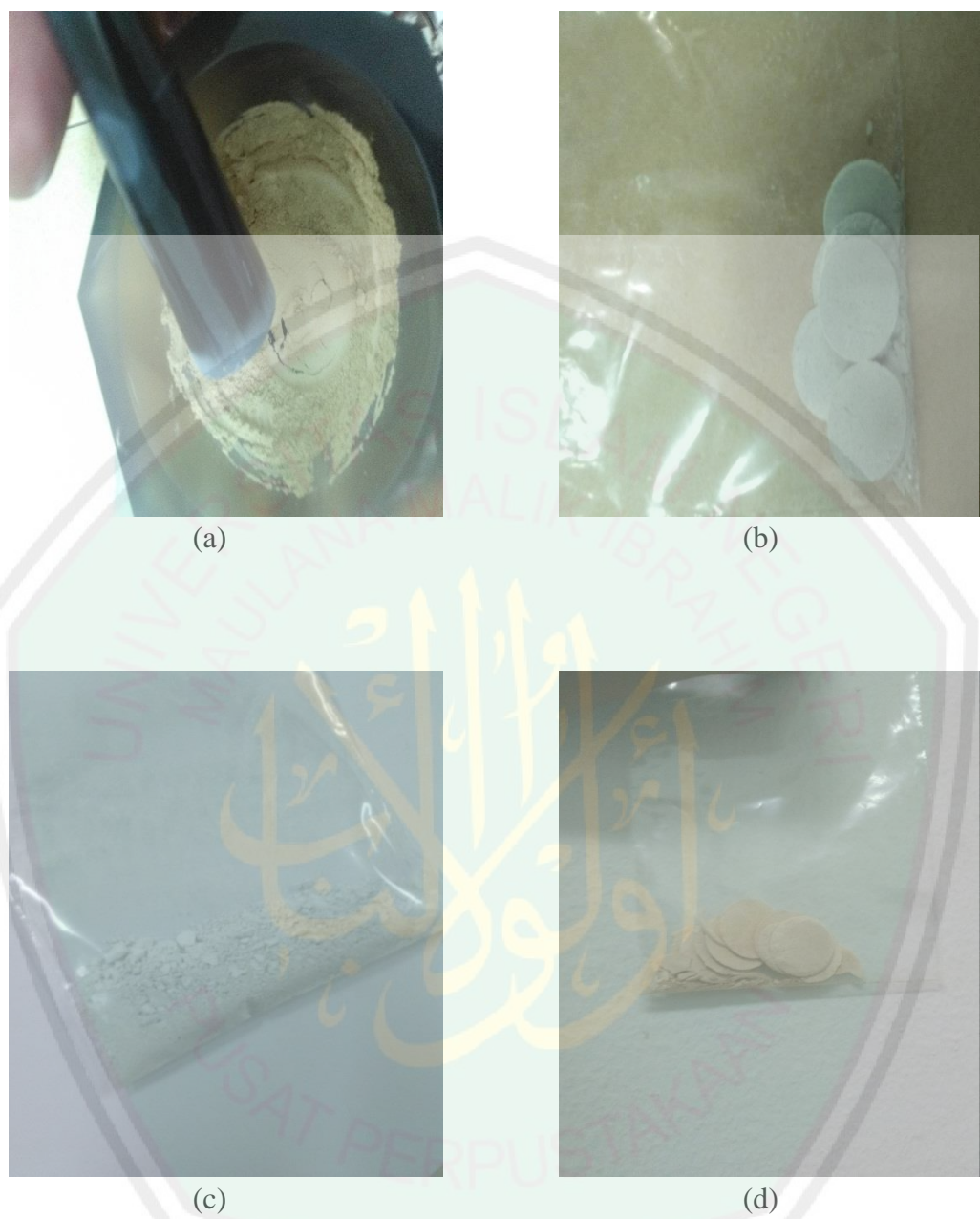
Diketahui :  
 $E_g = 1,66 \text{ eV}$

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

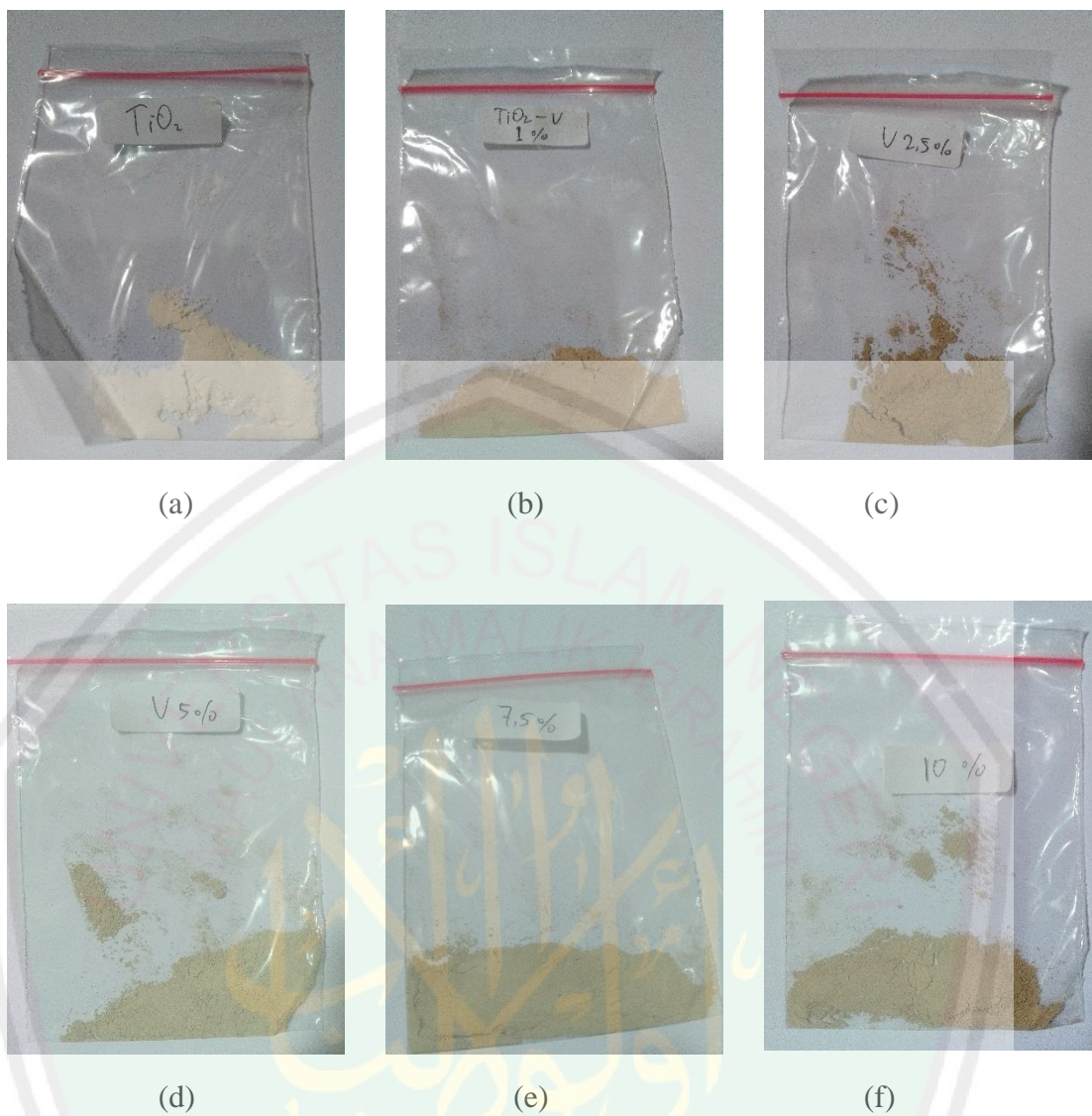
Nilai *band gap* pada saat  $y = 0$

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm.ps}}{1,66 \text{ eV}} = 747,48 \text{ nm}$$



**Lampiran 8. Gambar Hasil Sintesis Senyawa  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$** 

Gambar L.8.1 (a) Proses Penggerusan  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{V}_2\text{O}_3$  ; (b)  $\text{TiO}_2$  setelah dipelet ; (c)  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium sebelum dikalsinasi (d)  $\text{TiO}_2$  terdoping vanadium setelah dikalsinasi



Gambar L.8.2 (a) Hasil Kalsinasi Senyawa  $\text{TiO}_2$  dan  $\text{TiO}_2\text{-V}$  (b) 1%, (c) 2,5%, (d) 5%, (e) 7,5%, (f) 10%