

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM
DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III) DENGAN
METODE REAKSI PADATAN-SONIKASI**

SKRIPSI

**AUNUR ROHMAN
11630014**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM
DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III) DENGAN
METODE REAKSI PADATAN-SONIKASI**

SKRIPSI

**Oleh:
AUNUR ROHMAN
NIM. 11630014**

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

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM
DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III) DENGAN
METODE REAKSI PADATAN-SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
AUNUR ROHMAN
NIM. 11630014

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 4 Desember 2015

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Ach. Nashichuddin, M.A
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI FOTOKATALIS TITANIUM
DIOKSIDA (TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (III) DENGAN
METODE REAKSI PADATAN-SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh:
AUNUR ROHMAN
NIM. 11630014

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 4 Desember 2015**

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si (.....)
NIP. 19760611 200501 2 006

Ketua Penguji : Nur Aini, M.Si (.....)
NIPT. 20130902 2 316

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

Anggota Penguji : Ach. Nashichuddin, M.A (.....)
NIP. 19730705 200003 1 002

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**

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

PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirrabil' alamin

Sebuah langkah usai sudah, satu cita telah ku gapai. Namun... Itu bukan akhir dari perjalanan melainkan awal dari satu perjuangan. Hari takkan indah tanpa mentari dan rembulan, begitu juga hidup takkan indah tanpa tujuan, harapan serta tantangan, meski terasa berat, namun manisnya hidup justru akan terasa, apabila semuanya terlalui dengan baik, meski harus memerlukan pengorbanan.

Kupersembahkan karya kecil ini untuk kedua orang tuaku, Bapak Abdul Majid dan Ibu Syamsiyah yang senantiasa ada saat suka maupun duka, selalu setia mendampingi, saat kulemah tak berdaya, selalu membangkitkanku dari keterpurukan, selalu memanjatkan doa untuk putra tercinta dalam setiap sujudnya. Terima kasih Tuhan saya dilahirkan dari rahim-Nya.

Kupersembahkan karya kecil ini untuk kakakku tercinta, Muhammad Utsman. Walaupun sewaktu kecil kita sering bertengkar tetapi, kau tetap menjadi kakak yang luar biasa bagiku, terima kasih atas perlindunganmu kepada adik-adikmu, dan support mu. Semoga dalam waktu dekat ini kau akan mendapatkan momongan yang sholeh-sholekha yang taat pada syariat agama islam khususnya, dan selamat atas tercapainya cita-citamu sebagai TNI. Ku titipkan negara ini padamu kak!!!

Kupersembahkan karya kecil ini untuk adikku tercinta Ahmad Al-Hafiz, yang selalu menghiburku di kala ku bosan dalam menjalani hidup ini. Semoga adikku tercinta dapat menggapai keberhasilan di kemudian hari.

Kupersembahkan karya kecil ini untuk seseorang Ririn Kholidazia yang selalu memberikan dopingan, sehingga diriku mampu mendegradasi dari rasa malas dan mengabsorp energi yang mengakibatkan diriku bereksitasi.

Perjuangan dan pengorbanan ini untuk kalian !!!

MOTTO

فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا . إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا . فَإِذَا فَرَغْتَ فَانصَبْ . وَإِلَىٰ رَبِّكَ فَارْغَبْ

“Karena Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap” (Q.S. Al-Insyirah: 5-7)

Dunia tidak menuntut untuk menjadi seorang pengacara, menteri, dokter, petani, ilmuan atau pedagang. Dunia tidak mendikte apa yang mesti dilakukan tetapi, dunia mensyaratkan untuk menjadi seorang yang ulung pada apapun yang dikerjakan (Orison Sweet Marden)

Jika kau menungguku menyerah, maka kau akan menungguku selamanya (Uzumaki Naruto)

The performance is important, but the most important is “Akhlaqul Karimah”

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aunur Rohman

NIM : 11630014

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 15 Desember 2015
Yang Membuat Pernyataan,

Aunur Rohman
NIM. 11630014

KATA PENGANTAR

الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

Segala puji bagi Allah SWT yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang penuli supayakan ini dapat bermanfaat bagi semua, sebagai ilmu yang bermanfaat dan barokah. Amin.

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada semua pihak yang telah memberikan kontribusi baik dukungan moral maupun spiritual demi suksesnya penyusunan skripsi ini kepada:

1. Kedua orang tua penulis, Bapak Abd. Majid dan Ibu Syamsiyah serta saudara-saudara penulis adek Ahmad Al-Hafiz dan Kakak M.Utsman yang telah memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan moril dan materil sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. H. MudjiaRaharjo, M.Si.
3. Dekan Fakultas Sains danTeknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Ibrahim Malang Ibu Dr. Drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
4. Ketua jurusan Kimia Fakultas Sains danTeknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
5. Para dosen pembimbing Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si, dan Bapak Ach. Nashichuddin, S.Si, M.A, karena atas bimbingan, pengarahan, kesabaran dan motivasinya penyusunan skripsi dapat diselesaikan
6. Dosen penguji Ibu Eny Yulianti, M.Si, karena atas masukan dan sarannya skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
7. Seluruh Dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
8. Segenap laboran dan staf administrasi kimia yang telah banyak membantu sehingga skripsi ini terselesaikan.

9. Khusnan Mustofa, S.Si dan Desy Maulina, S.Si yang membantu si penulis pada saat kesulitan dengan penuh kesabaran dan ke ikhlasan dalam menyelesaikan skripsi si penulis.
10. Teman-teman kimia angkatan 2011 yang telah saling memotivasi dan membantu terselesainya skripsi ini.
11. Muhammad Qusyairi (Ayik) yang telah peduli di saat si penulis merasa terpuruk dan selalu mendoakan si penulis pada saat masih belum diterima di PTN.
12. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 21 Agustus 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERSEMBAHAN.....	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERNYATAAN.....	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
ABSTRAK.....	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Semikonduktor TiO ₂ sebagai Fotokatalis	8
2.1.1 Tipe-Tipe Kristal TiO ₂	12
2.1.2 Karakter Ionik Senyawa TiO ₂	14
2.2 Proses Fotokatalis Semikonduktor TiO ₂	15
2.3 Pengaruh Doping Katalis terhadap Energi Celah Pita	19
2.4 Metode Sintesis Semikonduktor TiO ₂	22
2.4.1 Metode Sintesis Padatan-Sonikasi	22
2.4.1.1 Proses Mekanisme Reaksi pada V-TiO ₂	24
2.4.2 Sonikasi Hasil Sintesis Padatan.....	25
2.5 Karakterisasi TiO ₂ Anatas Terdoping Vanadium (III)	26
2.5.1 Karakterisasi Struktur Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	26
2.5.2 Penentuan Energi celah pita Spektrofotometri UV-Vis Difusi Reflektansi	29
2.6 Ulul Albab dalam Al-Qur'an.....	30
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	33
3.2 Alat dan Bahan	33
3.2.1 Alat	33
3.2.2 Bahan	33
3.3 Tahap Penelitian	34

3.4	Prosedur Kerja	34
3.4.1	Sintesis Material TiO ₂ Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi	34
3.4.2	Karakterisasi dengan Difraksi Sinar –X Serbuk	35
3.4.3	Karakterisasi Daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita dengan DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectron</i>)	35
3.5	Analisis Data	36
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Sintesis TiO ₂ Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi.....	38
4.2	Analisis Data Struktur Material Menggunakan XRD.....	43
4.3	Analisis Data Menggunakan <i>Diffuse Reflectance Spectron</i> (DRS).....	49
4.4	Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam.....	53
 BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan.....	57
5.2	Saran.....	57
DAFTAR PUSTAKA		58
LAMPIRAN		63

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan struktur kristal TiO_2 anatase dan rutil	14
Tabel 2.2	Presentase karakter ionik	15
Tabel 4.1	Pengaruh dopan terhadap perubahan intensitas pada bidang hkl.....	45
Tabel 4.2	Parameter sel satuan TiO_2 dengan dopan vanadium (V) pada konsentrasi dopan 0,3; 0,5; 0,7 dan 0,9 % ditentukan menggunakan metode Le Bail.....	47
Tabel 4.3	Ukuran kristal material TiO_2 dan V- TiO_2	48
Tabel 4.4	Daerah energi celah pita dan serapan material sintesis.....	52



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Pembagian semikonduktor	9
Gambar 2.2	Daerah energi pada semikonduktor	11
Gambar 2.3	Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor	11
Gambar 2.4	Struktur kristal TiO ₂	13
Gambar 2.5	Nilai energi gap dari berbagai semikonduktor	16
Gambar 2.6	Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor	16
Gambar 2.7	Mekanisme migrasi elektron pada permukaan semikonduktor termodifikasi logam	19
Gambar 2.8	Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah substitusi atom	20
Gambar 2.9	Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah inertisi atom	20
Gambar 2.10	UV/vis <i>Diffuse Reflectance Spectra</i> (DRS), Variasi dopan pada <i>host</i> : (a) TiO ₂ , (b) Ni-TiO ₂ , (c) Cr-TiO ₂ , and (d)V-TiO ₂	21
Gambar 2.11	Skema proses difusi kation yang terjadi pada pembentukan K _x L _m O _{y+n} yang dibentuk dari K _x O _y dan L _m O _n	23
Gambar 2.12	Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom dalam kristal....	27
Gambar 2.13	Ilustrasi susunan komponen pada alat difraktometer sinar-X serbuk.....	28
Gambar 2.14	Intensitas sinar dengan sampel	29
Gambar 2.15	Sampel bubuk dengan orientasi kristal yang random menghasilkan refleksi sinar yang menyebar	30
Gambar 3.1	Grafik hubungan $(K-M hv)^{1/2}$ dengan $hv(eV)$ pada sampel	37
Gambar 4.1	Skema proses difusi kation yang terjadi setelah pemberian panas	41
Gambar 4.2	a) Sebelum dikalsinasi 0,3% V-TiO ₂ b) sesudah dikalsinasi 0,3% V-TiO ₂	42
Gambar 4.3	Pola difraksi V-TiO ₂ dengan variasi konsentrasi dopan Vanadium (III).....	44
Gambar 4.4	Pola difraksi V ₂ O ₃	46
Gambar 4.5	Spektra UV Vis <i>diffuse reflectans</i> (reflektansi (%) vs panjang gelombang)	49
Gambar 4.6	Grafik hubungan Kubelka-Munk vs panjang gelombang ..	50
Gambar 4.7	Hubungan $(K-M hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)	51
Gambar 4.8	(a) Sebelum dilakukan pendopongan ion V ³⁺ (b) Setelah dilakukan pendopongan ion V ³⁺	53

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir penelitian.....	63
Lampiran 2	Perhitungan dalam sintesis material	64
Lampiran 3	Hasil karakterisasi XRD	66
Lampiran 4	Perhitungan energi celah pita dan serapan panjang gelombang (λ).....	77
Lampiran 5	Perhitungan dan analisa data	82
Lampiran 6	Dokumentasi	84
Lampiran 7	JCPDS TiO ₂ Anatas	85
Lampiran 8	Contoh konversi data DRS terhadap fungsi Kubelka-Munk	86



ABSTRAK

Rohman, A. 2015. **Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi**. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si.
Pembimbing II: Ach. Nashichuddin, M.A. Konsultan: Nur Aini, M.Si

Kata kunci: Titanium Dioksida, Vanadium (III), Reaksi Padatan-Sonikasi, Fotokatalis, *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Diffuse Reflectance Spectron (DRS)*.

Material semikonduktor TiO₂ anatas memiliki energi celah pita yang lebar yaitu sekitar 3,2 eV yang setara dengan cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm. Modifikasi TiO₂ anatas diperlukan untuk memperlebar aktivitas di daerah sinar tampak (400-900 nm). Salah satu upaya untuk meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO₂ anatas di daerah sinar tampak adalah dengan menambahkan dopan vanadium (III). Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengetahui karakteristik struktur, daerah serapan sinar, dan energi celah pita pada material semikonduktor TiO₂ anatas yang di doping dengan vanadium (III).

Penelitian ini menggunakan metode sintesis reaksi padatan-sonikasi. Tahapan metode penelitian ini meliputi penggerusan dan pemanasan pada temperatur yang tinggi. Hasil pemanasan di sonikasi menggunakan *cleaning bath ultrasonic* yang bekerja dengan gelombang ultrasonik. Konsentrasi dopan vanadium yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0,3, 0,5, 0,7, dan 0,9 %. Karakterisasi yang digunakan adalah *X-Ray Diffraction (XRD)* bubuk untuk mengetahui karakteristik struktur dan *Diffuse Reflectance Spectron (DRS)* untuk mengetahui energi celah pita dan daerah serapan sinar.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa doping vanadium (III) tidak merubah srstruktur TiO₂ anatas. Akan tetapi, terdapat perubahan ukuran kristal, energi celah pita dan daerah serapan sinar. Ukuran kristal masing-masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3, 0,5, 0,7 dan 0,9% adalah sebesar 53,21, 36,94, 43,85, 47,86 dan 68,40 nm. Energi celah pita masing-masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3, 0,5, 0,7 dan 0,9% adalah 3,216, 3,167, 3,136, 3,133 dan 3,126 eV. Penurunan energi celah pita yang semakin kecil akan memicu aktivitas katalisnya membutuhkan energi yang lebih kecil atau sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar di bandingkan TiO₂ tanpa doping. Serapan panjang gelombang TiO₂ tanpa doping adalah 385,6 nm, terdoping V-TiO₂ 0,3, 0,5, 0,7 dan 0,9% adalah, 391,8, 395,7, 396,1 dan 396,9 nm.

ABSTRACT

Rohman, A. 2015. **Synthesis and Characterization of Photocatalyst of Anatase Titanium Dioxide (TiO₂) Doped by Vanadium (III) Using Solid State-Sonication Reaction.** Supervisor I: Rachmawati Ningsih, M.Si. Supervisor II: Ach. Nashichuddin, M.A. Consultant: Nur Aini, M.Si

Key Words: Titanium Dioxide, Vanadium (III), Solid State-Sonication Reaction, Photocatalyst, *X-Ray Diffraction (XRD)* and *Diffuse Reflectance Spectron (DRS)*.

Semiconductor material of anatase TiO₂ has wide band gap energy at 3,2 eV that is equal to UV light with 388 nm wavelength. Modification of anatase TiO₂ is needed to enlarge its activity at visible light (400-900 nm). One of the methods used to increase the activity of anatase TiO₂ at visible light is doped by vanadium (III). This research aim to synthesis and characterize the structure, the light absorption area, and band gap energy of semiconductor material of vanadium (III) doped anatase TiO₂.

The synthesis method used is solid state assisted by sonication. The stages of synthesis are grinding and heating at high temperature. The heating result then sonicated by cleaning bath ultrasonic that works with ultrasonic wave. Vanadium (III) added into TiO₂ at various concentration of 0,3, 0,5, 0,7, and 0,9 %. Powder X-Ray Diffraction (XRD) used to characterize the structure of synthesized material. The character of light absorption area and band gap energy characterized by Diffuse Reflectance Spectron (DRS).

Doping vanadium (III) into anatase TiO₂ result in the character of anatase structure. Slightly alteration found in the crystal size band gap energy and the light absorption area corresponding to vanadium (III) concentration. The crystal size of undoped TiO₂ and vanadium doped TiO₂ (0,3, 0,5, 0,7, and 0,9 %) respectively were 53,21, 36,94, 43,86, 47,86, and 68,40 nm. The band gap energy of those materials respectively were 3,216, 3,167, 3,136, 3,133, and 3,126 eV. Increasing the concentration of vanadium (III) result in lowering in band gap energy of doped TiO₂. It makes the wavelength of absorption area increase to 391,8, 395,7 396,1 and 396,9 nm. All materials of Vanadium doped TiO₂ has wider absorption area than undoped TiO₂ (385,6 nm) and has higher intensities of absorption spectra in visible region.

الملخص

الرحمن، عون. ٢٠١٥. تخليق و تمثيل المحفز الصوري من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي المخدر بالفاناديوم (III) باستخدام الحالة الصلبة – الصوتنة. المشرفة الأولى: رحماتي نينجسيه الماجستير. المشرف الثاني: أحمد ناصح الدين الماجستير. المستشارة: نور عيني الماجستير.

كلمات البحث: ثاني أكسيد التيتانيوم، الفاناديوم الفاناديوم (III)، الحالة الصلبة – الصوتنة، المحفز الصوري، حيود الأشعة السينية (XRD)، منتشر الطيف التفكير (DRS)

مادة شبه الموصل من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي لها الطاقة الفجوتية الواسعة في ٣،٢ eV التي تسمى بضوء الأشعة فوق بنفسجية في طول الموجة ٣٨٨ nm. يحتاج أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي إلى توسيع نشاطه في الضوء المرئي يعني بين ٤٠٠ nm إلى ٨٠٠ nm. و إحدى الطريقة لتوسيع نشاط ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي في الضوء المرئي هي التخليق بالفاناديوم (III). و كان أهداف هذا البحث هي لتخليق و تمثيل التركيب و منطقة إمتصاص الضوء و الطاقة الفجوتية من مادة شبه الموصل من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي.

طريقة التخليق المستخدمة هي الحالة الصلبة المساعدة بالصوتنة. وأما المرحلة التخليق هي الطحن ثم التدفئة في درجة الحرارة العالية. و عمل المنتج من التدفئة بالصوتنة باستخدام تنظيف حمام بالموجات فوق الصوتية العامل بموجات فوق الصوتي. أضيف الفاناديوم (III) إلى ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي بالتراكيز المختلفة و هي ٠،٣ و ٠،٥ و ٠،٧ و ٠،٩ بالمئة. استخدم حيود الأشعة السينية (XRD) المسحوقية لتمثيل تركيب مادة المخلوق. مثلت منطقة إمتصاص الضوء و الطاقة الفجوتية باستخدام منتشر الطيف التفكير (DRS).

حصل تخدير الفاناديوم (III) إلى ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي على التركيب الأناناسي. و هناك التغييرات القليلة الموجودة في المنتج، وهي في حجم البلور و الطاقة الفجوتية و منطقة إمتصاص الضوء بقدر التركيز من تخدير الفاناديوم (III). حجم البلور من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي غير المخدر و ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي المخدر بالفاناديوم (III) مع تركيز ٠،٣ و ٠،٥ و ٠،٧ و ٠،٩ بالمئة هم على التوالي ٥٣،٢١ و ٣٦،٩٤ و ٤٣،٨٦ و ٤٧،٨٦ و ٦٨،٤٠ nm. و الطاقة الفجوتية منهم على التوالي ٣،٢١٨ و ٣،١٦٧ و ٣،١٣٦ و ٣،١٣٣ و ٣،١٢٦ eV. حصل زيادة التركيز من الفاناديوم (III) على نقص الطاقة الفجوتية من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي غير المخدر. سببت زيادة التركيز هذه إلى زيادة منطقة إمتصاص الضوء في ٣٩١،٨ و ٣٩٥،٧ و ٣٩٦،١ و ٣٩٦،٩ nm. كل ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي المخدر بالفاناديوم (III) لهم أوسع مناطق إمتصاص الضوء من ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) الأناناسي غير المخدر (٣٨٥،٦ nm) و لهم أعلى الكثافات من أطيف الإمتصاص في منطقة الضوء المرئي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Di era globalisasi ini material fotokatalis banyak dikembangkan karena memiliki banyak manfaat, khususnya untuk menyelesaikan berbagai permasalahan lingkungan. Penggunaan fotokatalis dianggap sebagai metode yang efisien untuk memisahkan senyawa polutan, dekomposisi air, dan udara serta degradasi polutan organik. Hal ini karena fotokatalis mempunyai beberapa kelebihan, diantaranya: mempunyai sifat reduksi oksidasi yang kuat, ikatan kimianya stabil terhadap cahaya dan tidak larut dalam air (Aliah, *et al.*, 2012). Selain itu, fotokatalis juga memanfaatkan cahaya matahari yang akan mengubah senyawa-senyawa yang bersifat toksik menjadi senyawa yang tidak berbahaya, sehingga ramah lingkungan (Tian J., 2009).

Hasil penelitian (Nugroho, 2011) melaporkan bahwa dengan adanya fotokatalis dapat menjernihkan air dan menghilangkan bau. Penelitian lain dengan menggunakan fotokatalis pada daerah sinar tampak secara signifikan dapat mengurangi jumlah sel bakteri dan mengurangi aktivitas bakteri endospores (Liou dan Chang, 2012). Selain itu, fotokatalis dapat mereduksi nilai TDS sebesar 44,08%, BOD sebesar 73,44% serta COD sebesar 71,21% pada air limbah organik (Nugroho, 2011). Oleh karena banyaknya manfaat dari fotokatalis sebagai solusi dari berbagai permasalahan lingkungan, maka fotokatalis perlu dikembangkan dan diteliti lebih lanjut.

Fotokatalis merupakan suatu proses transformasi kimia yang dibantu oleh adanya cahaya dan material katalis (Ningsih, 2012). Selain itu fotokatalis juga dapat didefinisikan sebagai suatu proses kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu suatu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya, dan katalis mempercepat reaksi tersebut (Castellote dan Bengtsson, 2011). Katalis yang berperan dalam fotokatalisis disebut fotokatalis.

Proses fotokatalis terjadi ketika semikonduktor dikenai cahaya yang memiliki energi sama atau lebih besar dari energi celah pita, akibatnya terjadi proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menyebabkan terjadinya *hole* (h^+) pada pita valensi (VB) dan elektron (e^-) pada pita konduksi (CB) (Stamate dan Lazar, 2007). Lubang positif *hole* (h^+) yang ditinggalkan elektron mempunyai sifat pengoksidasi yang sangat kuat, sedangkan elektron pada pita konduksi (CB) mempunyai sifat pereduksi (Lestari, 2009), sehingga dengan adanya lubang positif atau *hole* (h^+) mampu mengoksidasi polutan organik yang beracun diuraikan menjadi komponen-komponen yang lebih sederhana yang lebih aman untuk dilepaskan ke lingkungan.

Material semikonduktor yang sering digunakan sebagai fotokatalis adalah TiO_2 . Kelebihan TiO_2 dibandingkan dengan material semikonduktor lain ialah tidak bersifat toksik, harga yang relatif lebih murah, stabilitas kimia yang sangat baik, stabilitas termal yang cukup tinggi, aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi dkk, 2009) dan kemampuannya dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Fatimah, 2009). Namun, celah pita (celah energi) yang lebar pada TiO_2 dengan struktur anatas yaitu sekitar 3,2 eV, yang setara dengan cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm, membatasi fotokatalitiknya, hanya pada

daerah UV tapi tidak pada daerah cahaya tampak. Padahal cahaya tampak tersedia melimpah sebagai cahaya matahari yang sampai ke bumi (Lestari, 2009).

Titania (TiO_2) yang tersedia secara komersial memiliki aktivitas fotokatalitik rendah di daerah sinar tampak, sehingga dibutuhkan titania yang memiliki aktifitas fotokatalitik yang lebih tinggi dengan kinerja yang lebih baik. Kinerja fotokatalis dari titania ditentukan oleh beberapa faktor yang berpengaruh terhadap kinerja fotokatalis antara lain struktur anatas, luas permukaan besar dan distribusi ukuran nano kristal (Qourzal *et al.*, 2006). Titania terdiri dari tiga bentuk struktur kristal yaitu anatas, rutil dan brokite. Pembentukan ketiga struktur tersebut dapat diatur melalui pengaturan suhu kalsinasi dan ion dopan. Akan tetapi, TiO_2 anatas secara komersial lebih banyak diaplikasikan untuk proses fotokatalis karena memiliki aktifitas fotokatalitik relatif lebih tinggi (Qourzal *et al.*, 2004). Oleh karena itu, berbagai penelitian telah dikembangkan untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 pada daerah sinar tampak dengan memanfaatkan cahaya matahari yang melimpah di bumi. Memodifikasi TiO_2 dalam meningkatkan aktifitas fotokatalis di daerah sinar tampak merupakan tanda bahwa manusia mampu berpikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan di alam semesta ini pasti memiliki manfaat. Sebagaimana Allah menyerukan kepada manusia untuk senantiasa memperhatikan, merenungkan dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi maupun di antara keduanya, yang dijelaskan oleh firman Allah dalam Q.S Ali Imran Ayat 190 – 191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ
يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا
مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ 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."*”

Shihab (2002) melaporkan bahwa yang dimaksud dengan *ulul albab* (orang-orang yang berakal) ialah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, serta mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah Swt dan senantiasa mengingat Allah Swt dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring. Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah Swt yang sia-sia atau tidak memiliki manfaat. TiO₂ termasuk salah satu ciptaan Allah Swt yang memiliki banyak manfaat, manfaat tersebut dapat ditingkatkan dengan jalan berpikir.

Para peneliti telah melakukan usaha untuk memodifikasi fotokatalis TiO₂ agar dapat aktif pada cahaya tampak. Diantara usaha yang dilakukan adalah dengan menyisipkan dopan pada matriks kristal TiO₂ (Lestari, 2009), yaitu menambahkan pengotor ke dalam material semikonduktor TiO₂ yang dapat berupa logam (Wang, 2012) atau non logam (Liu, 2005). Elemen dopan menjadikan matriks katalis baru memiliki energi celah lebih kecil, yang setara dengan energi cahaya tampak (Lestari, 2009). Beberapa dopan ion logam yang berpotensi meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO₂ anatas antara lain vanadium (V³⁺), kromium (Cr³⁺), nikel (Ni²⁺) dan platinum (Pt⁴⁺ dan Pt²⁺) (Choi dkk, 2009). Diantara logam-logam transisi tersebut, (Choi, *et al.*, 2009) melaporkan bahwa

doping TiO_2 dengan 0,3 % vanadium (III) menghasilkan perluasan spektra terbesar yaitu antara 400-700 nm (daerah sinar tampak) sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis di daerah sinar tampak. Selain itu, (Choi, 2010) juga melaporkan bahwa pengaruh dopan terhadap transformasi anatase menjadi rutil tidak hanya bergantung dari sifat dari dopan logamnya (jari-jari ionik), tetapi juga dipengaruhi oleh konsentrasi dopan. Oleh karena itu, perlu dilakukan variasi kadar optimal logam dopan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap celah pita dan kristalinitas. Meskipun demikian, sensitifitas daerah serapan sinar dari material fotokatalis, dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain struktur, kristalinitas, ukuran partikel, dan luas area spesifik (Maeda, *et al.*, 2008).

Idayati (2008), melaporkan bahwa hasil sintesis oksida perovskit dengan metode reaksi padatan memiliki kristalinitas yang tinggi dan kuantitas (jumlah) yang lebih baik dibandingkan metode sol-gel atau kopresipitasi. Dony, *et al.*, (2013), dalam penelitiannya memilih metode padatan untuk mensintesis material fotokatalis ZnO-SnO_2 , karena metode tersebut murah, sederhana, dan fleksibel. Meskipun demikian, material hasil sintesis dengan metode padatan dilaporkan memiliki ukuran partikel yang lebih besar. Mustofa (2014), melaporkan bahwa hasil material TiO_2 terdoping vanadium (V) yang disintesis menggunakan metode padatan dengan konsentrasi dopan 0,3 %, 0,5%, dan 0,7 % menghasilkan ukuran partikel berturut-turut sebesar 47,67 nm, 79,65 nm, dan 68,99 nm. Hal ini diduga dapat menyebabkan aktivitas fotokatalisis menjadi lebih rendah karena luas permukaan yang lebih kecil. Ukuran partikel yang lebih kecil dapat diperoleh melalui metode sonikasi.

Hasil penelitian yang dilakukan oleh Istighfarini (2013), melaporkan bahwa setelah perlakuan sonikasi, ukuran partikel senyawa menjadi lebih kecil. Ukuran partikel SrTiO_3 hasil sintesis metode reaksi fasa padat sebesar 52,77 nm mengecil sebesar 25,2 % setelah sonikasi menjadi 39,47 nm, sedangkan Sr_2TiO_4 mengecil sebesar 36,62 % dari 37,85 nm menjadi 23,99 nm.

Berdasarkan hal tersebut, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis dan karakterisasi material TiO_2 terdoping vanadium (III) pada variasi konsentrasi 0,3%, 0,5%, 0,7%, dan 0,9 %, dengan metode sintesis padatan yang dilanjutkan dengan sonikasi. Karakter struktur, karakter serapan sinar dan perubahan energi celah pita dipelajari akibat pengaruh konsentrasi dopan vanadium.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang, maka permasalahan yang dapat diambil yaitu bagaimana karakteristik struktur, daerah serapan sinar, dan energi celah pita (*band gap energy*) pada material TiO_2 anatas terdoping vanadium (III) dengan variasi konsentrasi 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9 % yang disintesis dengan metode reaksi padatan sonikasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, maka penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik struktur, karakter serapan sinar, dan energi celah pita pada material TiO_2 anatas terdoping vanadium (III) dengan variasi konsentrasi 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9 % yang disintesis dengan metode reaksi padatan sonikasi.

1.4 Batasan Masalah

1. Karakterisasi struktur dilakukan dengan instrument *X-Ray Diffraction* (XRD).
2. Karakterisasi daerah serapan sinar dengan instrument *Difusi Reflektansi Spektrofotometri* (DRS).
3. Variasi dopan V^{3+} sebesar 0,3 %, 0,5 %, 0,7 % dan 0,9 %.
4. Sintesis dengan menggunakan metode reaksi padatan-sonikasi *bath*.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi-informasi baru tentang karakter material TiO_2 terdoping vanadium (III) dan potensinya sebagai fotokatalis di daerah sinar tampak.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

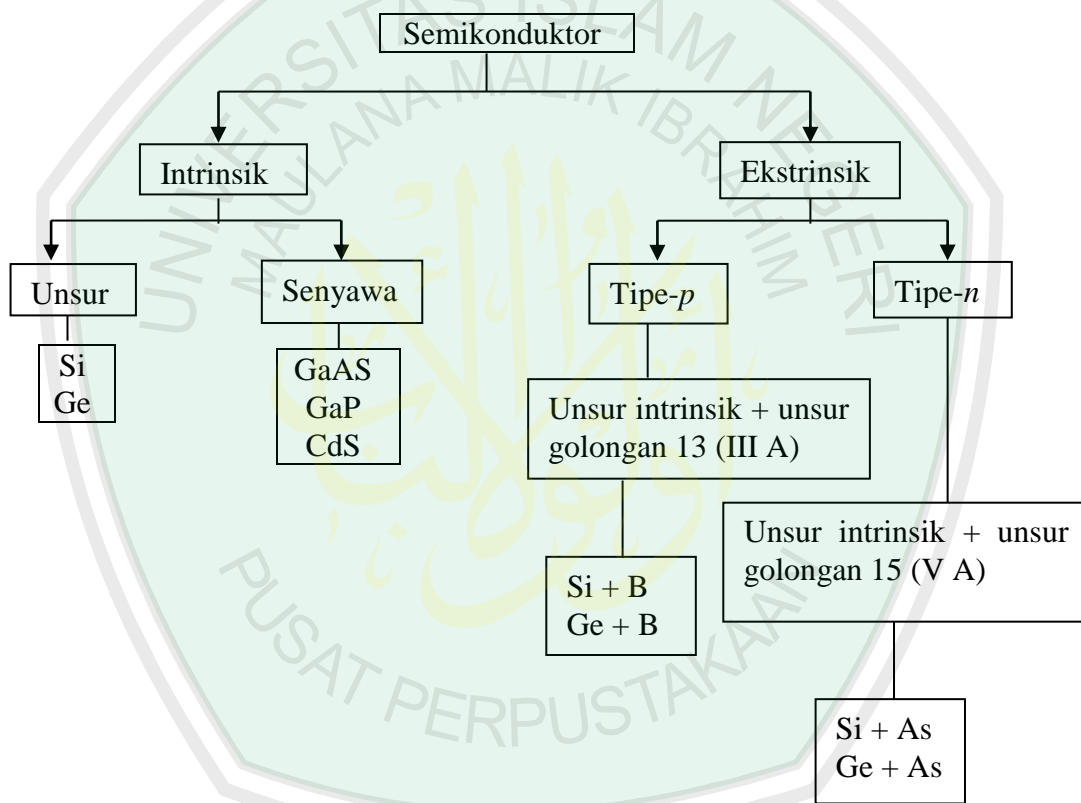
2.1 Semikonduktor dan Karakter TiO₂ Sebagai Fotokatalis

Semikonduktor adalah material yang dicirikan dengan terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi (Palupi, 2006). Semikonduktor pita bonding terluar disebut pita valensi (*Valence band*), sedangkan pita antibonding terluar disebut dengan pita konduksi (*conduction band*). Kedua pita tersebut dipisahkan oleh energi ambang atau energi sela (celah pita) (Gambar 2.2).

Semikonduktor senyawa dapat berupa dari dua macam unsur dengan jumlah elektron valensi keduanya adalah delapan dengan geometri tetrahedral. Semikonduktor intrinsik senyawa biasanya dibuat dari unsur golongan 13 (IIIA) dengan unsur golongan 15 (VA) atau unsur golongan 12 (IIB) dengan unsur golongan 16 (VIA) dengan perbandingan atom yang sama, misalnya (GaAs = 3+5 =8), (CdS = 2+6 =8). Bilangan koordinasi masing-masing atom pada ZnS dan CdS adalah empat dan geometri di sekitar atom-atomnya adalah tetrahedral (Effendy, 2010).

Elektron tidak dapat berada pada daerah celah pita antara pita valensi dan pita konduksi (Palupi, 2006). Semikonduktor dapat dikarakterisasi melalui dua tipe pita energi, yaitu pita valensi dan pita konduksi. Diantara dua pita terdapat sebuah celah pita (Effendy, 2010). Berdasarkan pembawa muatannya, semikonduktor dapat diklasifikasikan dalam dua kelompok, yaitu semikonduktor intrinsik (*intrinsic semiconductor*) dan semikonduktor ekstrinsik (*extrinsic semiconductor*). Semikonduktor intrinsik adalah semikonduktor yang belum

disisipi atom lain. Ketersediaan pembawa muatan pada semikonduktor ini berasal dari persenyawaan unsur-unsur secara langsung. Semikonduktor ekstrinsik adalah semikonduktor yang partikel pembawa muatannya berasal dari unsur lain (Palupi, 2006). Semikonduktor ekstrinsik dapat berupa semikonduktor tipe-*p* dan semikonduktor tipe-*n* (Effendy, 2010). Bagan pembagian semikonduktor beserta contoh-contohnya diberikan pada Gambar 2.1.

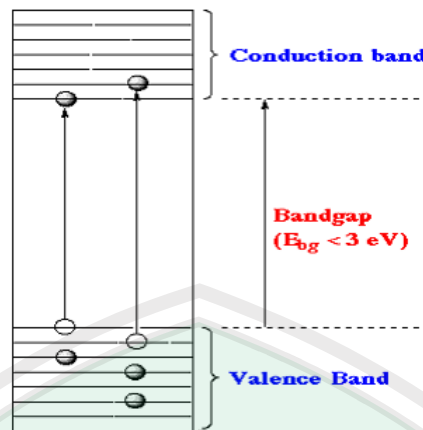


Gambar 2.1 Pembagian Semikonduktor (Effendy, 2010)

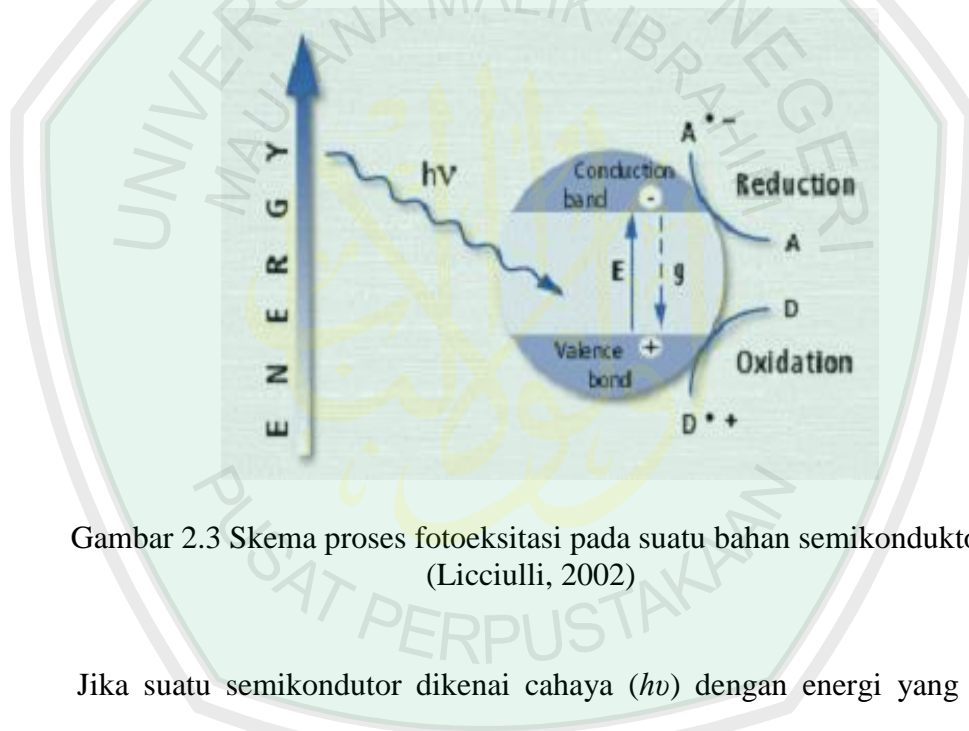
Fotokatalisis merupakan suatu kombinasi antara fotoreaksi dan katalis, yaitu suatu fotoreaksi dipercepat oleh kehadiran katalis (Castellote dan Bengtsson, 2011). Fotoreaksi adalah suatu reaksi yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Adapun katalis adalah suatu substansi yang dapat mempercepat suatu reaksi kimia

tetapi tidak dikonsumsi sebagaimana reaktan, dengan kata lain, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis adalah sama. Reaksi fotokatalitik (reaksi yang berdasar pada fotokatalisis) dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, sedangkan reaksi katalitik jenis konvensional, aktivasi katalis dilakukan secara termal (Afrozi, 2010). Katalis yang berperan dalam fotokatalisis disebut fotokatalis.

Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut energi ambang atau energi sela (energi celah pita). Berdasarkan pengertian ini, semikonduktor merupakan bahan yang dapat berfungsi sebagai fotokatalis karena memiliki celah pita tersebut yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi seperti Gambar 2.2 (Gunlazuardi, 2001). Semikonduktor yang biasa digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalconide* (oksida : TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2 atau sulfida: ZnS , CdS) (Afrozi, 2010). (Liao *et al*, 2012) telah diteliti aktifitas fotokatalitiknya dibawah sinar UV untuk dekomposisi air. Tetapi, semikonduktor TiO_2 yang sering digunakan untuk dekomposisi air. Hal ini disebabkan TiO_2 memiliki beberapa keuntungan diantaranya mudah proses sintesisnya, tidak beracun, murah, memiliki kestabilan fisik dan kimia, memiliki aktifitas tertinggi sehingga titanium (IV) oksida sering menjadi semikonduktor yang dipakai untuk aktifitas fotokatalitik dekomposisi air. Proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor dapat dipahami dengan penjelasan seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3 (Gunlazuardi, 2001).



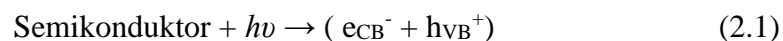
Gambar 2.2 Daerah energi pada semikonduktor (Licciulli, 2002)



Gambar 2.3 Skema proses fotoeksitasi pada suatu bahan semikonduktor (Licciulli, 2002)

Jika suatu semikonduktor dikenai cahaya ($h\nu$) dengan energi yang sesuai, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan pindah ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif (*hole*, disingkat sebagai h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan atau di dalam partikel *bulk*. Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor, sehingga h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia

yang ada disekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001). Jadi, pada proses fotoeksitasi dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada peristiwa ini adalah (Afrozi, 2010) :

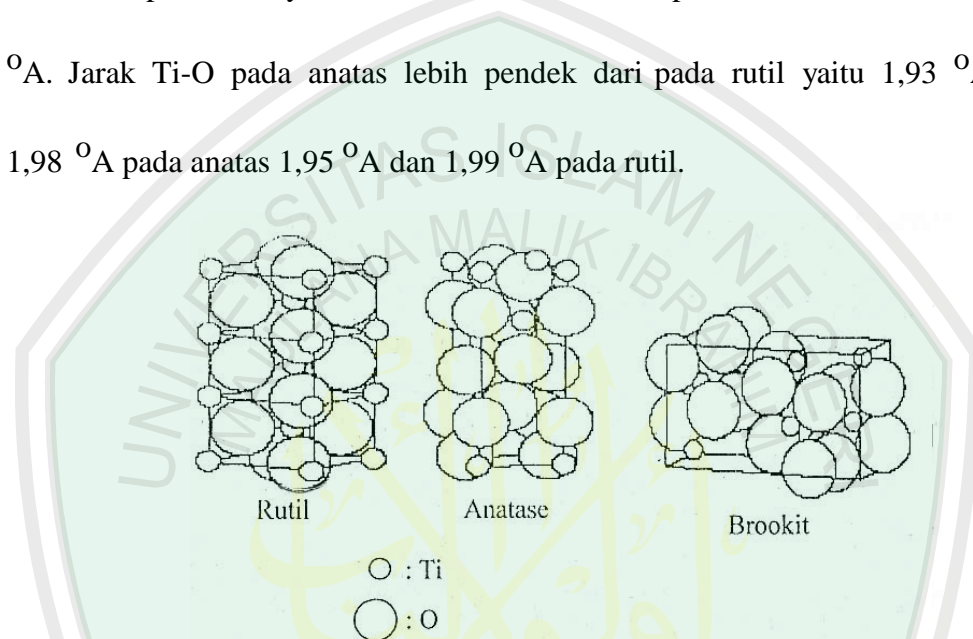


Titanium (IV) oksida merupakan material yang digunakan untuk *solar cell* dan fotokatalis untuk dekomposisi air, pelapisan material untuk membuat lapisan superhidrofilik dan lainnya. Struktur titanium (IV) oksida sangat menarik karena berbentuk tetragonal (rutil dan anatas) dan ortorombik (brookite). Diantara struktur titanium (IV) oksida tersebut, jenis anatas yang menunjukkan fotoaktifitas yang paling tinggi diantara bentuk kristal lainnya. Oleh karena itu titanium (IV) oksida hanya aktif di bawah sinar ultraviolet (panjang gelombang < 400 nm) dengan lebar celah pita 3,2 eV (anatas). Respon fotokatalis dalam daerah sinar UV di nilai kurang efisien mengingat cahaya matahari sangat melimpah di muka bumi, sehingga TiO₂ di doping dengan logam di harapkan mampu bergeser ke daerah sinar tampak (*visible*).

2.1.1 Tipe-Tipe Kristal TiO₂

Struktur kristal TiO₂ terdiri dari tiga macam, yaitu rutil, anatas dan brookit. Namun yang biasa digunakan untuk katalis fotodegradasi adalah rutil dan anatas (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001), karena anatas memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan rutil, sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan rutil. Besar *bandgap* yang dimiliki pun menjadi berbeda, pada anatas besar rentang energinya adalah 3,2 eV, sedangkan rutil 3,1 eV (Gunlazuardi, 2001).

Struktur kristal TiO_2 tampak pada Gambar 2.4. Anatas mampu menunjukkan aktivitas katalis fotodegradasi yang lebih tinggi (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001). Perbedaan struktur kristal antara anatas dan rutil adalah pada distorsi dan pola penyusunan rantai oktahedral. Jarak Ti-Ti pada anatas lebih besar dari pada rutil yaitu $3,79 \text{ \AA}$ dan $3,04 \text{ \AA}$ pada rutil $3,57 \text{ \AA}$ dan $2,96 \text{ \AA}$. Jarak Ti-O pada anatas lebih pendek dari pada rutil yaitu $1,93 \text{ \AA}$ dan $1,98 \text{ \AA}$ pada anatas $1,95 \text{ \AA}$ dan $1,99 \text{ \AA}$ pada rutil.



Gambar 2.4. Struktur kristal TiO_2 (Hazama, C. 2004)

Perbedaan struktur kisi pada anatas dan rutil menyebabkan perbedaan densitas massa, luas permukaan, sisi aktif dan struktur pita elektronik antara anatas dan rutil dengan massa jenis anatas $3,9 \text{ g/cc}$ dan untuk rutil $4,2 \text{ g/cc}$ (Tabel 2.1) (Linsebigler, *et. al.*, 1995). Struktur anatas memiliki *band gap* sebesar $3,2 \text{ eV}$ (setara dengan sinar $\lambda = 380 \text{ nm}$). Anatas memiliki sistem Kristal tetragonal dan grup ruang $I4_1/amd$, dengan parameter kisi: $a = 3,785 \text{ \AA}$ dan $c = 9,514 \text{ \AA}$ (Weirich, *et al.*, 2000). Struktur anatas lebih banyak digunakan sebagai fotokatalis karena reaktivitasnya yang tinggi, sedangkan struktur rutil banyak digunakan sebagai pigmen karena sifat penghamburan sinar yang efektif (Barakat, 2005).

Tabel 2.1 Perbandingan struktur kristal TiO₂ anatas dan rutil

Faktor perbedaan	Anatas	Rutil
energi Celah pita (E _g), Ev	3,3	3,1
Massa jenis (ρ), gr/cm ³	3,894	4,250
Jarak Ti-Ti, Å	3,79 dan 3,04	3,57 dan 2,96
Jarak Ti-O, Å	1,934 dan 1,980	1,949 dan 1980
Parameter kisi, Å	a = 3,784 c = 9,515	a = 4,593 c = 2,959

Sumber : Leisenberg, *et al.* (1995)

Perbedaan struktur kristal juga mengakibatkan perbedaan energi struktur pita elektroniknya. Tingkat energi hasil hibridisasi yang berasal dari kulit 3d titanium bertindak sebagai pita konduksi, sedangkan tingkat energi hasil hibridisasi dari kulit 2p oksigen bertindak sebagai pita valensi. Konsekuensinya posisi tingkat energi pita valensi, pita konduksi dan besarnya energi gap di antara keduanya akan berbeda bila lingkungan atau penyusun atom Ti dan O di dalam kristal TiO₂ berbeda, seperti pada struktur anatas (E_g= 3,2 eV) dan rutil (E_g= 3,0 eV) (Tjahjanto dan Gunlazuardi, 2001).

2.1.2 Karakter Ionik Senyawa TiO₂

Tidak ada senyawa ionik yang karakter ioniknya 100%. Setiap ikatan mempunyai karakteristik ikatan ionik dan kovalen. Hal ini didasarkan pada keelektronegatifan antar atom-atom yang berikatan. Jika nilai perbedaan keelektronegatifan 1,7 atau lebih maka ikatan tersebut cenderung ikatan ionik, dan apabila keelektronegatifan di bawah 1,7 maka ikatan tersebut cenderung ikatan kovalen (Effendy, 2010). Presentase karakter ionik ditunjukkan pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Presentase karekter ionik (Stark dan Wallace, 1975 dalam Effendy, 2010)

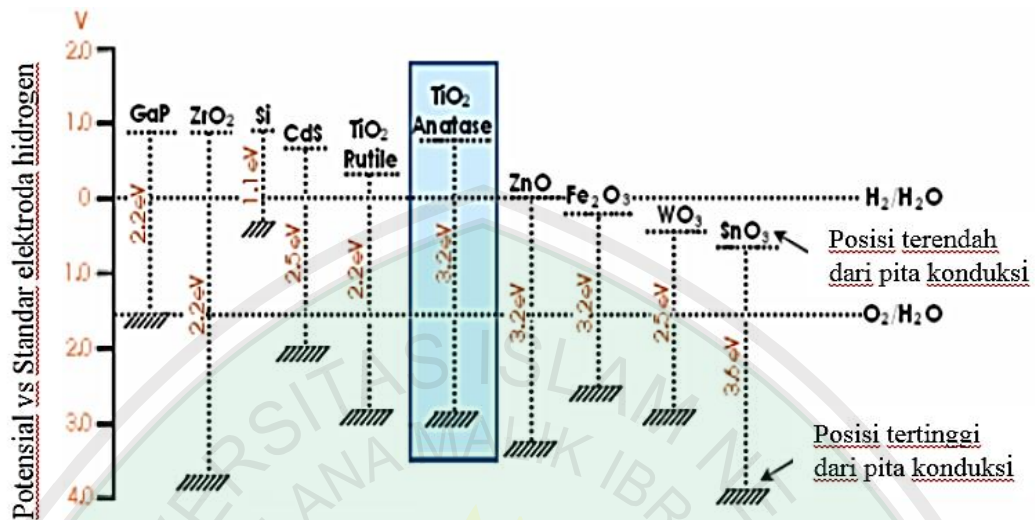
Perbedaan Keelektronegatifan	Presentase Ionik	Perbedaan Keelektronegatifan	Presentase Ionik
0,1	0,5	1,7	51
0,2	1	1,8	55
0,3	2	1,9	59
0,4	4	2,0	63
0,5	6	2,1	67
0,6	9	2,2	70
0,7	12	2,3	74
0,8	15	2,4	76
0,9	19	2,5	79
1,0	22	2,6	82
1,1	26	2,7	84
1,2	30	2,8	86
1,3	34	2,9	88
1,4	39	3,0	89
1,5	43	3,1	91
1,6	47	3,2	92

Keelektronegatifan atom-atom Ti dan atom O dalam skala pauling adalah 1,54 dan 3,44. Perbedaan keelektronegatifan antara kedua atom tersebut adalah 1,90 (Effendy, 2010). Berdasarkan hal tersebut maka ikatan TiO_2 cenderung memiliki ikatan ionik.

2.2 Proses Fotokatalis Semikonduktor TiO_2

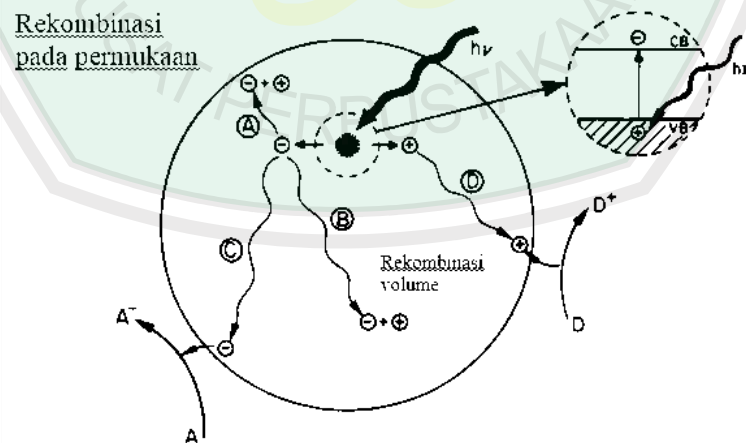
Fotokatalisis merupakan suatu proses yang dapat diterapkan untuk pemulihan lingkungan. Fotokatalisis memanfaatkan foton (cahaya) tampak atau ultraviolet untuk mengaktifkan katalis yang kemudian bereaksi dengan senyawa kimia yang berada pada atau dekat dengan permukaan katalis. Posisi pita konduksi dan pita valensi menentukan karakter fotokatalisis dalam hal kebutuhan energi foton yang diperlukan untuk mengaktifkannya dan berapa besar kekuatan oksidasi atau reduksinya setelah diaktifkan. Gambar 2.5 memperlihatkan besarnya energi celah, posisi pita valensi, pita konduksi beberapa semikonduktor

dan komparasinya dengan potensial redoks relatif terhadap standar elektroda hidrogen (Palupi, 2006).



Gambar 2.5 Nilai energi gap dari berbagai semikonduktor (Palupi, 2006)

Proses awal terjadinya fotokatalis bahan organik dan anorganik oleh semikonduktor adalah pembuatan elektron dan *hole* di dalam partikel semikonduktor. Eksitasi elektron dari pita valensi (VB) ke pita konduksi (CB) ditunjukkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Fotoeksitasi elektron pada semikonduktor (Linsebigler *et. al.*, 1995)

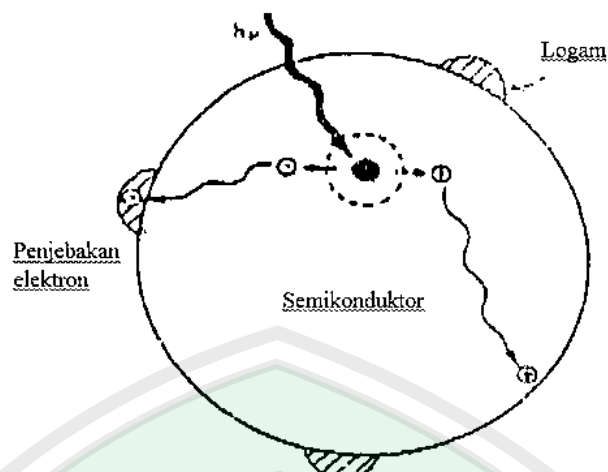
Jika suatu semikonduktor tipe n dikenai cahaya dengan energi yang sesuai, maka elektron akan pindah dari pita valensi ke pita konduksi, dan meninggalkan lubang positif ($hole^+$, disingkat h^+) pada pita valensi. Sebagian besar pasangan e^- dan h^+ ini akan berekombinasi kembali, baik di permukaan (jalur A) atau di dalam bulk partikel (jalur B). Sementara itu sebagian pasangan e^- dan h^+ dapat bertahan sampai pada permukaan semikonduktor (jalur C dan D), dimana h^+ dapat menginisiasi reaksi oksidasi dan dilain pihak e^- akan menginisiasi reaksi reduksi zat kimia yang ada di sekitar permukaan semikonduktor (Gunlazuardi, 2001).

Ketika terjadi penyerapan foton dengan energi $h\nu$ yang besarnya sesuai atau melebihi perbedaan energi E_g dari semikonduktor, maka elektron (e^-) berpindah dari VB menuju CB, meninggalkan *hole* yang bermuatan positif di VB. Peristiwa eksitasi elektron ini kemudian diikuti oleh beberapa proses selanjutnya, yaitu:

1. Rekombinasi elektron dan *hole* di dalam semikonduktor (B) atau di permukaannya (A), yang masing-masing disertai dengan pembebasan energi panas
2. Pemerangkapan elektron dan *hole* dalam keadaan permukaan yang metastabil
3. Reduksi suatu akseptor elektron oleh elektron (CB)
4. Oksidasi suatu donor elektron oleh *hole* VB (D)

Hole merupakan oksidator yang kuat, sedangkan elektron merupakan reduktor yang baik. Sebagian besar reaksi fotodegradasi senyawa organik

menggunakan kekuatan *hole* untuk mengoksidasi baik secara langsung maupun tidak langsung, sehingga untuk mempertahankan muatan perlu ditambahkan spesies lain yang dapat tereduksi oleh elektron. Oleh karena itu tingkat keefektifan semikonduktor meningkat dengan modifikasi permukaan semikonduktor dengan logam tertentu, dan kombinasi semikonduktor atau bahan matrik lainnya (Hoffman *et al.*, 1995). Penambahan logam pada semikonduktor akan menyebabkan perubahan distribusi elektron, sehingga permukaan semikonduktor juga mengalami perubahan sifat. Akibatnya efisiensi reaksi fotokatalitik meningkat, yang dapat terjadi dengan penambahan jumlah produk yang dihasilkan atau kecepatan reaksi yang semakin besar. Selain itu, penambahan logam dapat meningkatkan serapan sinar dari daerah UV ke daerah sinar tampak, sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis (Choi, *et al.* 2009). Modifikasi semikonduktor dengan penambahan logam dapat diilustrasikan pada (Gambar 2.7) menunjukkan bahwa logam menutupi sebagian kecil permukaan semikonduktor. Setelah tereksitasi, elektron akan bermigrasi dan terperangkap di dalam logam, sehingga rekombinasi elektron-*hole* terhalangi. Kemudian *hole* akan bebas berdifusi menuju permukaan semikonduktor, sehingga oksidasi senyawa organik dapat terjadi (Linsebigher, *et al.*, 1995).



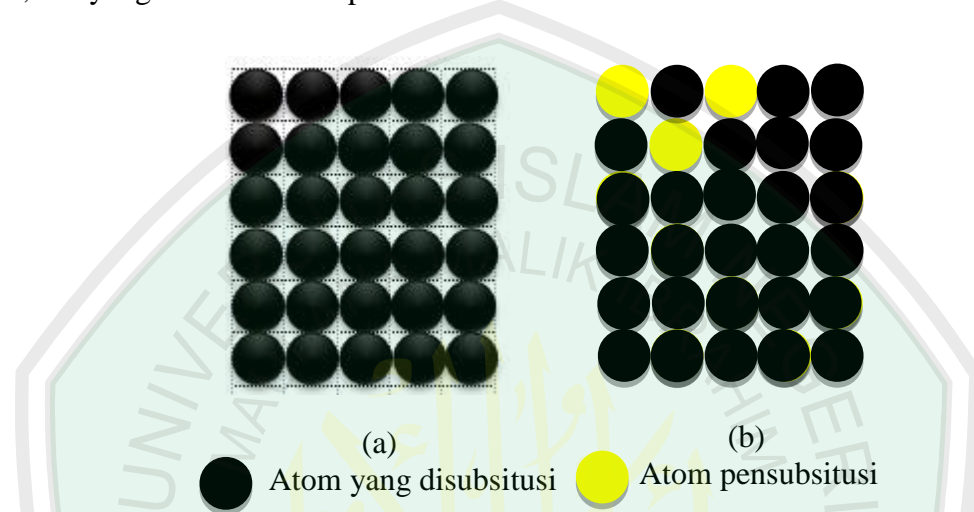
Gambar 2.7 Mekanisme migrasi elektron pada permukaan semikonduktor termodifikasi logam (Linsebigher, *et al.*, 1995)

2.3. Pengaruh Doping Katalis terhadap Energi *Ban Gap*

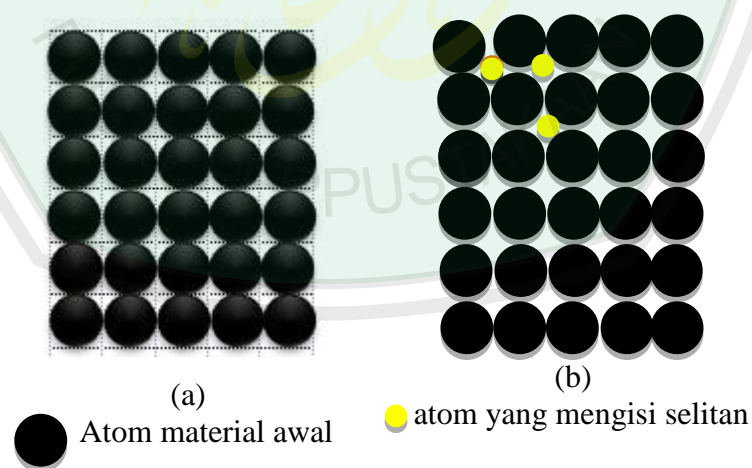
Berbagai pendekatan telah banyak dikembangkan untuk memperlebar daerah spektra serapan material TiO₂ tersebut antara lain dengan memberikan doping berupa logam-logam lain pada struktur TiO₂. Mengingat penggunaan material TiO₂ sebagai fotokatalis masih dinilai belum efisien karena lebih dari 98 % cahaya matahari yang mencapai bumi berada pada rentang daerah sinar tampak ($\lambda > 400$ nm) (Wu dan Chen, 2004). Doping merupakan suatu proses pemasukan atom lain (dopan) yang bertujuan untuk memperbaiki sifat-sifat bahan sesuai peruntukannya, salah satunya meningkatkan konduktivitas semikonduktor atau mendapatkan semikonduktor yang memiliki celah pita yang lebih rendah dari aslinya (Lestari, 2009).

Logam yang dapat bertindak sebagai dopan antara lain mangan (khususnya dalam bentuk Mn³⁺), vanadium, kromium, serium, selenium, iron, nikel, aluminium, timbal, perak, zirconium, seng dan kobal (Zaleska, 2008). Ion V³⁺ dapat mensubstitusi Ti⁴⁺ pada kisi kristal karena jari-jari ion yang mirip dengan ion Ti⁴⁺ (V³⁺ = 0,78 Å dan Ti⁴⁺ = 0,745 Å). Jika perbandingan jari-jari

logam host dengan logam dopan tidak lebih dari 15%, maka dimungkinkan larutan padat mengalami substitusi. Jika perbandingan jari-jari dopan yang dimasukkan sama atau lebih kecil dari host, maka dimungkinkan larutan padat mengalami inertisi (Effendy, 2010), seperti perbandingan V dengan konsentrasi 0,3 % yang di ilustrasikan pada Gambar 2.8 dan 2.9.

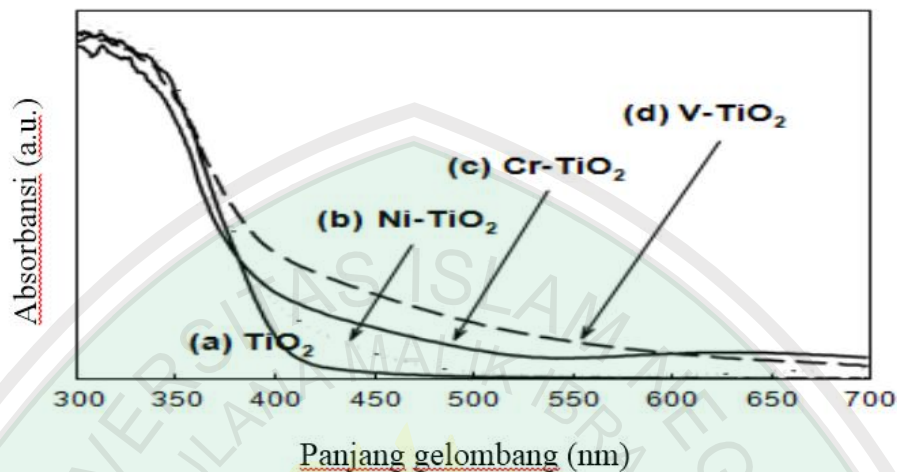


Gambar 2.8 Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah susbsitisi atom (a) susunan atom awal (b) susunan atom pada larutan padat substitusi (Effendy, 2010)



Gambar 2.9 Perbedaan susunan atom material awal dan material setelah inertisi atom (a) susunan atom awal (b) susunan atom pada larutan padat inertisi (Effendy ,2010)

Choi, *et al.* (2009) melaporkan bahwa doping TiO₂ anatase dengan 0,3 % V³⁺ dapat meningkatkan serapan sinar dari daerah UV ke daerah tampak sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis, seperti pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 UV/vis diffuse reflectance spectra (DRS), Variasi dopan pada *host*: (a) TiO₂, (b) Ni-TiO₂, (c) Cr-TiO₂, and (d) V-TiO₂ (Choi, *et al.* 2009).

Pada Gambar 2.10 dapat diketahui bahwa TiO₂ anatase tanpa terdoping menghasilkan batas serapan UV-Vis pada 400 nm, Ni-TiO₂ dan Cr-TiO₂ menghasilkan perluasan spektra antara 400-500 nm, sedangkan V-TiO₂ menghasilkan perluasan spektra paling besar yaitu antara 400-700 nm. Dari data tersebut dapat diharapkan bahwa V³⁺ mampu memberikan aktivitas fotokatalisis yang lebih efisien, karena mempunyai spektra yang paling lebar. Akan tetapi, konsentrasi dopan tertentu dapat menaikkan pergeseran spektra. Doping dengan material logam pada konsentrasi tertentu dilaporkan dapat menurunkan suhu transisi fasa material TiO₂ dari struktur anatase menjadi rutil. Hal ini dapat disebabkan oleh penurunan *life time* elektron yang dapat meningkatkan cacat (defek) kristal seiring dengan penambahan konsentrasi dopan. Peningkatan cacat kristal dapat meningkatkan probabilitas rekombinasi antara elektron dan *hole* sehingga aktivitas katalis semakin menurun.

Penelitian Choi. *et al.* (2009) menghasilkan fraksi rutil pada *host* anatase pada suhu sintesis yang relatif rendah yaitu 400 °C. Secara teoritis transisi fasa tersebut terjadi pada suhu sekitar 900 °C. Berdasarkan hasil tersebut, maka penentuan konsentrasi dopan pada material TiO₂ menjadi signifikan untuk diteliti guna menghasilkan serapan sinar pada daerah sinar tampak.

2.4 Metode Sintesis Semikonduktor TiO₂

Sintesis Semikonduktor TiO₂ dapat dilakukan dengan berbagai metode antara lain metode padatan-sonikasi.

2.4.1 Metode Sintesis Padatan-Sonikasi

Reaksi padatan adalah reaksi antara campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang berupa padatan dengan melibatkan pemanasan beberapa komponen pada temperature tinggi selama periode yang lama. Reaksi fasa padat merupakan metode yang paling banyak digunakan dalam mensintesis bahan anorganik. Dalam reaksi kimia padat, melibatkan pemanasan antara campuran dua padatan atau lebih untuk membentuk suatu padatan baru. Di dalam reaksi kimia padat terjadi proses difusi. Adapun laju reaksi dalam reaksi kimia padat ditentukan oleh tiga hal (Ismunandar, 2006):

a. Luas kontak padatan pereaksi

Untuk mempercepat reaksi, bisa dengan cara memperluas permukaan padatan pereaksi. Hal ini bisa dilakukan dengan memperkecil ukuran atau dengan membuat pelet dari campuran berbagai pereaksi. Pembuatan dalam bentuk pelet selain bertujuan memperluas kontak padatan pereaksi juga bertujuan meminimalkan kontak dengan krusibel.

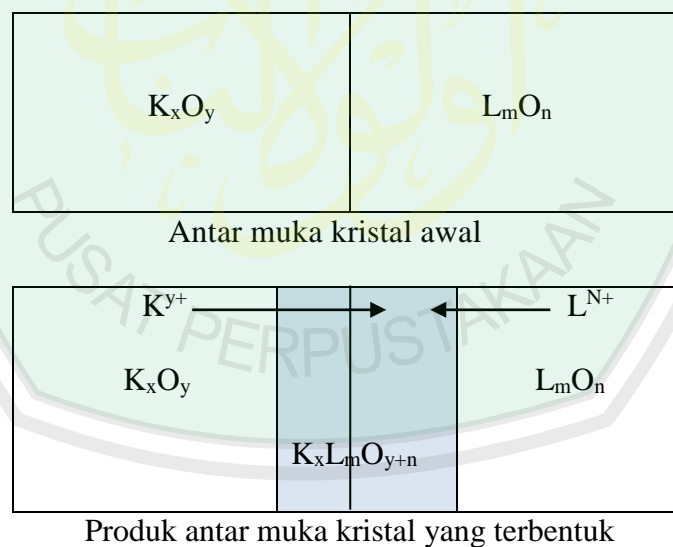
b. Laju nukleasi fasa produk

Laju nukleasi dapat ditingkatkan dengan cara menggunakan reaktan yang memiliki struktur kristal yang mirip dengan struktur kristal produk.

c. Laju difusi

Laju difusi bisa ditingkatkan dengan cara meningkatkan temperatur dan memasukkan cacat atau defek. Defek dapat dimasukkan dengan memulai reaksi dengan reagen yang terdekomposisi dulu sebelum atau selama bereaksi.

Metode reaksi padatan berjalan lebih lambat dibandingkan dengan reaksi pada fasa cair. Oleh karena itu dipengaruhi oleh suhu dan lamanya waktu kalsinasi, sehingga terjadi proses difusi kation, seperti di ilustrasikan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Skema proses difusi kation yang terjadi pada pembentukan $K_xL_mO_{y+n}$ yang dibentuk dari K_xO_y dan L_mO_n (Ismunandar, 2006)

Liu, *et al.* (2005) menyatakan bahwa TiO_2 terdoping logam Zn (Zn^{2+}) yang disintesi dengan metode padatan lebih baik dibandingkan dengan metode *sol-gel*. Degradasi rhodamin-B sempurna dilakukan oleh TiO_2 -Zn dengan metode

reaksi padatan dalam waktu 50 menit, sedangkan dengan menggunakan metode *sol-gel* selama 60 menit. Material yang dihasilkan dengan metode reaksi padatan dilaporkan memiliki kualitas (kemurnian) dan kuantitas yang lebih baik dibandingkan metode *sol-gel* atau kopresipitasi (Idayati, 2008). Meskipun demikian, metode padatan memiliki kekurangan diantaranya suhu sintesis yang digunakan relatif tinggi untuk dapat meningkatkan laju difusi Liu, *et al.* (2005). Mustofa, (2014) melaporkan bahwa hasil material TiO_2 yang terdoping vanadium (V) yang disintesis menggunakan metode padatan dengan konsentrasi dopan 0,3 %, 0,5%, dan 0,7 % berturut-turut sebesar 47,67 nm, 79,65 nm, dan 68,99 nm. Hal ini diduga dapat menyebabkan aktivitas fotokatalisis menjadi lebih rendah karena luas permukaan yang lebih kecil.

2.4.1.1 Proses Mekanisme Reaksi pada V-TiO₂

Pada sintesis TiO_2 anatas terdoping vanadium (III) terdapat dua kemungkinan reaksi yang terjadi yaitu reaksi substitusi dan intertisi.

a) Reaksi substitusi

Larutan padatan substitusi dapat dilihat pada Gambar 2.8. Pada gambar tersebut dapat terjadi jika memenuhi 3 syarat yaitu (Hume dan Rothery dalam Effendy, 2010).

- 1) Perbedaan jari-jari atom logam yang dipadukan tidak lebih dari 15%
- 2) Dua logam yang dipadukan memiliki struktur kristal yang sama.
- 3) Dua logam yang dipadukan memiliki sifat kimia yang sama khususnya elektrovalensi yang sama.

Apabila salah satu persyaratan tidak terpenuhi maka dua logam yang dipadukan hanya dapat membentuk padatan dengan rentangan komposisi tertentu. Dalam hal

ini ada kecenderungan bahwa rentangan komposisi yang diperoleh semakin kecil dengan semakin banyaknya persyaratan yang tidak terpenuhi (Effendy, 2010).

Berdasarkan paparan di atas dapat diketahui bahwa doping TiO₂ anatas terdoping vanadium (III) terjadi reaksi padatan substitusi. Hal ini dikarenakan jari-jari ion V³⁺ yang mirip dengan ion Ti⁴⁺ dan tidak lebih dari 15% ($V^{3+} = 0,78 \text{ \AA}$; $Ti^{4+} = 0,785 \text{ \AA}$).

b) Reaksi Intertisi

Larutan padatan intertisi dapat dilihat pada Gambar 2.9. Mekanisme ini hampir tidak biasa, karena struktur hampir tidak memiliki tempat intertisi yang cukup besar untuk menampung anion tambahan. Hal ini tampaknya lebih cenderung terjadi pada struktur *fluorite* dalam kasus-kasus tertentu. Misalnya kalsium florida dapat melarutkan sejumlah kecil yitrium florida. Jumlah kation tetap dengan ion Ca²⁺, ion Y³⁺ tidak teratur pada tempat kalsium.

2.4.2 Sonikasi Hasil Sintesis Padatan

Sonikasi merupakan proses kimia menggunakan teknologi suara dengan frekuensi 20 kHz – 10 MHz. Suara ultrasonik yang menjalar di dalam medium cair memiliki kemampuan menciptakan gelembung di dalam medium tersebut secara terus-menerus yang kemudian dengan cepat terjadi *implosion*. Pada tekanan dan temperatur tinggi bisa menghasilkan energi kinetik luar biasa besar yang berubah menjadi energi panas. Energi kinetik yang besar bisa menyebabkan material terpecah menjadi berukuran kecil/ nano (Suslick dan Price, 1999). Sehingga material fotokatalis dengan luas permukaan tinggi dapat dihasilkan dengan mengontrol ukuran partikel tersebut.

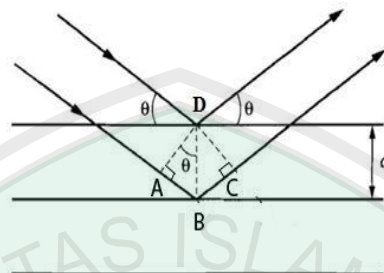
Kontrol ukuran partikel dapat dilakukan dengan metode padatan-sonikasi doping vanadium (III) pada material semikonduktor TiO_2 dan diharapkan mampu berukuran nanometer, sehingga menghasilkan luas permukaan katalis yang lebih besar. Hasil penelitian yang dilakukan oleh Delmifiana, B dan Astuti (2013) melaporkan bahwa hasil sampel A (tanpa sonikasi) memiliki ukuran yang lebih besar (57,8 nm) dibandingkan dengan sampel B yang disonikasi (41,6 nm). Hal ini membuktikan bahwa hasil sonikasi berpengaruh terhadap ukuran kristal, dimana sampel yang disintesis menggunakan metode sonikasi mempunyai ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan tanpa sonikasi. Meskipun demikian, metode sonikasi selain dapat memperkecil ukuran juga dapat menurunkan kristalinitas (Caesaria dan Belvanita). Berdasarkan hal tersebut, maka dilakukan metode sintesis padatan dilanjutkan sonikasi dengan tujuan dapat memperoleh suatu senyawa yang memiliki kristalinitas yang tinggi dan ukuran partikel yang kecil. Sehingga dapat meningkatkan efisiensi fotokatalis.

2.5 Karakterisasi TiO_2 Anatas terdoping Vanadium (III)

2.5.1 Karakterisasi Struktur Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) digunakan untuk mengidentifikasi struktur dan kristalinitas dalam material dengan cara menentukan parameter kisi. Pola difraksi yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif yang bervariasi sepanjang nilai 2θ tertentu. Besarnya intensitas relatif puncak dari deretan puncak tersebut bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada, dan distribusinya di dalam sel satuan material tersebut. Pola difraksi setiap padatan kristalin adalah khas, yang bergantung pada kisi kristal, unit parameter, dan

operasi simetri pada struktur material tersebut. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Rofiatun, 2013)



Gambar 2.12 Ilustrasi pantulan Bragg oleh atom-atom dalam kristal

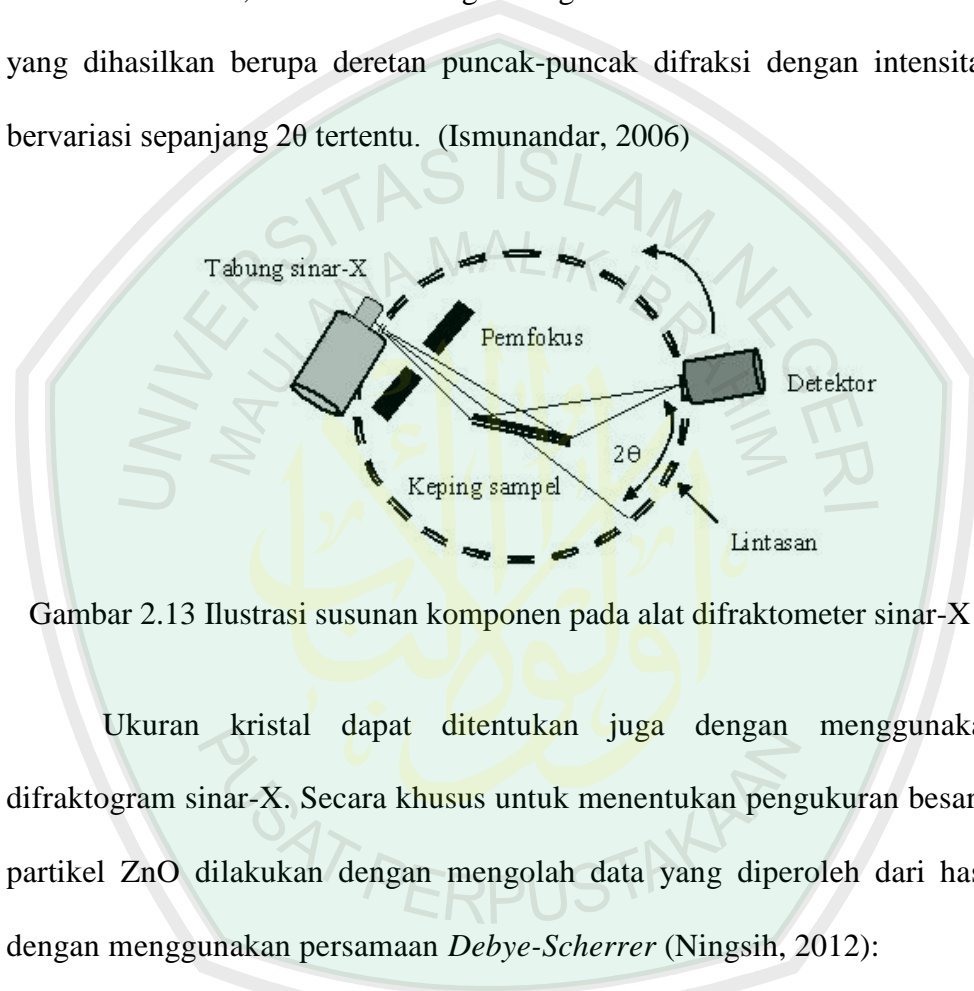
Prinsip dasar XRD adalah hamburan sinar X yang mengenai bidang-bidang dalam kristal yang tersusun secara teratur dan berulang (Gambar 2.12). Berdasarkan Gambar 2.12, bidang-bidang yang berjarak d hkl akan menghamburkan sinar-X yang mengenainya dengan sudut difraksi tertentu sesuai persamaan Bragg (Ismunandar, 2006)

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

Notasi n = kelipatan bilangan bulat, λ = panjang gelombang sinar-X, θ = sudut difraksi, d = jarak antar bidang.

Setiap kristal memiliki bidang-bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas yaitu pada Indeks Miller tertentu (Rofiatun, 2013). Sinar-X yang dihamburkan oleh bidang miller tertentu akan memberikan interferensi gelombang yang saling menguatkan (konstruktif) dan saling meniadakan (destruktif). Pola difraksi konstruktif dan destruktif ini khas untuk masing-masing kristal, sehingga analisis XRD akan memberikan pola difraktogram yang khas pula (Rofiatun, 2013).

Instrumentasi XRD serbuk digunakan sebuah detektor, biasanya tabung Geiger-Muller atau detektor sintilasi untuk mengukur posisi berkas terdifraksi. Detektor melakukan *scan* ke sekeliling sampel melalui suatu lingkaran yang memotong kerucut difraksi pada berbagai puncak difraksi (Gambar 2.13). Intensitas sinar-X, terdeteksi sebagai fungsi sudut difraksi 2θ . Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang 2θ tertentu. (Ismunandar, 2006)



Gambar 2.13 Ilustrasi susunan komponen pada alat difraktometer sinar-X serbuk

Ukuran kristal dapat ditentukan juga dengan menggunakan data difraktogram sinar-X. Secara khusus untuk menentukan pengukuran besar kristalit partikel ZnO dilakukan dengan mengolah data yang diperoleh dari hasil XRD dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer* (Ningsih, 2012):

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (2.1)$$

Notasi D adalah ukuran diameter kristalit, k adalah konstanta sherrer (0,89), λ adalah panjang gelombang difraksi sinar-X, β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian).

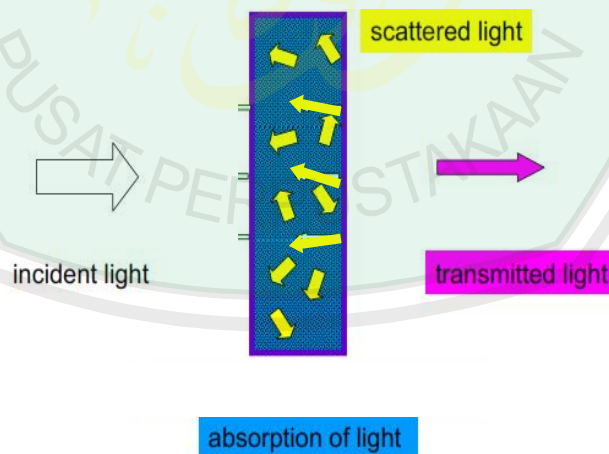
2.5.2 Penentuan Energi Gap Spektrofotometri UV-Vis Difusi Reflektansi

Spektrofotometer UV-Vis DRS dapat digunakan untuk mengukur besarnya energi yang di absorpsi, di transmisi, dan direfleksikan jika suatu zat diradiasi dengan sinar monokromatis, maka radiasi ini akan dipantulkan (refleksi), di absorpsi, dan di transmikan. Besarnya nilai intensitas sesuai persamaan berikut:

$$I_0 = I_r + I_a + I_t \quad \dots\dots\dots (2.2)$$

Notasi: I_0 = intensitas sinar datang, I_r = intensitas sinar yang di refleksikan, I_a = intensitas sinar yang di absorpsi, dan I_t = intensitas sinar yang di transmikan (Gambar 2.14).

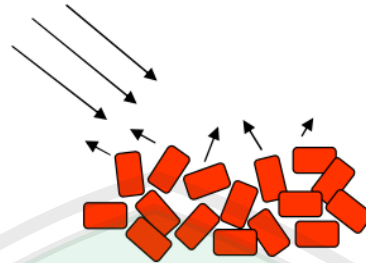
Sampel larutan untuk intensitas refleksi dapat diabaikan dengan penggunaan kuvet dan pelarut yang sama (blanko). Hubungan antara intensitas cahaya yang di absorb/di transmikan, ketebalan larutan dan konsentrasi larutan diturunkan secara empirik dengan hukum Lambert-Beer (Gandjar dan Rohman, 2007).



Gambar 2.14 Intensitas sinar dengan sampel (Jentoft, 2004)

Sampel bubuk (Gambar 2.15), permukaan dari partikel-partikel dengan ukuran kecil dapat menghasilkan refleksi berulang-ulang (multiple reflection)

yang disebut dengan “*Diffuse Reflectance*”. Spectra yang dihasilkan dari proses ini disebut dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) (Jentoft, 2004).



Gambar 2.15 Sampel bubuk dengan orientasi kristal yang random menghasilkan refleksi sinar yang menyebar

Diffuse Reflectance Spectra (DRS), diturunkan secara empiris dengan

Kubelka-Munk (K-M) Function:

$$(FR_{\infty}) = \frac{(1-R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} = k/s \quad \dots\dots\dots (2.3)$$

Notasi k = koefisien absorbansi, s = koefisien scattering, dan R_{∞} = reflektansi relative terhadap standar (terukur).

Penentuan energi celah pita dapat ditentukan melalui hubungan fungsi Kubelka-Munk dengan energi. Perhitungan diplotkan antara $y = (K-M \cdot hv)^{1/2}$ dengan $X = hv$ (Abdullah, 2010). Energi celah pita ditentukan pada $y=0$.

2.6 Ulul Albab dalam Al-Qur'an

Berpikir adalah salah satu tipologi terpenting manusia. Berpikir merupakan salah satu nikmat di antara nikmat-nikmat Ilahi yang dianugerahkan Tuhan kepada manusia dan berulang kali al-Quran menyeru manusia untuk menggunakan akal dan pikirannya. Sebagaimana diperintahkan Allah kepada manusia untuk senantiasa memperhatikan, merenungkan dan memikirkan segala

bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi maupun di antara keduanya, yang dijelaskan oleh firman Allah dalam Q.S Ali Imran Ayat 190 – 191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ۗ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ۗ

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."*”

Yang dimaksud dengan *ulul albab* (orang-orang yang berakal) ialah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, serta mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah Swt dan senantiasa mengingat Allah Swt dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring (Shihab, 2002). Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah Swt yang sia-sia atau tidak memiliki manfaat. logam termasuk salah satu ciptaan Allah Swt yang memiliki banyak manfaat, manfaat logam khususnya TiO_2 dan V_2O_3 tersebut dapat ditingkatkan dengan jalan berpikir. Tafsir *Al-Maraghi* memberikan penjelasan pada ayat 191 bahwa tidak ada segala sesuatu ciptaan Allah yang tidak memiliki arti dan sia-sia, bahkan semua ciptaan-Nya adalah hak yang mengandung hikmah dan maslahat yang besar namun hanya orang-orang yang senantiasa mengingat Allah serta mau memikirkan tentang segala penciptaanNya yang mampu mengambil hikmah serta

manfaat. Tafsir Ath-Thabari menafsirkan pada ayat 191 bahwa mengingat Allah sambil berdiri atau duduk adalah sifat orang-orang yang berakal. Firman Allah swt. *“Dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi.”* Maknanya adalah, “Mereka mengambil pelajaran dari semua penciptaan itu, lalu mereka tahu bahwa tidak ada yang membuatnya kecuali Dia, sehingga manusia mengetahui tanda-tanda jelas atas kebesaran-Nya. Hal tersebut merupakan sifat dari *ulul albal* (berfikir).

Tafsir Al Qurthuby dijelaskan bahwa dalam penghujung surat Ali Imran ini Allah SWT memerintahkan untuk memperhatikan dan mencari bukti-bukti dalam tanda-tanda kekuasaan-Nya agar keimanan umat ini bersandar kepada bukti yang meyakinkan atas kebenaran dan kekuasaan Allah SWT. Bukan keimanan yang dibangun dengan taqlid semata. Ulil Albab adalah orang-orang yang menggunakan akal untuk memperhatikan bukti-bukti kekuasaan Allah SWT.

Pendapat ulama mengenai ringkasan makna dua ayat ini adalah mereka yang menyaksikan, didasari dengan pemikiran dan perenungan, penciptaan langit-langit dan bumi, silih bergantinya siang dan malam, pemikiran dan perenungan ini menyebabkan mereka senantiasa akan mengingat Tuhan. Dengan perantara ini mereka akan menyadari bahwa Allah Swt segera akan membangkitkan mereka dan atas dasar itu ia memohon rahmat-Nya serta meminta supaya janji yang diberikan kepada mereka dapat terealisasi baginya.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik UIN Maliki Malang, Laboratorium Instrumentasi Kimia ITS Surabaya, dan Laboratorium Kimia Universitas Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: gelas arloji, spatula, neraca analitik, mortar agate, *furnace*, krusibel alumina, oven, gelas ukur 50 mL, erlenmeyer 100 mL, statif, gelas arloji, *ultrasonic cleaner* (Branson *Ultrasonics* model B3510-MT), *X-Ray Diffraction* bubuk (XRD, Philip E'xpert Pro), dan Spektrofotometer UV Vis *diffuse reflectance*.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TiO₂ anatas (Sigma Aldrich, 98%), V₂O₃ (Sigma Aldrich), aseton p.a, akuades, akuademin (Gold Eagle), dan etanol p.a.

3.3 Tahapan Penelitian

Tahapan-tahapan dalam penelitian ini (Lampiran 1) adalah:

1. Sintesis material TiO_2 anatas terdoping vanadium (III) menggunakan metode reaksi padatan (*solid state reaction*) sonikasi dengan variasi konsentrasi dopan 0,3 ; 0,5 ; 0,7 dan 0,9 %.
2. Karakterisasi struktur material TiO_2 anatas terdoping Vanadium (III).
3. Karakterisasi daerah serapan sinar dan energi celah pita dengan DRS (*Diffuse Reflectance Spectron*).

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Sintesis Material TiO_2 Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi

Sintesis TiO_2 terdoping Vanadium (III) dilakukan dengan cara mencampurkan secara stoikiometrik Vanadium (V_2O_3) dan TiO_2 anatas pada mortar agate. Jumlah padatan TiO_2 dan V_2O_3 disesuaikan dengan hasil perhitungan stoikiometri dari komposisi yang diharapkan, berdasarkan persen vanadium terhadap material yang terbentuk yaitu 0,3 ; 0,5 ; 0,7 dan 0,9 % (Lampiran 2). Campuran digerus selama 5 jam untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran homogen, selanjutnya dipress dalam bentuk pelet. Pelet disinterring pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam , kemudian diulangi perlakuan dari penggerusan sampai tahap akhir sintesis untuk sampel hasil sinterring sebanyak 2 kali. Hasil sintesis diperkecil ukuran butirannya dengan *water bath sonicator* selama waktu aktif total 2 jam, menggunakan pelarut etanol : aquademin (2:1). Hasil sonikasi diuapkan di dalam oven pada temperature $105\text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.2 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X Serbuk

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa dan menentukan kiralinitas sampel. Difaktometer yang digunakan adalah XRD, merk Philip, tipe: X'pert Pro. Pengukuran dilakukan dengan Cu sebagai logam target, teisi generator 40 kV dan arus 30 mA, sehingga dihasilkan radiasi Cu K α . Pola difraksi sinar-X merepresentasikan intensitas puncak difraksi sebagai fungsi dari sudut 2 θ . Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difaktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS-TiO₂ anatas (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui perubahan fasa dari TiO₂ setelah diberi perlakuan. Proses *refinement* juga akan dilakukan terhadap XRD menggunakan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

Berdasarkan difaktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel rata-rata TiO₂ hasil sintesis dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*:

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

Keterangan:

D = ukuran partikel (nm) λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9) β = integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian)

Sehingga, akan didapatkan ukuran rata-rata partikel TiO₂ hasil sintesis.

3.4.3 Karakterisasi daerah Serapan Sinar dan Energi Celah Pita (*band gap*) dengan DRS (*Diffuse Reflectance Spectron*).

Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) dilakukan untuk mengetahui serapan sinar dari material hasil sintesis. Sampel yang akan dikarakterisasi dalam bentuk serbuk halus ditempatkan pada *sample holder*

kemudian diukur persentase reflektansinya pada 200 – 600 nm. Energi celah pita dari sampel ditentukan dengan ekstrapolasi plot $(K-M hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv) sesuai dengan pendekatan teori Kubelka Munk.

3.5 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difaktogram yang akan dibandingkan dengan standar JCPDS TiO₂ anatas (JCPDS No. 21-1272) untuk mengetahui struktur hasil sintesis dari TiO₂ setelah diberi doping vanadium. Data XRD juga akan dilakukan proses *refinement* struktur dengan program Rietica untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.
2. Berdasarkan difaktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan *Debye-Sherrer*:

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

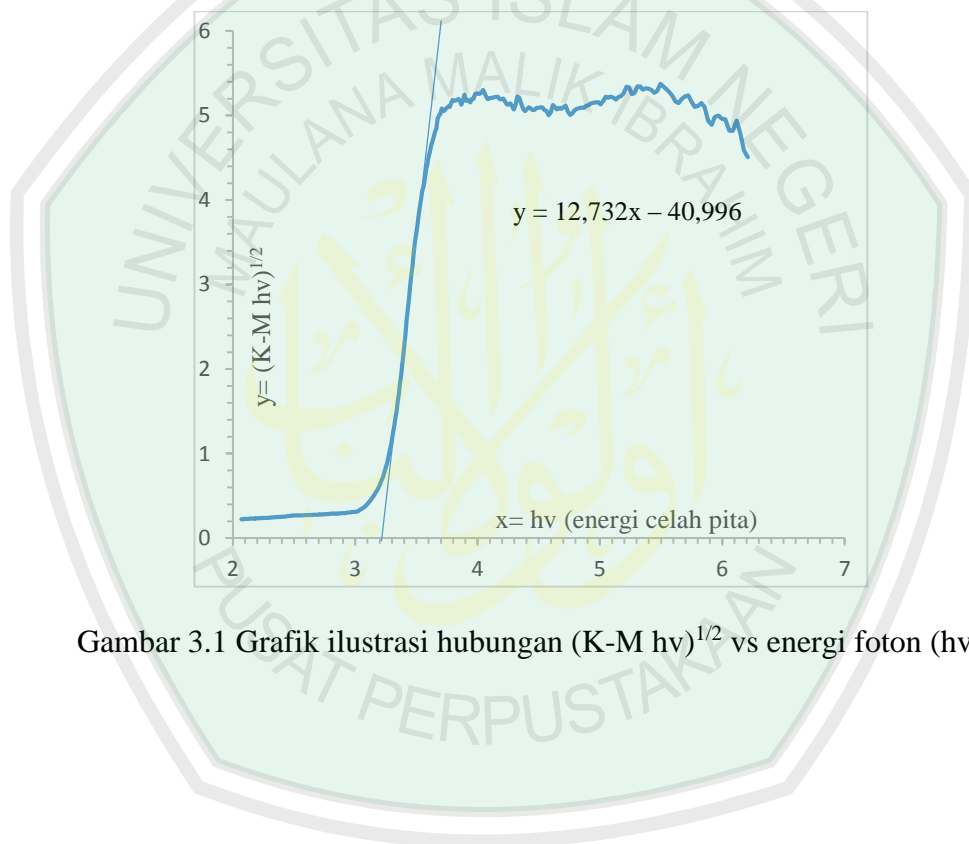
Keterangan:

D = ukuran partikel (nm) λ = panjang gelombang radiasi

K = konstanta (0,9) β = integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian)

3. Hasil karakterisasi daerah serapan sinar dan penentuan energi celah pita dari sampel dengan menggunakan pengukuran *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) diukur presentasi reflektansinya pada 200 – 600 nm. Perhitungan dilakukan dengan pendekatan teori Kubelka Munk. Data persentase reflektansi (%R) yang diperoleh di ubah menjadi reflektansi (R). Energi *band gap* sampel ditentukan dari spektra tersebut dengan membuat plot

antara antara $(K-M \cdot hv)^{1/2}$ (sebagai sumbu Y) vs energi foton (hv) (sebagai sumbu X). Energi foton (hv) bisa dihitung dari data panjang gelombang yang terukur, dimana E (eV) = hc/λ . Energi celah pita ditentukan dengan cara menarik garis linear yang melewati daerah tersebut, kemudian menentukan persamaannya. Persamaan linear selanjutnya dicari nilai x (hv = energi celah pita) ketika $y = 0$, seperti di ilustrasikan pada Gambar 3.1. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi.



Gambar 3.1 Grafik ilustrasi hubungan $(K-M \cdot hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini akan dibahas hasil-hasil yang diperoleh selama pelaksanaan penelitian mengenai “Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO_2 Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan Sonikasi”. Karakterisasi dalam penelitian ini adalah terkait dengan struktur, ukuran kristal, energi celah pita (*band gap*), dan daerah serapan sinar.

4.1 Sintesis TiO_2 Anatas Terdoping Vanadium (III) dengan Metode Reaksi Padatan-Sonikasi

Penelitian ini, fotokatalis V- TiO_2 disintesis dengan menggunakan metode reaksi padatan dilanjutkan sonikasi. Metode padatan dipilih karena menghasilkan kristalinitas yang tinggi dan kuantitas (jumlah) yang lebih baik dibandingkan metode sol-gel atau kopresipitasi dalam mensintesis oksida perovskit (idayati, 2008). Sonikasi dipilih karena metode tersebut dapat memperkecil ukuran, sehingga menyebabkan aktivitas fotokatalisnya tinggi, karena luas permukaan yang besar.

Skema proses sintesis ini dibedakan berdasarkan prekursor dengan perhitungan stoikiometris (lampiran 2), sehingga diperoleh konsentrasi 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9%. Choi (2010), melaporkan bahwa pengaruh dopan terhadap transformasi anatas menjadi rutil dipengaruhi oleh konsentrasi dopan dan juga dapat menurunkan energi celah pitanya (Mustofa, 2014). Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium dioksida (TiO_2) dan vanadium trioksida

(V_2O_3). Konsentrasi sampel yang didapatkan, kemudian digerus selama 5 jam dalam *mortar agate*. Penggerusan bertujuan untuk memperluas permukaan prekursor, sehingga dapat memaksimalkan kontak antar partikel (Ismunandar, 2006) dan menghomogenkan logam *host* dengan dopan. Selain itu, penggerusan juga dapat mengurangi ukuran partikel, sehingga dapat meningkatkan luas total permukaan partikel reaktan yang akan meningkatkan proses laju difusi (Maulina, 2014).

Sebelum proses penggerusan *mortar agate* dibersihkan dengan tisu yang ditetesi aseton p.a. untuk membersihkan pengotor-pengotor yang menempel pada permukaan. Selain itu, aseton p.a digunakan sebagai pendispersi (cairan tambahan) selama proses penggerusan. Aseton merupakan senyawa organik yang bersifat volatil sehingga nantinya akan memudahkan untuk pemurnian produk yang hendak disintesis. Aseton akan membantu proses dispersi partikel-partikel reaktan agar mudah tercampur dan mudah bereaksi karena reaksi fasa padat umumnya akan berjalan lebih lambat jika dibandingkan dengan reaksi cair (Maulina, 2014).

Mortar agate digunakan untuk meminimalisir adanya pengotor (*impurities*) akibat penggerusan, sebab kehadiran kalium dan fosfor dari mortar dapat mengubah sifat dari katalis oksida (Bulushev dkk, 2000). Selain itu, Mudroch dan azcue (1995) melaporkan bahwa *Mortar agate* memiliki ukuran pori yang kecil dan memiliki daya tahan terhadap gesekan (abrasi) yang lebih tinggi dibandingkan mortar alumina atau porselen. Pori yang kecil akan meminimalisir kuantitas (jumlah) reaktan dan daya tahan yang tinggi akan menjaga kemurnian terhadap kandungan alat penggerus selama proses penggerusan.

Campuran yang diperoleh dari proses penggerusan, kemudian di pelet menjadi 2 bagian yaitu bagian yang tipis dan tebal. Pelet disini bertujuan untuk meningkatkan kontak antarpartikel dan meminimalkan kontak dengan krusibelnya (Ismunandar, 2006). Kemurnian yang tinggi dapat didapatkan dengan mengorbankan pelet yang dibiarkan menempel pada krusibel dan menjadi landasan untuk pelet yang akan di ambil sebagai produk reaksi (Ismunandar, 2006). Oleh karena itu dibuat pelet yang tipis untuk dikorbankan. Kemudian, di kalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam.

Reaksi padatan terjadi pada suhu yang tinggi dan waktu yang relatif lama (Ismunandar, 2006), karena reaksi padatan berlangsung sangat lambat (Idayati, *et al.*, 2008). Selain itu, laju difusi ion yang merupakan salah satu faktor penentu laju reaksi dalam sintesis dapat ditingkatkan dengan menggunakan suhu yang tinggi (Maulina, 2014). Begum *et al.*, (2008) melaporkan bahwa TiO₂ kristalin dapat terbentuk pada suhu 500 °C, pada suhu tersebut di dominasi oleh fraksi anatas, dimana struktur anatas merupakan struktur kristal yang menguntungkan dari segi aktifitas fotokatalitik. Suhu diatas 773 °K/500 °C dapat mengakibatkan perubahan dari fase anatas ke rutil, disebabkan penggabungan kation-kation vanadium kedalam struktur kristal titanium (Bulushev *et al.*, 2000), sehingga suhu reaksi pada sintesis ini dilakukan. Pada suhu 500 °C. Hal ini untuk meminimalisir perubahan anatas menjadi rutil yang mungkin terjadi selama proses pemanasan. Kalsinasi dilakukan selama 5 jam untuk memberikan waktu yang cukup bagi ion-ion reaktan berdifusi dan membentuk produk. Setelah itu, dilakukan pengulangan dengan prosedur yang sama untuk memaksimalkan reaksi.

Reaksi yang terjadi pada metode padatan adalah reaksi antarmuka, dimana ion-ion Ti^{4+} dan V^{3+} berdifusi dengan pemberian sejumlah besar panas (kalsinasi) pada campuran padatan reaktan, seperti di ilustrasikan pada Gambar 4.1. Ion-ion Ti^{4+} dan V^{3+} berdifusi menyebabkan reaksi substitusi. Hal ini dikarenakan bahwa selisih jari-jari sebesar % ($\text{Ti}^{4+} = 0,745 \text{ \AA}$ dan $\text{V}^{3+} = 0,78 \text{ \AA}$). Effendy (2010) melaporkan bahwa jika perbandingan jari-jari logam host dengan logam dopan tidak lebih dari 15%, maka dimungkinkan larutan padat mengalami substitusi. Meskipun demikian, mekanisme reaksi substitusi antara ion V^{5+} dengan ion Ti^{4+} belum diketahui. Hal ini disebabkan kurangnya data dan muatan V^{5+} yang besar. Muatan yang besar dapat mengakibatkan terjadinya proses oksidasi V^{5+} (Mustofa, 2014).



Gambar 4.1 Skema proses difusi kation yang terjadi setelah pemberian panas

Reaksi substitusi dimungkinkan terjadi pada proses pemberian sejumlah panas dengan ditandai perubahan warna. Sebelum dikalsinasi sintesis V-TiO₂ berwarna putih yang didominasi oleh TiO₂. Akan tetapi, setelah dikalsinasi sintesis V-TiO₂ berubah dari putih menjadi coklat keabu-abuan, seperti pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 a) Sebelum dikalsinasi 0,3% V-TiO₂ b) sesudah dikalsinasi 0,3% V-TiO₂

Hasil sintesis padatan V-TiO₂ yang diperoleh kemudian, disonikasi *water bath* selama 2 jam. Sonikasi bertujuan untuk memecah partikel dengan gelombang ultrasonik yang menjalar dalam medium cair (etanol dan akuademin), sehingga diperoleh ukuran nano. Delmifiana, B dan Astuti (2013) melaporkan bahwa hasil sampel A (tanpa sonikasi) memiliki ukuran yang lebih besar (57,8 nm) dibandingkan dengan sampel B yang disonikasi (41,6 nm). Hal ini membuktikan bahwa sonikasi sangat berpengaruh terhadap ukuran kristal.

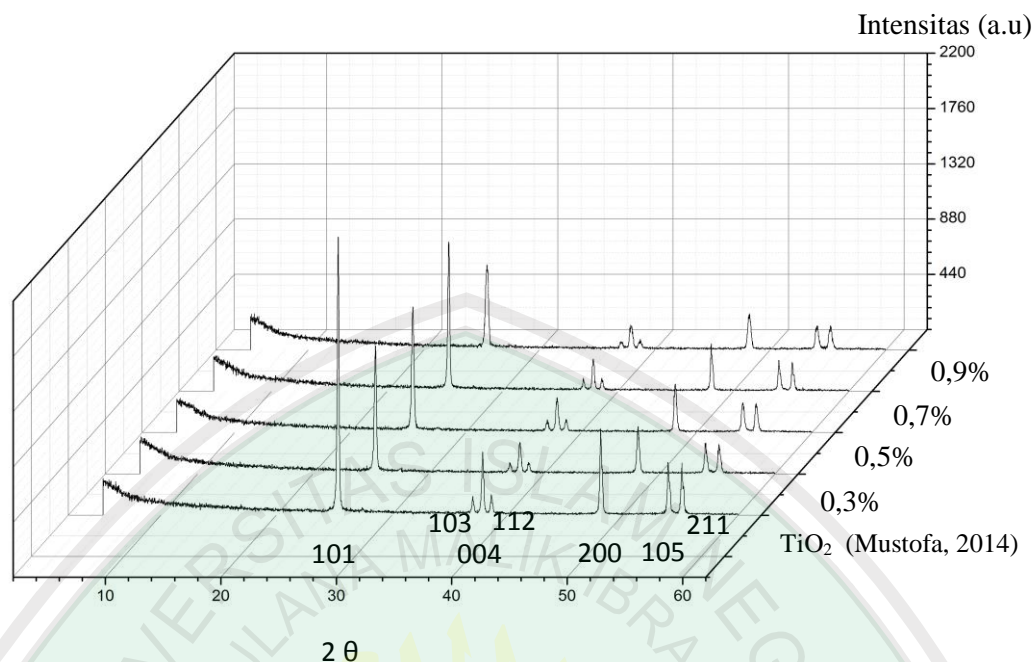
Istighfarini (2013) dan Maulina (2014) melaporkan bahwa dengan metode sonikasi selama 2 jam mampu memperoleh ukuran kristal berukuran nano. Meskipun demikian, semakin lama sonikasi ukuran kristal tidak lagi mengecil,

melainkan kembali membesar (Timuda, 2006). Hal ini karena pada metode sonikimia terdapat batasan energi yang bisa memberikan dampak yang maksimal bagi terjadinya reaksi kimia (Mason dan Lorimer 2002).

Sebelum di sonikasi hasil padatan di masukan ke dalam erlemmeyer kemudian ditambahkan etanol dan akuademin. Etanol berfungsi sebagai medium cair dan tidak dapat melarutkan TiO_2 serta sifatnya yang volatil. Medium cair yang digunakan dalam sonikasi adalah senyawa yang sedikit volatil dan mempunyai sifat tidak melarutkan bahan (Maulina, 2014). Penambahan akuademin sebagai tambahan medium cair, agar penguapan tidak cepat habis. Akudemin juga tidak dapat melarutkan TiO_2 dan nilai TDS mendekati nol (0), sehingga tidak terkandung mineral-mineral logam, maka kemurnian dari TiO_2 tetap terjaga. Setelah itu, di oven pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ sampai kadar air habis.

4.2 Analisis Data Struktur Material Menggunakan XRD

Karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal dari TiO_2 tanpa doping dan V- TiO_2 yang disintesis dengan reaksi padatan-sonikasi. Analisis sampel untuk menentukan ukuran kristal menggunakan XRD pada X-ray tube: Cu ($1,54060\text{ }^\circ\text{A}$) dan Voltage 40 kV. Hasil karakterisasi selanjutnya diolah dengan menggunakan rumus Debye Scherrer. Difaktogram hasil XRD selanjutnya dianalisis lebih lanjut dengan membandingkan pola difraksi TiO_2 terdoping vanadium (III) pada variasi konsentrasi 0,3%, 0,5%, 0,7% dan 0,9% dengan difaktogram TiO_2 anatas tanpa doping (Mustofa, 2014).



Gambar 4.3 Pola difraksi V-TiO₂ dengan variasi konsentrasi dopan Vanadium (III)

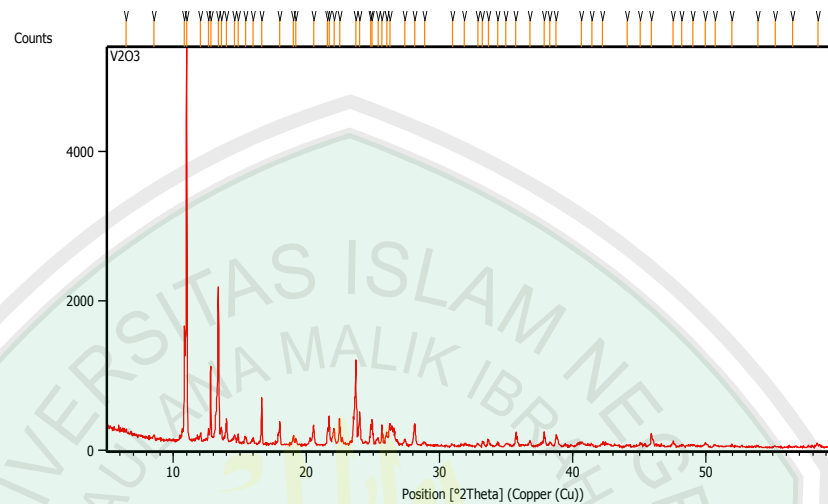
Berdasarkan Gambar 4.3 dapat disimpulkan bahwa TiO₂ tanpa doping dan TiO₂ terdoping vanadium (III) (V₂O₃) memiliki struktur yang sama, yaitu anatase. Hal ini ditandai dengan pola difraksi TiO₂ tanpa doping dan V-TiO₂ memiliki pola difraksi yang hampir sama dengan JCPDS TiO₂ anatase (21-1272) (Lampiran 7). Pola difraksi yang dihasilkan memiliki puncak difraksi yang tajam, sehingga menghasilkan tingkat kristalinitas yang tinggi. Berdasarkan hasil gambar dapat diketahui puncak-puncak difraktogram dari masing-masing sampel. Seperti yang disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pengaruh dopan terhadap perubahan intensitas pada bidang hkl.

Hkl	Posisi ($2\theta^\circ$)					Intensitas (a.u)				
	TiO ₂	0,3%	0,5%	0,7%	0,9%	TiO ₂	0,3%	0,5%	0,7%	0,9%
(101)	25,39	25,42	25,47	25,37	25,38	2160	1020	990	1170	690
(103)	37,02	37,04	37,13	37,00	37,01	130,46	74,87	72,47	69,97	56,99
(004)	37,88	37,93	37,93	37,87	37,85	476,06	239,39	278,69	231,89	176,36
(112)	38,63	38,65	38,78	38,60	38,75	149,47	72,11	76,53	79,91	74,80
(200)	48,12	48,15	48,18	48,10	48,13	626,4	386,78	406,49	370,19	308,76
(105)	53,95	53,95	53,91	53,95	53,93	367,85	238,58	161,87	229,44	181,54
(211)	55,14	55,15	55,13	55,11	55,24	404,35	217,06	207,9	223,59	202,03

Choi (2010) melaporkan bahwa transformasi anatase menjadi rutil dipengaruhi oleh konsentrasi dopan. Berdasarkan Gambar 4.3 dan Tabel 4.1 penambahan dopan vanadium (III) tidak mengubah pola difraksi dan tidak mengakibatkan transformasi fasa dari anatase ke rutil. Hal ini ditandai adanya puncak-puncak yang menunjukkan TiO₂ dengan sudut 2θ dengan intensitas tertinggi terletak pada sudut sekitar 25° dengan orientasi kristal bidang 101 yang menandakan keberadaan struktur anatase TiO₂ JCPDS TiO₂ anatase (21-1272). Puncak-puncak yang dihasilkan tidak terdapat kesesuaian dengan fasa rutil, dengan tidak adanya intensitas tertinggi pada sudut 2θ sekitar 27° dengan orientasi bidang 110. Dapat disimpulkan bahwa penambahan konsentrasi vanadium (III) 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9% tidak mengubah transformasi (pola difraksi) anatase menjadi rutil. Akan tetapi, masing-masing sampel memiliki intensitas yang berbeda pada berbagai variasi konsentrasi dopan yang ditambahkan. Penambahan dopan vanadium (III) dapat berpengaruh terhadap intensitas puncak difraksi sinar x. Pada indeks Miller tertentu, misalnya indeks Miller 101 mengalami penurunan intensitas yang menunjukkan bahwa kristalinitas TiO₂ anatase menurun setelah penambahan dopan vanadium (III).

Berdasarkan Gambar 4.3 dan Tabel 4.1 dapat diketahui bahwa tidak terdapat puncak-puncak khas karakteristik V_2O_3 dari reaktan seperti ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pola difraksi V_2O_3

Berdasarkan Gambar 4.3 tidak ditemukan juga puncak-puncak yang mengindikasikan fasa lain selain TiO_2 . Kesamaan pola difraksi dengan TiO_2 tanpa doping serta tidak terdapatnya fasa lain mengindikasikan bahwa vanadium (III) masuk kedalam kisi kristal TiO_2 tanpa doping menggantikan Ti^{4+} (Choi, *et al.*, 2010).

Analisis lebih lanjut dilakukan proses *refinement* (penghalusan) dengan menggunakan program *Rietica* metode *le bail*. Pemodelan parameter independent dibuat dari (JCPDS 21-1272) sesuai dengan kandungan fasa dalam sampel TiO_2 . Model awal atau *input* yang digunakan adalah TiO_2 anatas yang memiliki grup ruang $I4_1/amd$ dan kisi kristal tetragonal dengan parameter sel $a = b = 3,785$ (Å), $c = 9,513$ (Å), dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (JCPDS 21-1272).

Berdasarkan Tabel 4.2 tampak bahwa tingkat kesesuaian antara data terhitung dan terukur cukup baik, yang ditunjukkan oleh kesesuaian antara model terhitung dengan model terukur. Keberhasilan penghalusan ditunjukkan dengan parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) (Yashinta, 2011). Selain itu, GoF merupakan salah satu *figures-of-merit* yang penting dalam analisis dengan metode Rietveld (Kisi, 1994), yang menunjukkan bahwa penghalusan dapat diterima menurut kriteria yang di isyaratkan oleh kisi yaitu, $GoF < 4\%$ dan $Rwp < 20\%$.

Tabel 4.2 Parameter sel satuan TiO_2 dengan dopan Vanadium (V) pada konsentrasi dopan 0,3; 0,5; 0,7 dan 0,9 % ditentukan menggunakan metode Le Bail

Parameter	TiO_2	0,3 % V- TiO_2	0,5 % V- TiO_2	0,7 % V- TiO_2	0,9 % V- TiO_2
Grup ruang	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$	$I4_1/amd$
Kisi Kristal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal	Tetragonal
Satuan asimetrik (Z)	4	4	4	4	4
a (Å)	3,784616	3,785572	3,787175	3,783707	3,794701
b (Å)	3,784616	3,785572	3,787175	3,783707	3,794701
c (Å)	9,511804	9,514716	9,509341	9,509446	9,541188
α	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
B	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	11,63	11,88	11,52	12,13	13,02
Rwp (%)	7,56	9,32	8,72	9,00	11,03
GoF (χ^2)	0,162	0,105	0,090	0,107	0,121

Berdasarkan Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa TiO_2 tanpa doping dengan V- TiO_2 (0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9%) tidak mengubah grup ruang, kisi kristal, dan asimetrik, secara berturut-turut yaitu $I4_1/amd$, tetragonal dan $Z= 4$ (empat). Pola difraktogram V- TiO_2 konsisten dengan difraktogram TiO_2 tanpa doping. Kesamaan pola difraksi dengan TiO_2 tanpa doping serta tidak terdapatnya fasa lain mengindikasikan bahwa vanadium (III) masuk kedalam kisi kristal TiO_2 menggantikan Ti^{4+} .

Salah satu kinerja fotokatalis dipengaruhi oleh ukuran kristal untuk mempercepat aktivitas fotokatalis. Ukuran kristal dari semua material dapat diperoleh berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye Scherrer (lampiran 6). Hasil perhitungan disajikan dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Ukuran kristal material TiO₂ dan V-TiO₂

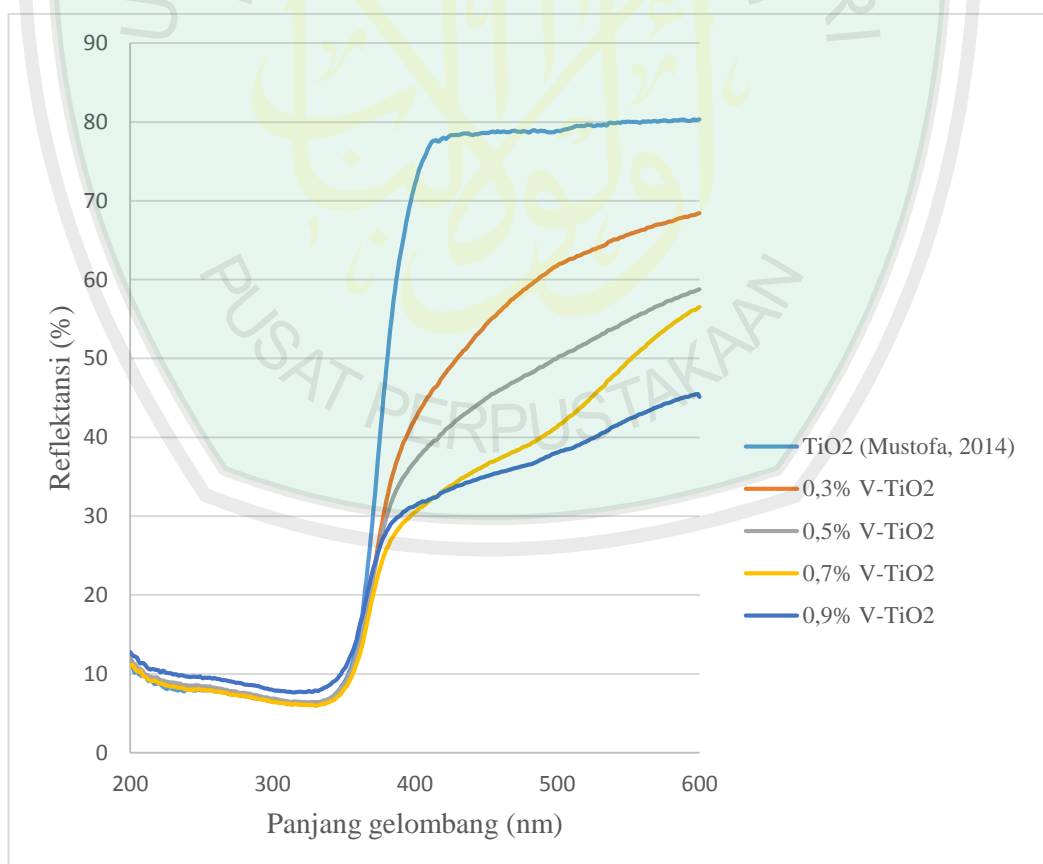
Material	Ukuran kristal (nm)
TiO ₂	53,21
V-TiO ₂ 0,3%	36,94
V-TiO ₂ 0,5%	43,85
V-TiO ₂ 0,7%	47,86
V-TiO ₂ 0,9%	68,60

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa ukuran kristal TiO₂ tanpa doping mengalami perubahan setelah di doping, dengan ditandai ukuran partikel yang semakin kecil dari 53,21 nm menjadi 36,94; 43,85; dan 47,86 nm (V-TiO₂ 0,3; 0,5 dan 0,7%) Hal ini menunjukkan bahwa penambahan V (III) mampu menurunkan ukuran kristal TiO₂. Menurut Tan (2011) bahwa penambahan dopan mampu mempengaruhi sifat-sifat fisik dari TiO₂ seperti perubahan kristalinitas, luas permukaan dan ukuran kristal yang kecil. Akan tetapi, penambahan dopan pada 0,9% V-TiO₂ ukuran partikel lebih besar dibandingkan dengan TiO₂ tanpa doping yakni 68,60 nm > 53,21 nm. Meskipun demikian, Naimah dan Ernawati, (2011) melaporkan bahwa, fotokatalis yang berukuran nano, yaitu 1-100 nm akan memberikan aktivitas katalitik yang tinggi.

Pengurangan ukuran ini diduga karena vanadium yang ditambahkan dapat menjadi penghambat pertumbuhan kristal dengan berada pada batas kristal (Ganesh, *et al.* 2011). Perubahan ukuran partikel yang semakin kecil (nano) merupakan keuntungan tersendiri untuk fotokatalis, karena dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis.

4.3 Analisa Data Menggunakan *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS)

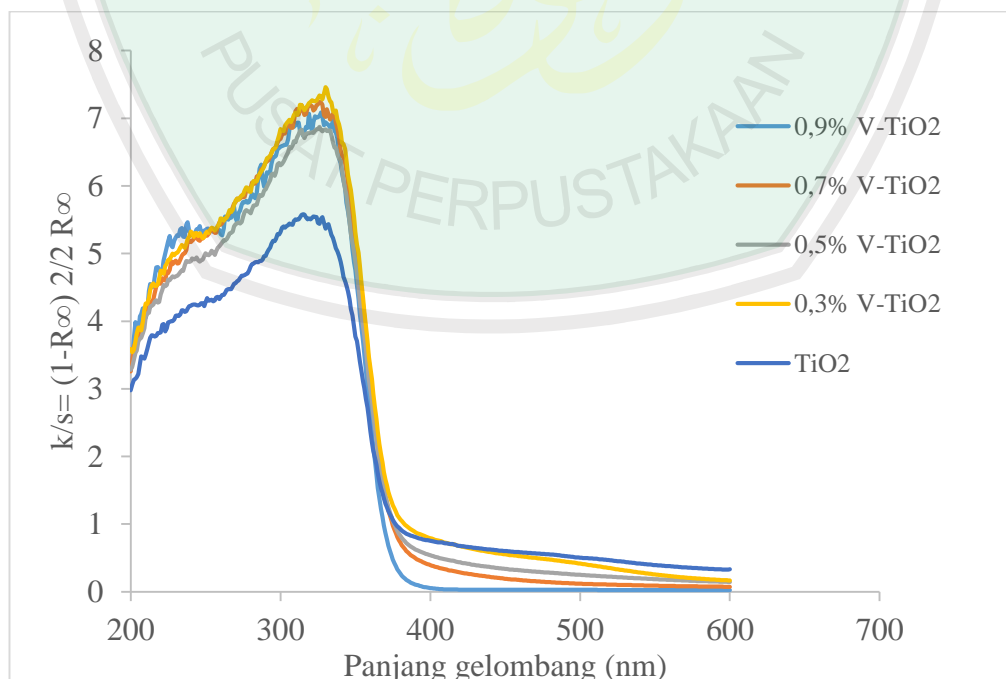
Pengukuran *Diffuse Reflectance Spectron* (DRS) digunakan untuk mengetahui karakter serapan pada daerah panjang gelombang baik UV maupun *Visible* (200-600 nm) dan menentukan celah pita yang dihasilkan oleh semikonduktor dari hasil sintesis. Besarnya energi celah pita mempengaruhi kinerja dari semikonduktor sebagai material fotokatalis. Besarnya celah pita titanium (IV) oksida berpengaruh terhadap proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Data pengukuran DRS diperlihatkan pada Gambar 4.5 dan 4.6. Data pengukuran DRS pada TiO₂ terdoping vanadium (III) dengan konsentrasi 0,3%, 0,5%, 0,7%, dan 0,9% dibandingkan dengan data DRS TiO₂ tanpa doping (Mustofa, 2014).



Gambar 4.5 Spektra UV Vis *diffuse reflectans* reflektansi (%) vs panjang gelombang

Berdasarkan Gambar 4.5 dapat diketahui bahwa pada daerah UV, tidak terjadi perubahan yang signifikan terhadap intensitas refleksi antara fotokatalis TiO₂ terdoping vanadium dan tidak terdoping vanadium. Perubahan nilai reflektansi lebih teramati pada daerah serapan sinar tampak pada rentang pengukuran 400-600 nm, dengan kecenderungan semakin besar konsentrasi dopan, maka nilai reflektansinya di daerah sinar tampak semakin kecil. Sebagaimana yang telah diuraikan di bab II (persamaan 2.2), sehingga dapat diasumsikan $I_a + I_t$ (Intensitas terabsorpsi) akan semakin besar dengan semakin menurunnya nilai intensitas yang direfleksikan.

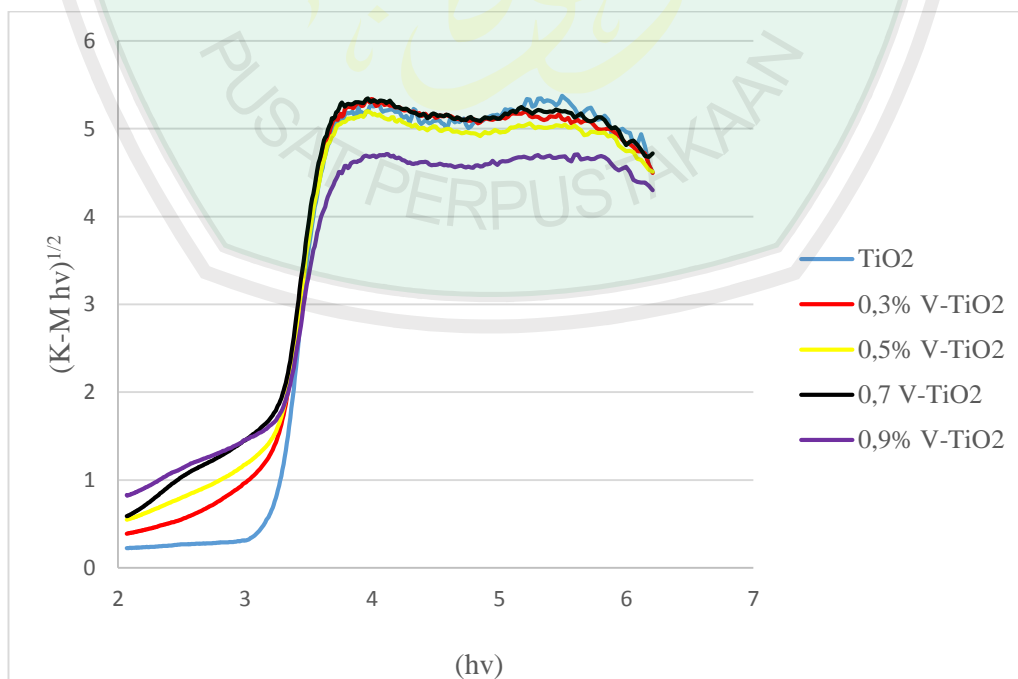
Teori Kubelka-Munk merupakan pendekatan yang paling banyak digunakan untuk sampel padat. Koefisien absorpsi di turunkan hubungannya secara matematis dengan persamaan $k/s = (1-R_\infty)^2/2R_\infty$. k/s disebut juga dengan fungsi Kubelka-Munk (persamaan 2.3). Hubungan Kubelka-Munk dengan panjang gelombang dapat dilihat pada Gambar 4.6



Gambar 4.6 Grafik hubungan Kubelka-Munk vs panjang gelombang (nm)

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa fungsi Kubelka-Munk (sumbu y), yang mewakili koefisien absorpsi akan semakin naik nilainya dengan adanya doping vanadium, baik pada daerah serapan UV maupun serapan sinar tampak. Hal ini menunjukkan efektifitas doping vanadium dalam menaikkan absorpsi sinar pada daerah UV dan sinar tampak dibandingkan material TiO_2 tanpa doping.

Pada daerah UV peningkatan koefisien absorpsi menunjukkan garis yang *overlap* pada semua persen konsentrasi, yang bermakna pengaruh konsentrasi dopan vanadium tidak signifikan mengubah absorpsi pada daerah UV. Pada daerah sinar tampak dapat diamati bahwa konsentrasi dopan yang semakin besar menghasilkan nilai koefisien absorpsi yang semakin besar pula. Hal ini menunjukkan efektifitas konsentrasi dopan vanadium pada peningkatan absorpsi sinar pada daerah sinar tampak. Pengaruh dopan terhadap nilai energi celah pita diperlihatkan pada analisa data DRS Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Hubungan $(K-M hv)^{1/2}$ vs energi foton (hv)

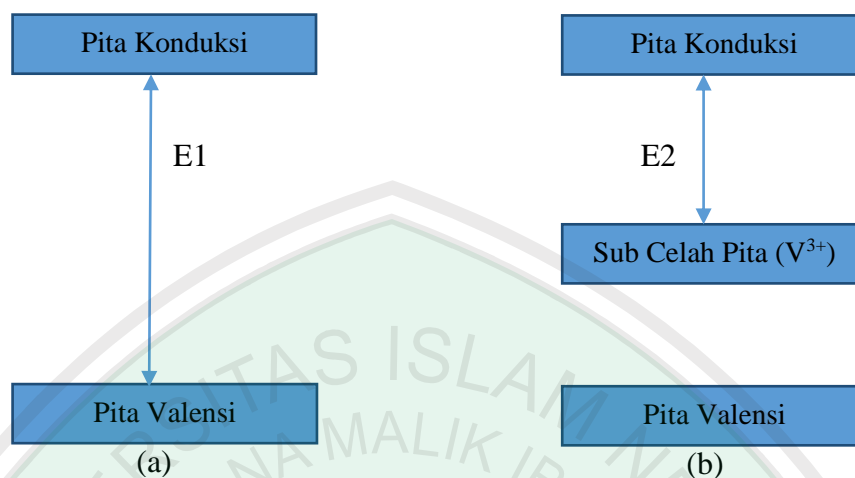
Perhitungan nilai energi celah pita dan serapan sinar dari Gambar 4.7 dapat dilihat di bagian lampiran (Lampiran 4) yang dirangkum dalam Tabel 4.4 Berdasarkan Tabel 4.4 diketahui bahwa semakin banyak penambahan konsentrasi dopan dapat menurunkan energi celah pita. Material dopan memiliki nilai celah pita dengan selisih yang tidak terlalu besar. Hal ini ditandai dengan spektra material yang membentuk garis berimpit (Gambar 4.7).

Tabel 4.4 Daerah energi celah pita dan serapan material sintesis

Material	Energi Celah pita (eV)	Panjang Gelombang (nm)
TiO ₂	3,216	385,641
0,3% V-TiO ₂	3,167	391,763
0,5% V-TiO ₂	3,136	395,677
0,7% V-TiO ₂	3,133	396,081
0,9% V-TiO ₂	3,126	396,920

Tabel 4.4 menjelaskan bahwa terjadi penurunan energi celah pita dari sampel TiO₂ murni dengan sampel TiO₂ yang di tambahkan dengan V³⁺. Penurunan ini terus berlanjut dengan penambahan konsentrasi vanadium (III). Energi celah pita yang semakin kecil akan meningkatkan aktivitas fotokatalisis karena dibutuhkan energi yang lebih kecil atau sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar dibandingkan TiO₂ tanpa doping. Penurunan celah pita dapat disebabkan setelah terjadinya difusi ion V³⁺ ke dalam kisi dari TiO₂ membentuk sub celah pita baru yang akan memberikan kemampuan dari TiO₂ untuk menyerap cahaya pada energi yang lebih rendah atau panjang gelombang yang lebih besar. Seperti diilustrasikan pada Gambar 4.8. Hutabarat (2012) melaporkan bahwa penambahan dopan akan menyebabkan terbentuknya energi baru sehingga dapat menurunkan jarak celah pita antara pita valensi dan pita konduksi pada semikonduktor. Semakin menurunnya jarak celah pita tersebut maka energi yang dibutuhkan untuk terjadinya proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita

konduksi akan semakin menurun pula atau dibutuhkan panjang gelombang yang lebih besar pula.



Gambar 4.8 (a) Sebelum dilakukan pendopingan ion V^{3+}
(b) Setelah dilakukan pendopingan ion V^{3+}

E_1 adalah nilai celah pita sebelum dilakukan doping ion V^{3+} , sedangkan E_2 adalah nilai celah pita setelah terdoping ion V^{3+} . Terlihat bahwa nilai E_2 lebih kecil dibandingkan nilai E_1 . Nilai celah pita yang kecil dapat mentransfer energi dari pita valensi ke pita konduksi menjadi lebih mudah. Hal ini akan membuat absorbansi cahaya dari sampel yang telah di doping akan menjadi lebih besar. Kenaikan absorbansi dari TiO_2 terdoping vanadium (III) pada daerah sinar tampak (Gambar 4.6) memberikan potensi aplikasi yang lebih baik pada proses fotokatalisis di daerah sinar tampak.

4.4 Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam

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 بَطْلًا

“Dan kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah.”

Salah satu bentuk berpikir terhadap ciptaan Allah Swt adalah modifikasi fotokatalis TiO₂ agar dapat diaktifkan oleh cahaya tampak. Modifikasi tersebut dilakukan dengan cara mensintesis logam atau V₂O₃ pada matriks TiO₂. Sintesis. Sintesis pada penelitian dilakukan dengan metode reaksi padatan dilanjutkan dengan sonikasi. Sintesis metode padatan dengan menggunakan pemanasan 500 °C selama 5 jam, sedangkan sonikasi selama 2 jam untuk memperoleh ukuran yang kecil. Penelitian ini menggunakan variasi konsentrasi dopan vanadium (III) (V₂O₃) sebesar 0,3; 0,5; 0,7; dan 0,9%. Konsentrasi dalam penelitian ini sangat *urgent* mengingat konsentrasi sangat mempengaruhi ukuran partikel dan celah pita dalam fotokatalis TiO₂. Sebagaimana firman Allah Swt dalam surat al Furqan (25): 2, bahwa Allah Swt menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun dalam kegiatan sintesis perlu memperhatikan ukuran-ukuran, agar dapat meningkatkan aktifitas di daerah sinar tampak yang dipengaruhi oleh konsentrasi dopan vanadium (III).

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ

وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿٢٥﴾

“Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu baginya dalam kekuasaan(Nya), dan dia Telah menciptakan segala sesuatu, dan dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.”

Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Sedangkan kata *taqdiiron* adalah bentuk *masdar* dari kata *qaddara*. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah Swt serta keseimbangan yang dilakukannya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaannya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi yang sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2002).

Ditinjau dari segi kemanfaatannya, hasil sintesis fotokatalis TiO_2 dengan di doping vanadium (III) dapat digunakan sebagai salah satu alternatif penanggulangan lingkungan akibat limbah organik. Hasil yang diperoleh mampu menggeser serapan sinar berkat adanya doping vanadium (III). TiO_2 tanpa doping panjang gelombangnya lebih kecil dari pada V- TiO_2 . Akan tetapi, hasil yang diperoleh dalam penelitian ini belum mampu menggeser ke daerah sinar tampak (400-800 nm) dengan di tandai nilai celah pita yang terkecil atau serapan terbesar dengan doping 0,9% V- TiO_2 sebesar 3,23 atau 384 nm. Meskipun demikian, modifikasi TiO_2 merupakan suatu usaha untuk meminimalisir limbah organik. Hal ini telah disinggung dalam al-Qur'an surat Ar-Ra'd :11 :

إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنْفُسِهِمْ ۗ ... ﴿١١﴾

“Sesungguhnya Allah tidak mengubah keadaan suatu kaum sehingga mereka mengubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri (Q.S Ar-Ra'd: 11)”

Menurut Shihab (2003), kata قوم menunjukkan bahwa perubahan tidak dapat dilakukan sendiri. Oleh karena itu, penelitian ini memberikan sumbangan informasi kepada bidang kimia lingkungan dan industri, supaya mampu mengembangkan dan mendesain fotokatalis TiO_2 pada daerah sinar tampak.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penambahan dopan vanadium (III) pada TiO₂ tidak mengubah karakter struktur dari TiO₂ anatase. Penambahan dopan mengakibatkan perubahan ukuran partikel TiO₂ anatase dan energi celah pita serta daerah serapan sinar. Penambahan dopan tersebut mengakibatkan energi celah pita semakin kecil, sehingga mampu menyerap sinar dengan panjang gelombang yang lebih besar. Penambahan dopan meningkatkan intensitas absorpsi di daerah sinar tampak dengan kecenderungan semakin besar konsentrasi vanadium (III), maka intensitas semakin meningkat. Energi celah pita dan serapan panjang gelombang masing-masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3%, V-TiO₂ 0,5%, V-TiO₂ 0,7% dan V-TiO₂ 0,9% berturut-turut sebesar 3,218 eV, 385,6 nm ; 3,167 eV, 391,8 nm ; 3,136 eV, 395,7 nm ; 3,133 eV, 396,1 nm dan 3,126 eV, 396,92 nm.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai aktifitas fotokatalis agar dapat mengetahui perubahan pengaruh dopan vanadium (III) terhadap ukuran partikel, energi celah pita, dan daerah serapan sinar.
2. Material TiO₂ yang terdoping vanadium (III) perlu dinaikkan konsentrasi dopan agar di dapat konsentrasi maksimum yang memberikan hasil aktivitas fotokatalis terbaik di daerah sinar tampak.

DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, A, S. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Katalis Non Komposit Berbasis Titania Untuk Produksi Hidrogen Dari Gliserol dan Air. *Skripsi*. Jakarta : Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Indonesia.
- Aliah, H., Nurasiah, A. E., Karlina, Y., Arutanti, O., Mastumi, Sustini, E., Budiman, M., dan Abdullah, M. 2012. Optimasi Durasi Pelapisan Katalis TiO₂ pada Permukaan Polimer Polipropilena serta Aplikasinya dalam Fotodegradasi Larutan Metilen Biru. *Prosiding Seminar Nasional Material Fisika- ITB*.
- Al-Qurthubi, S.I. 2009. *Tafsir Al Qurthubi*. di terjemahkan oleh Khotib, Ahmad. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ath-Thabari, A. J. M. 2008. *Tafsir Ath-Thabari*, penj., Akhmad Affandi. Edit. Besus Hidayat Amin Jakarta: Pustaka Azzam,
- Barakat, M.A., Hayes, G., dan Shah, S.I. 2005. Effect of Cobalt Doping on the Phase Transformation of TiO₂ Nanoparticles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. Vol X, hlm, 1-7.
- Begum, N.S., Ahmed H.M.F., dan Gunashekar, K.R.. 2008. Effects of Ni Doping on Photocatalytic Activity of TiO₂ Thin Films Prepared by Liquid Phase Deposition Technique. *Bull. Mater. Sci.* 31(5): 747-751.
- 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 V₂O₅ with TiO₂. *Journal of Catalysis* 193, 145–153 (2000)
- Caesaria, A, M. dan Belvanita, N. 2011. Pengaruh Sonikasi Sebagai Perlakuan Awal pada Degradasi Selulosa untuk Memperoleh Oligosakarida dengan Metode Hydrothermal. *Paper. Jur. Teknik Kimia FTI-ITS*. Surabaya.
- Castellote, M. dan Bengtsson, N-Y. Ohama dan D.V Gemert (Eds). 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Materials*. Boca Roton : CRC Press.
- Choi, J., Park, H., dan Hoffmann, M.R. 2009. Combinatorial Doping of TiO₂ with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Materials Research*, Vol. 25 hlm. 149-158.
- Choi, J. 2010. Development of visible-light-active Photocatalyst for hydrogen production and Environmental application. *Thesis*. California Institute of Technology. California.

- Delmifiana, B. dan Astuti. 2013. *Pengaruh Sonikasi terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Magnetik yang Disintesis dengan Metode Kopresipitasi*. Jurnal Fisika Unand vol. 2, No. 3. ISSN 2302-8491.
- Dony, N., Hermansyah, A., dan Syukri. 2013. *Studi Fotodegradasi Biru Metilen Dibawah Sinar Matahari Oleh ZnO-SnO₂ yang Dibuat Dengan Metode Solid Reaction*. Media Sains, Vol. 5, No. 1. ISSN 2085-3548.
- Effendy. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Fatimah, I. 2009. *Dispersi TiO₂ Kedalam SiO₂-Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor*. Jurnal penelitian Sainstek. Vol. 14, NO. 1
- Ganesh, I., Gupta, A. K., Kumar P. P., Sekhar, P. S. C., Radha, K., Padmanabham, G., dan Sundararajan, G. 2011. Preparation and Characterization of Ni-Doped TiO₂ Materials for Photocurrent and Photocatalytic Applications. *The Scientific World Journal*. Vol. 2012, Article ID 127326, hlm. 1-16.
- Gandjar, I.G., Rohman, A. 2008. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gunlazuardi, J. 2001. *Fotokatalisis pada Permukaan TiO₂: Aspek Fundamental dan Aplikasinya*. Seminar Nasional Kimia Fisika II. Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Indonesia.
- Hazama, C., Hachioji S. 2004. *Titanium Oxide Photocatalyst*. Three Bond Technical News. Tokyo, 1 – 8.
- Hutabarat, R. 2012. Sintesis dan Karakteristik Fotokatalis Fe²⁺- ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. Fakultas Teknik: UI Depok.
- Hoffmann. M.R., S.T. Martin, W. Choi, and D.W. Bahnemann. 1995. *Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis*. Chemical Reviews. Vol 95, No. 1. California: American Chemical society.
- Idayati, E. dan Hamzah.F 2008. *Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit La_{1-x}Sr_xCoO_{3-q} 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 SrTiO₃ dan Sr TiO₄ sebagai Material Fotokatalis. *Tesis*. Bandung: Program Studi Kimia, Institut Teknologi Bandung.

- Kisi, E. H., 1994. *Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns*. Material Forum. Vol. 18. Hal. 135 – 153.
- Lestari, D.N. 2009. Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA). *Skripsi*. F. MIPA. Depok: Universitas Indonesia.
- Liao, C.H., C.W. Huang, & J.C.S. Wu. 2012. Hydrogen Production from Semiconductor based Photocatalysis via Water Splitting. *Catalysis*. 2(1):490-516.
- Licciulli, A., dan Lisi, D. 2002. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce.
- Linsebigier, A.L, et al. 1995. Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanisms, and Selected Results. *Chem. Rev* 95: 735-758.
- Liou, J, W. dan Chang, H, H. 2012. Bactericidal Effect and Mechanisms of Visible Light-Responsive Titanium Dioxide Photocatalyst on Pathogenic Bacteria. *Review*. 60: 267-275.
- Liu, G., Zhang, X., Xu, Y., Niu, X., Zheng, L., dan Ding, X. 2005. The Preperation Of Zn²⁺-Doped TiO(2) Nanoparticles by Sol Gel and Solid Phase Reaction Methods Respectively and Their Photocatalytic Activities. *Chemosphere*. Vol. 59 No. 9 hlm. 1367-1371.
- Liu, Y., Chen, X., Li, J., dan Burdha, C. 2005. Photocatalytic Degradation of Azo Dyes by Nitrogen doped TiO₂ Nanocatalys. *Chemosphere*, Vol 61, hlm. 11-18.
- Maeda, K. 2003. Photocatalytic Water Splitting Using Semiconductor Particles: History and Recent Developments. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*. 12, hlm. 237-268.
- Mason, T.J. dan Lorimer, J.P. 2002. *Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing*. Wiley-VCH Verlag GmbH Weinheim.
- Maulina, D. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis TiO₂ Terdoping Vanadium (V) dengan Reaksi Padatan-Sonikasi. *Skripsi*. Fakultas Saintek. UIN Malang.
- Mudroch, A. dan Azcue, J. M. 1995. *Manual of Aquatic Sediment Sampling*. Florida : CRS Press Inc.
- Mustofa, K. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Reaksi Padatan. *Skripsi*. Fakultas Saintek. UIN Malang.

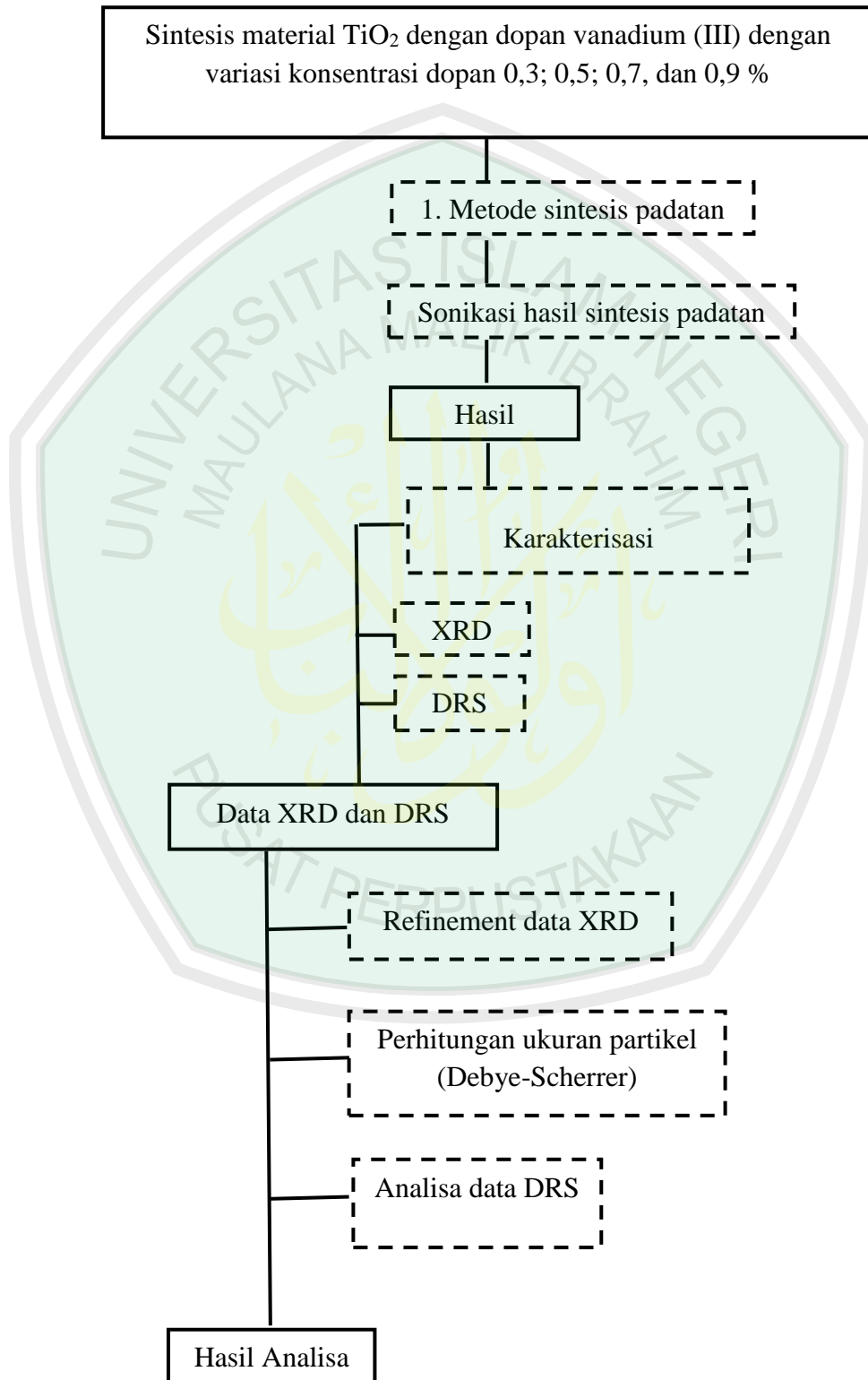
- Naimah S., Ermawati R. 2011. Efek fotokatalisis nano TiO terhadap mekanisme Anti Mikroba *E Coli* dan *Salmonela*. *Jurnal Riset Industri*. Vol V. no 2. 113-120.
- Ningsih, S., T. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Fotokatalis Ni²⁺ -ZnO Berbasis Zeolit Alam. *Skripsi*. FT. UI.
- Nugroho, A, I. 2011. Deposisi Lapisan Tipis dan Pembuatan Sistem Pengolah Air Limbah Organik Menggunakan Material Fotokatalis Titania (TiO₂). *Skripsi*. Jurusan Fisika. F MIPA: Undip Semarang.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Mhetylene Blue dengan Metode Fotokatalisis dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. F. MIPA. Bogor: IPB.
- Qourzal, S., Assabbane, A., & Ait-ichou, Y. 2004. Synthesis of TiO via hydrolysis of Titanium Tetraisopropoxide and its photocatalytic activity on a suspended mixture with activated carbon in the degradation of 2-naphthol. *J. Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 163: 317-321. 2
- Qourzal, S., Tamimi, M., Assabbane, A., Bouamrane, A., Nounah, A., Laanab, L. & Ait-ichou, Y. 2006. Preparation TiO Photocatalyst Using TiCl as a Precursor and Its Photocatalytic Performance. *Journal of Applied Science* 7: 1553-1559.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati
- Suslick, K.S. dan Price, G.J. 1999. Application of Ultrasound to Material Chemistry. *Annual Review of Materials Science*. Vol. 29, hlm.295 – 326.
- Tan, Y.N., C.L. Wong, & A.R. Mohamed. 2011. An Overview on the Photocatalytic Activity of Nano-Doped-TiO₂ in the Degradation of Organic Pollutants. *ISRN Materials Science*. 2011(34), Article ID 261219
- Tian, J., 2009, Preparation and Characterization of TiO₂, ZnO, and TiO₂/ZnO Nanofilms Via Sol-gel Process, *Ceramics International*, 35:2261-2270
- Tjahjanto, R.T. dan J. Gunluardi. 2001. *Preparasi Lapisan Tipis Sebagai Fotokatalis: Keterkaitan antara Ketebalan dan Aktivitas Fotokatalisis*. Makara. Jurnal Penelitian Universitas Indonesia, Vol 5, No 2: 81-91.
- Wang, Liwei 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*. Vol 1, No.4, hlm. 19-27.

- Weirich, T.E., Winterer, M., Seifried, S., Hahn, H. dan Fuess, H. 2000. Rietveld Analysis of Electron Powder Diffraction Data from Nanocrystalline Anatase, TiO₂. *Ultramicroscopy*. Vol.81 (3-4), halm. 263-270.
- Wong, M, S., Chu W, C., Sun, D, S. Lin, N, T., Wang, S, L., Huang, H, S., Yu, M, S., Chang, H, H., Hsu, S, F., Chen, J, H. 2006. Visible-light-induced bactericidal activity of a nitrogen-doped titanium photocatalyst against human pathogens. *Appl Environ Microbiol* 72: 6111–6116.
- Yashinta, M. 2011. *Analisis Struktur Kristalin Hematite Yang Disubstitusi Ion Manganes Dan Ion Titanium*. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA UNDIP Semarang
- Zaleska, A. 2008. Doped-TiO₂: A Review, *Recent Patent on Engginering*, Vol. 2, hlm. 157-164.



LAMPIRAN-LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir Penelitian



Lampiran 2 Perhitungan dalam Sintesis Material

L.2.1 Perhitungan berat prekursor (V_2O_3 dan TiO_2) yang digunakan

Berat padatan V- TiO_2 yang ingin disintesis = 2 gram

1. 0,3% V- TiO_2 ($Ti_{0,997}V_{0,003}O_{1,9985}$)

$$\begin{aligned} \text{Massa } TiO_2 &= \frac{0,997 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr } Ti_{0,997}V_{0,003}O_{1,9985}} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,997 \times 47,880 \text{ g/mol}}{79,86399 \text{ g/mol}} \times \frac{79,8788 \text{ g/mol}}{47,880 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,598 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,9949 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,003 \times \text{Ar V}}{\text{Mr } Ti_{0,997}V_{0,003}O_{1,9985}} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,003 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,86399 \text{ g/mol}} \times \frac{149,8822 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0019 \times 1,471 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0056 \text{ g}} \end{aligned}$$

2. 0,5% V- TiO_2 ($Ti_{0,995}V_{0,005}O_{1,9975}$)

$$\begin{aligned} \text{Massa } TiO_2 &= \frac{0,995 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr } Ti_{0,995}V_{0,005}O_{1,9975}} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,995 \times 47,880 \text{ g/mol}}{79,854 \text{ g/mol}} \times \frac{79,8788 \text{ g/mol}}{47,880 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,597 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,9916 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,005 \times \text{Ar V}}{\text{Mr } Ti_{0,995}V_{0,005}O_{1,9975}} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,005 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,854 \text{ g/mol}} \times \frac{149,8822 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0032 \times 1,471 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0094 \text{ g}} \end{aligned}$$

3. 0,7% V- TiO_2 ($Ti_{0,993}V_{0,007}O_{1,9965}$)

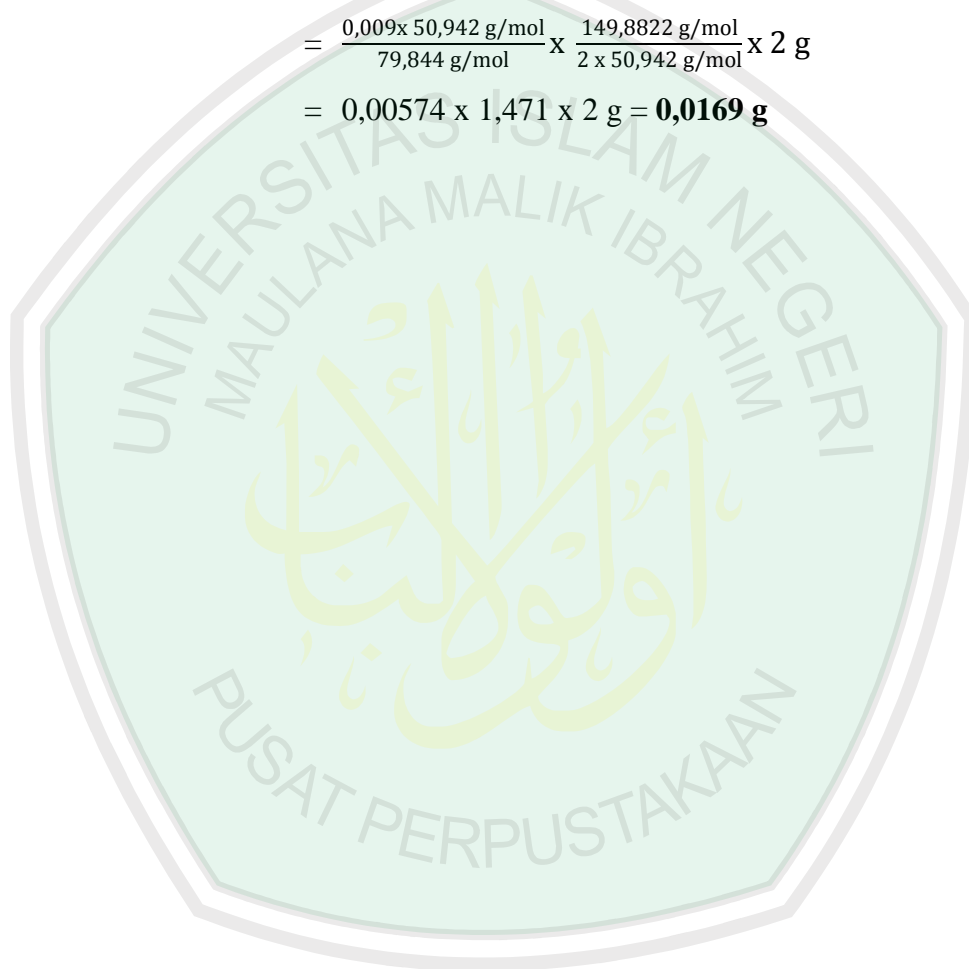
$$\begin{aligned} \text{Massa } TiO_2 &= \frac{0,993 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr } Ti_{0,993}V_{0,007}O_{1,9965}} \times \frac{\text{Mr } TiO_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,993 \times 47,880 \text{ g/mol}}{79,844 \text{ g/mol}} \times \frac{79,8788 \text{ g/mol}}{47,880 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,595 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,9849 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa } V_2O_3 &= \frac{0,007 \times \text{Ar V}}{\text{Mr } Ti_{0,993}V_{0,007}O_{1,9965}} \times \frac{\text{Mr } V_2O_3}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{massa padatan} \\ &= \frac{0,007 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,844 \text{ g/mol}} \times \frac{149,8822 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0045 \times 1,471 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0132 \text{ g}} \end{aligned}$$

4. 0,9% V-TiO₂ (Ti_{0,991}V_{0,009}O_{1,9955})

$$\begin{aligned}
 \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,991 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,991}\text{V}_{0,009}\text{O}_{1,9955}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{massa padatan} \\
 &= \frac{0,991 \times 47,880 \text{ g/mol}}{79,844 \text{ g/mol}} \times \frac{79,8788 \text{ g/mol}}{47,880 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\
 &= 0,594 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,9816 \text{ g}}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Massa V}_2\text{O}_3 &= \frac{0,009 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,991}\text{V}_{0,009}\text{O}_{1,9955}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_3}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{massa padatan} \\
 &= \frac{0,009 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,844 \text{ g/mol}} \times \frac{149,8822 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\
 &= 0,00574 \times 1,471 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0169 \text{ g}}
 \end{aligned}$$



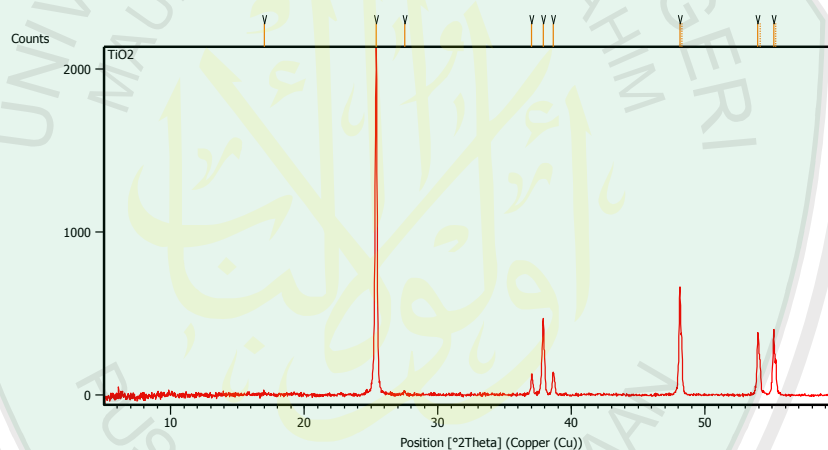
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi XRD

XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

Diffr Type : X Pert MPD
 Diffr Number : 1
 Anode : Cu
 Labda Alpha 1 : 1.54060
 Labda Alpha 2 : 1.54443
 Ratio alpha 21 : 0.50000
 Generator Voltage : 40 kV
 Tube Current : 30 A
 Data Angle Range : 5-59.9864 ($^{\circ}2\theta$)

L.3.1 Pola Difraksi Material

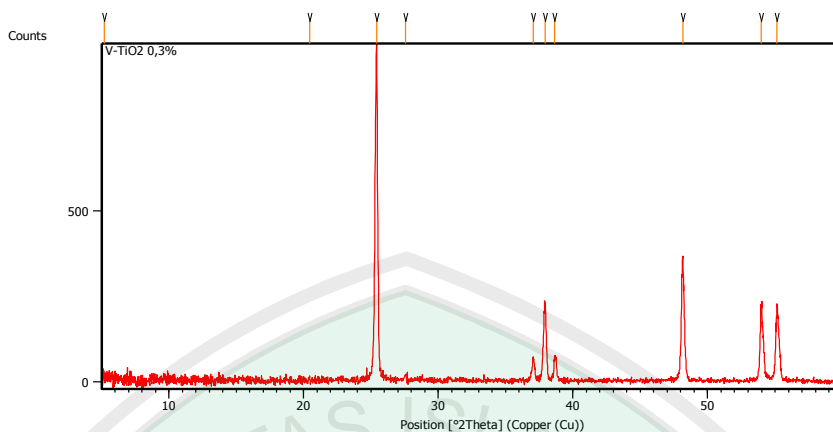
L.3.1.1 Hasil Karakterisasi Sampel TiO₂



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
17.0262	11.47	0.2676	5.20778	0.53
25.3879	2147.38	0.1506	3.50836	100.00
27.5159	16.98	0.1673	3.24167	0.79
37.0183	129.71	0.1004	2.42848	6.04
37.8833	473.19	0.1338	2.37500	22.04
38.6309	148.55	0.1004	2.33074	6.92
48.1164	622.84	0.1224	1.88954	29.00
48.2581	349.79	0.0816	1.88901	16.29
53.9497	365.70	0.1224	1.69819	17.03
54.1367	176.81	0.1224	1.69697	8.23
55.1363	402.07	0.1224	1.66442	18.72
55.2955	212.64	0.0612	1.66413	9.90

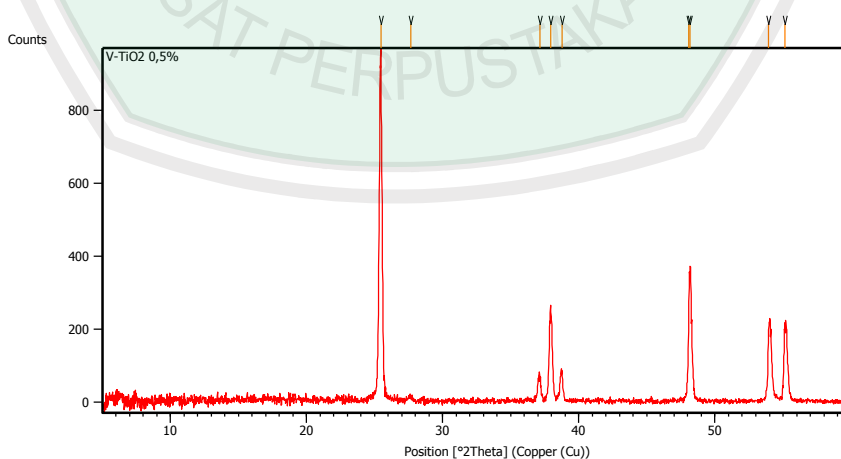
L.3.1.2 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 0,3%



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.1945	71.54	0.8029	17.01289	7.41
20.4394	10.37	0.1171	4.34519	1.07
25.4242	965.76	0.2175	3.50342	100.00
27.5604	13.81	0.2007	3.23654	1.43
37.0418	70.89	0.1004	2.42700	7.34
37.9288	226.66	0.1673	2.37225	23.47
38.6477	68.24	0.1673	2.32977	7.07
48.1516	366.25	0.1506	1.88981	37.92
53.9547	225.88	0.1171	1.69945	23.39
55.1482	205.54	0.1673	1.66547	21.28

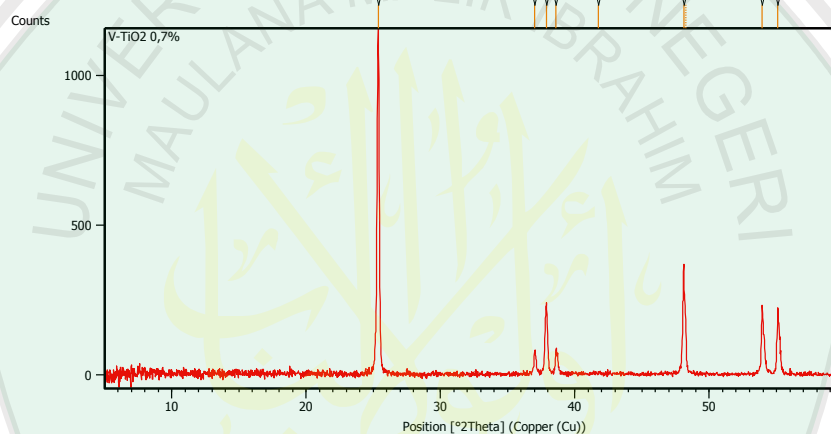
L.3.1.3 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 0,5%



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.4742	907.28	0.1840	3.49667	100.00
27.6471	10.52	0.4015	3.22659	1.16
37.1303	66.39	0.2007	2.42141	7.32
37.9251	255.40	0.2342	2.37248	28.15
38.7789	70.15	0.1338	2.32219	7.73
48.0763	276.30	0.0816	1.89102	30.45
48.1761	372.49	0.1171	1.88890	41.06
53.9096	148.34	0.1171	1.70077	16.35
55.1263	190.52	0.1004	1.66608	21.00

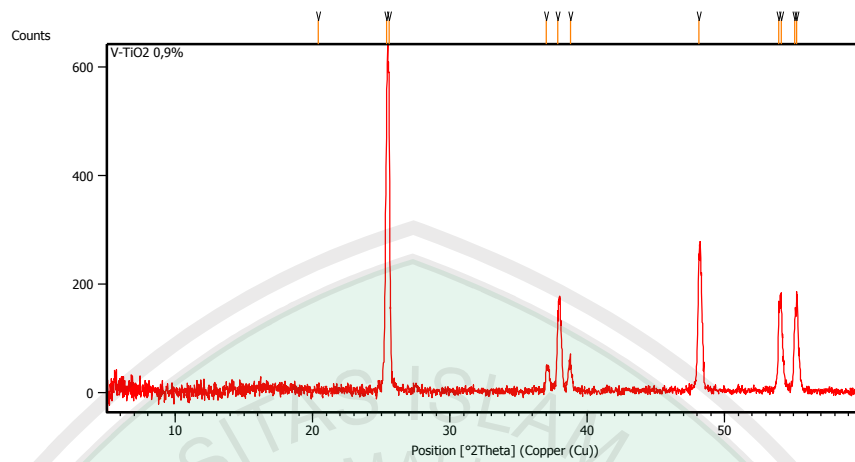
L.3.1.4 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 0,7%



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
25.3719	1162.57	0.1673	3.51054	100.00
37.0008	69.51	0.1171	2.42959	5.98
37.8689	230.42	0.2007	2.37587	19.82
38.5977	79.37	0.1004	2.33267	6.83
41.7568	2.75	0.8029	2.16321	0.24
48.1012	367.88	0.1428	1.89010	31.64
48.2589	159.13	0.1020	1.88898	13.69
53.9453	227.93	0.1632	1.69832	19.61
55.1080	222.21	0.1632	1.66521	19.11

L.3.1.5 Hasil Karakterisasi Sampel V-TiO₂ 0,9%

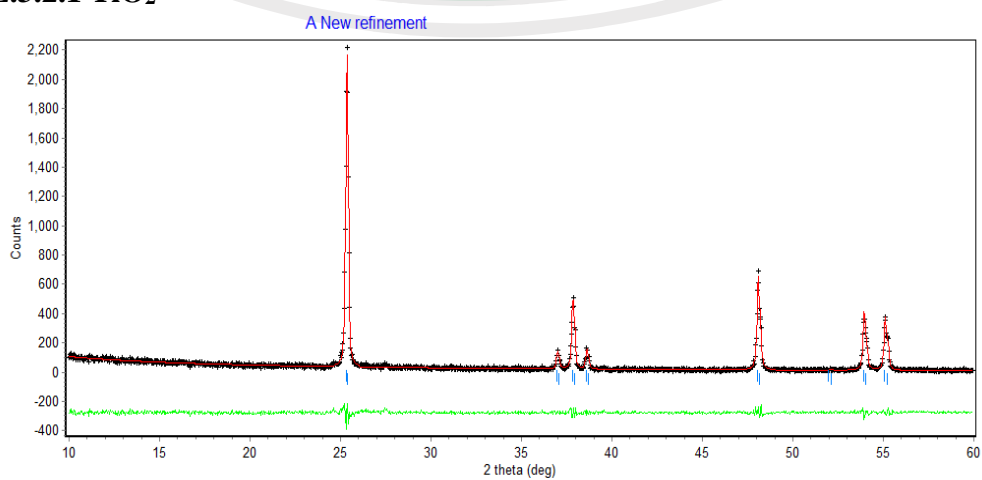


Daftar puncak yang muncul:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.4218	6.36	0.4684	4.34890	1.18
25.3820	539.42	0.1171	3.50916	100.00
25.5581	537.73	0.0836	3.48537	99.69
37.0084	44.57	0.1004	2.42911	8.26
37.8502	137.88	0.3680	2.37700	25.56
38.7548	58.46	0.2676	2.32358	10.84
48.1321	241.37	0.0836	1.89053	44.75
53.9324	141.91	0.0816	1.69870	26.31
54.1052	172.37	0.1004	1.69508	31.95
55.0910	124.24	0.1224	1.66568	23.03
55.2432	157.93	0.1171	1.66283	29.28

L.3.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

L.3.2.1 TiO₂



```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 3.784616 0.000030 0.000213
                  3.784616 0.000030 0.000213
                  9.511804 0.000060 0.000510
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000

CELL VOLUME      = 136.240585 0.013069

+-----+
|           Histogram: 1           |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT        = 0.08276 0.00046 0.00167

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -9.08139      0.514387E-02 2.44331
BACKGROUND PARAMETER B 1 = -0.923377E-03 -0.783253E-04 0.498992E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1151.01      -0.507413E-01 24.3097
PREFERRED ORIENTATION    = 1.00000      0.00000 0.00000

HALFWIDTH PARAMETERS  U = -0.025045    -0.001739 0.054448
                       V = 0.063437     0.001400 0.037251
                       W = -0.004020    -0.000235 0.005645

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.797512    -0.000919 0.018905
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000     0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000     0.000000 0.000000

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 11.63 | 7.56 | 18.81 | 1.609 | 1.747 | 1485 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.9074E+04 | 0.7803E+05 | 0.7798E+05 | 0.4196E+05 | 0.1615E+00 |
0.1515E+16 |
+-----+

```

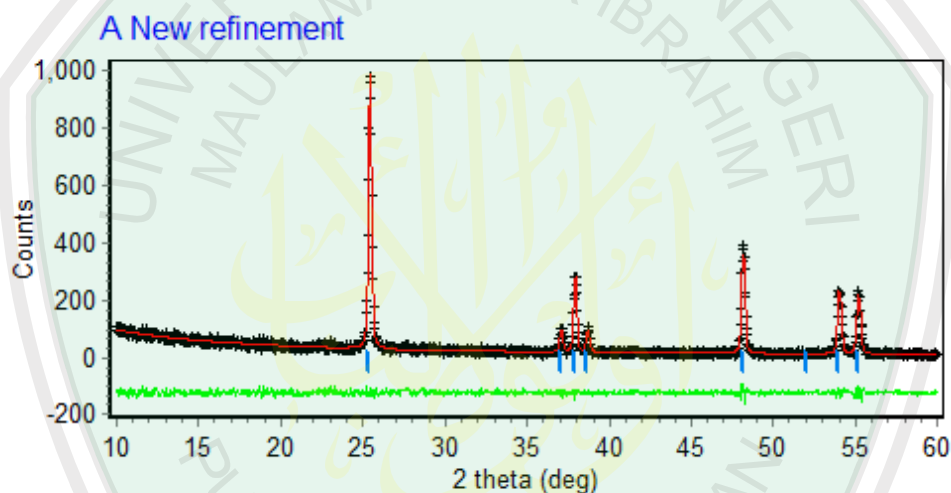

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.636745 0.000354 0.031228
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 11.88 | 9.32 | 28.82 | 2.033 | 2.048 | 1485 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.7267E+04 | 0.6116E+05 | 0.6112E+05 | 0.1788E+05 | 0.1046E+00 |
0.3315E+15 |
+-----+

```

L.3.2.3 V-TiO₂ 0,5%



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
CELL PARAMETERS = 3.783702 0.000024 0.000726
                 3.783702 0.000024 0.000726
                 9.509341 0.000054 0.001916
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000
                 90.000008 0.000000 0.000000

```

CELL VOLUME = 136.139526 0.046036

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.05202 0.00018 0.01282

```


BACKGROUND PARAMETER B 0 = -19.4185 -0.421790E-03 1.82704
 BACKGROUND PARAMETER B 1 = 0.204662 0.110011E-04 0.373134E-01
 BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1141.16 0.351565E-02 18.1785

HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.173969 -0.000900 0.129928
 V = -0.140276 0.000580 0.092392
 W = 0.063107 -0.000086 0.015983

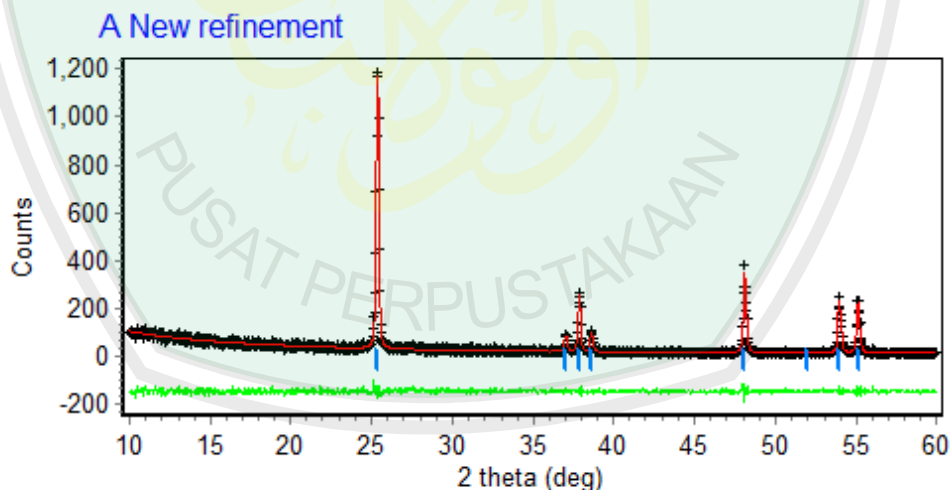
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.471090 0.000000 0.021656
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
 PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 11.52 | 8.73 | 29.03 | 1.828 | 1.792 | 1485 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBSS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.7146E+04 | 0.6204E+05 | 0.6209E+05 | 0.1762E+05 | 0.9033E-01 |
0.2717E+15 |
+-----+

```

L.3.2.4 V-TiO₂ 0,7%



```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
CELL PARAMETERS = 3.783707 0.000006 0.000363
                  3.783707 0.000006 0.000363
                  9.509446 -0.000009 0.000915
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000

```

```

          90.000008 0.000000 0.000000
CELL VOLUME      =      136.141403 0.022645
+-----+
|      Histogram: 1      |
+-----+
SCALE FACTOR      = 1.0000  0.00000  0.00000
ZEROPOINT         = 0.05440 0.00015 0.00433

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -25.2942  0.211149E-02  1.98993
BACKGROUND PARAMETER B 1 =  0.265513 -0.633358E-04
0.406402E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 1254.29 -0.160474E-01  19.7989

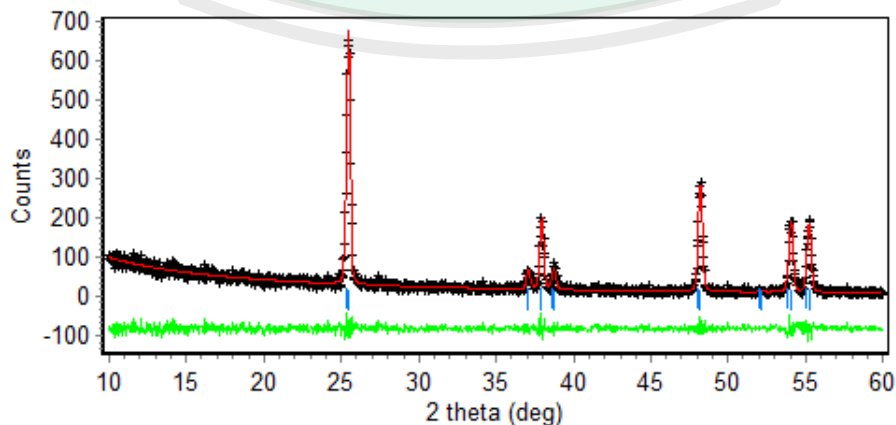
HALFWIDTH PARAMETERS U =  0.153052 -0.001180  0.095431
                       V = -0.081292  0.001060  0.066067
                       W =  0.026956 -0.000215  0.010466

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =  0.644268 0.000558 0.030382
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =  0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =  0.000000 0.000000 0.000000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 12.13 | 9.00 | 27.51 |  2.073 |  1.937 | 1485 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.7292E+04 | 0.6012E+05 | 0.6018E+05 | 0.1963E+05 | 0.1071E+00 |
0.4105E+15 |
+-----+

```

L.3.2.5 V-TiO₂ 0,9%

A New refinement



```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS      =      3.794701  0.000029  0.000491
                        3.794701  0.000029  0.000491
                        9.541188  0.000134  0.001237
                        90.000008  0.000000  0.000000
                        90.000008  0.000000  0.000000
                        90.000008  0.000000  0.000000
CELL VOLUME          =      137.390808  0.030803
+-----+
|           Histogram: 1           |
+-----+
SCALE FACTOR         =      1.0000   0.00000  0.00000
ZEROPOINT            =      0.27682  0.00016  0.00396

BACKGROUND PARAMETER B 0 =      -17.8363   0.726486E-03  2.11048
BACKGROUND PARAMETER B 1 =      0.144098   -0.333767E-04
0.431021E-01
BACKGROUND PARAMETER B 5 =      1160.05   -0.382298E-02  20.9988

HALFWIDTH PARAMETERS U =      -0.465588   0.001245   0.279577
                        V =      0.438891   -0.000672   0.193959
                        W =      -0.040386   0.000092   0.029798

PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 =      0.347870  0.000068  0.029319
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 =      0.000000  0.000000  0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 =      0.000000  0.000000  0.000000

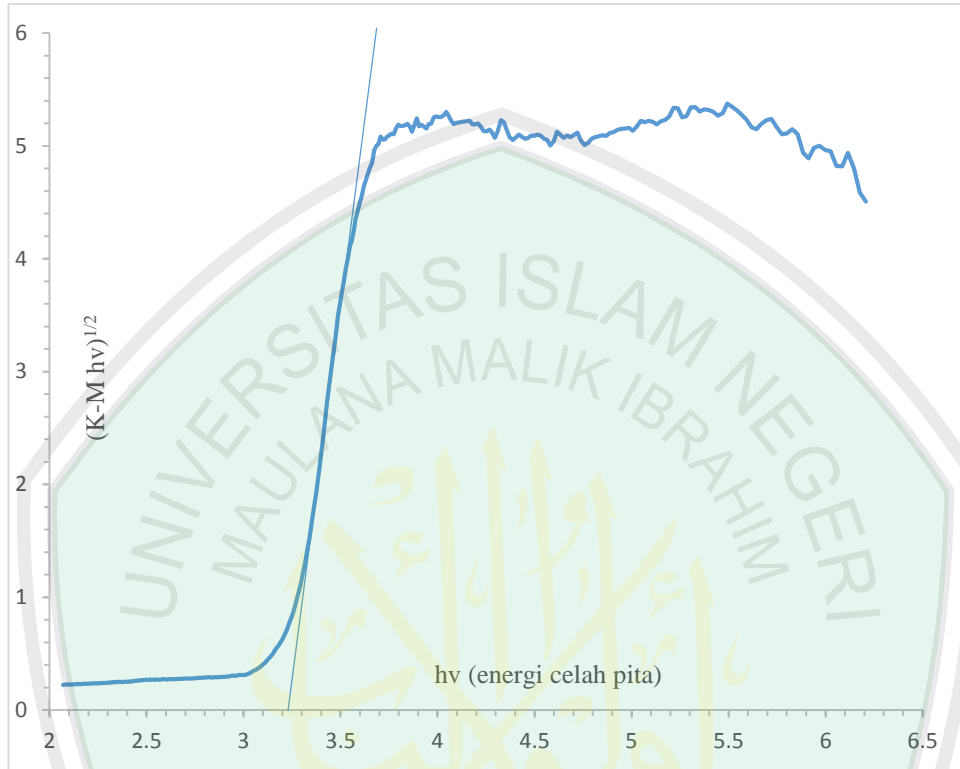
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1 | 13.01 | 11.03 | 31.76 | 1.884 | 1.939 | 1485 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.7770E+04 | 0.5970E+05 | 0.5967E+05 | 0.1473E+05 | 0.1205E+00 |
0.1575E+15 |
+-----+

```

LAMPIRAN 4 Perhitungan Energi Celah Pita dan Serapan Panjang

Gelombang (λ)

L.4.1 TiO₂ (Mustofa, 2014)



Diketahui:

$$y = 12,732x - 40,996$$

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

Ditanya: x dan λ ?

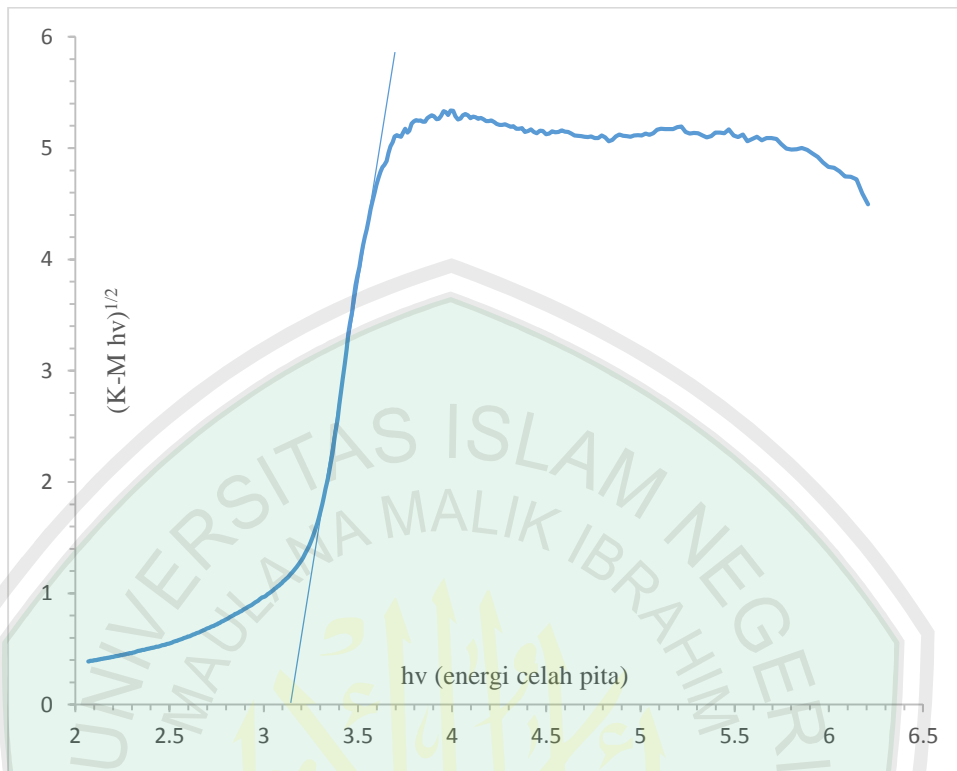
Jawab:

Nilai band gap pada saat $y=0$

$$x = \frac{40,966}{12,732} = \mathbf{3,21756 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nmls}}{3,21756 \text{ eV}} = \mathbf{385,6413 \text{ nm}}$$

L. 4.2 V-TiO₂ 0,3 %



Diketahui:

$$y = 11,663x - 36,94$$

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

Ditanya: x dan λ ?

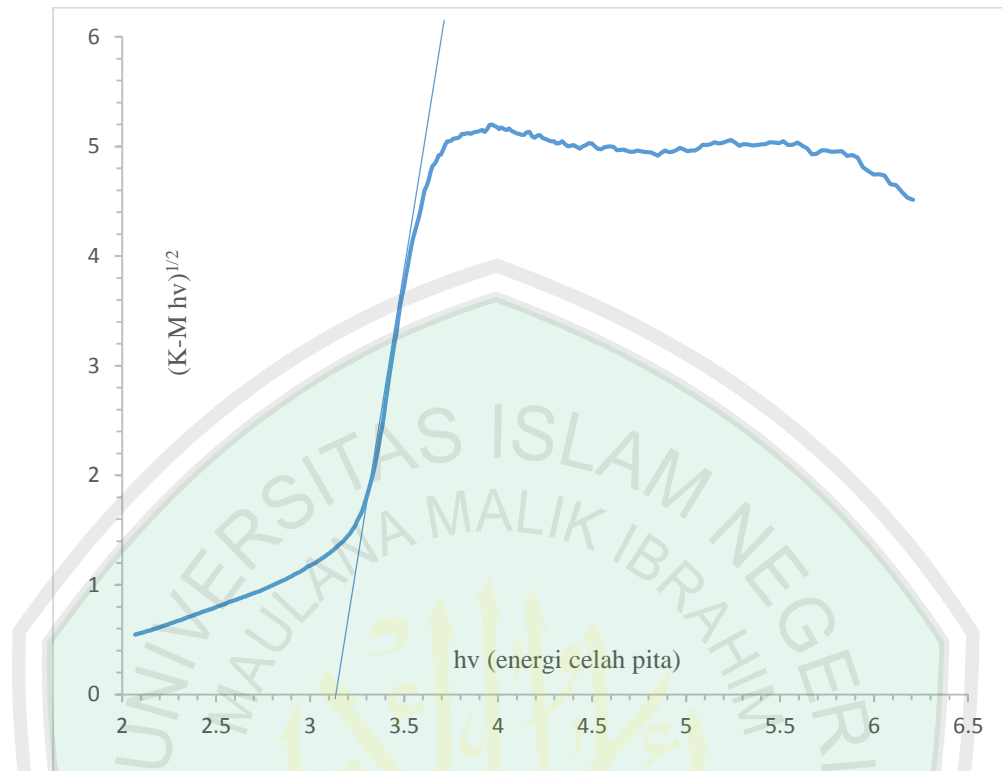
Jawab:

Nilai band gap pada saat $y=0$

$$x = \frac{36,94}{11,663} = \mathbf{3,16728 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,16728 \text{ eV}} = \mathbf{391,7630 \text{ nm}}$$

L. 4.3 V-TiO₂ 0,5 %



Diketahui:

$$y = 10,129x - 31,764$$

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

Ditanya: x dan λ ?

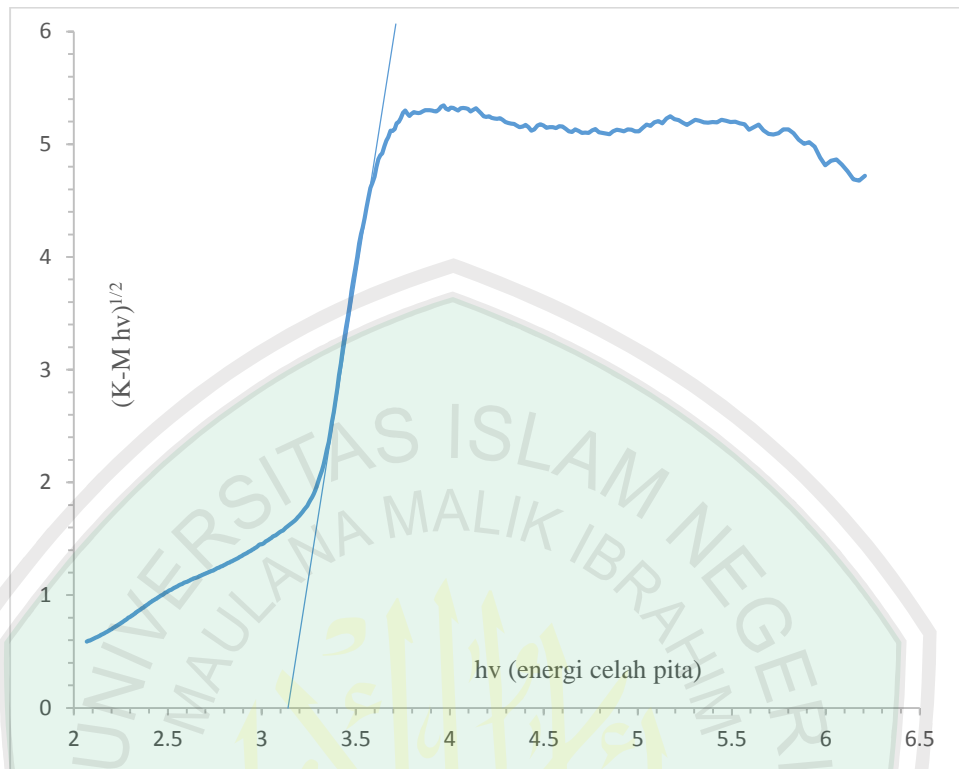
Jawab:

Nilai band gap pada saat $y=0$

$$x = \frac{31,764}{10,129} = \mathbf{3,13595 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,13595 \text{ eV}} = \mathbf{395,6770 \text{ nm}}$$

L. 4.4 V-TiO₂ 0,7 %



Diketahui:

$$y = 10,614x - 33,251$$

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

Ditanya: x dan λ ?

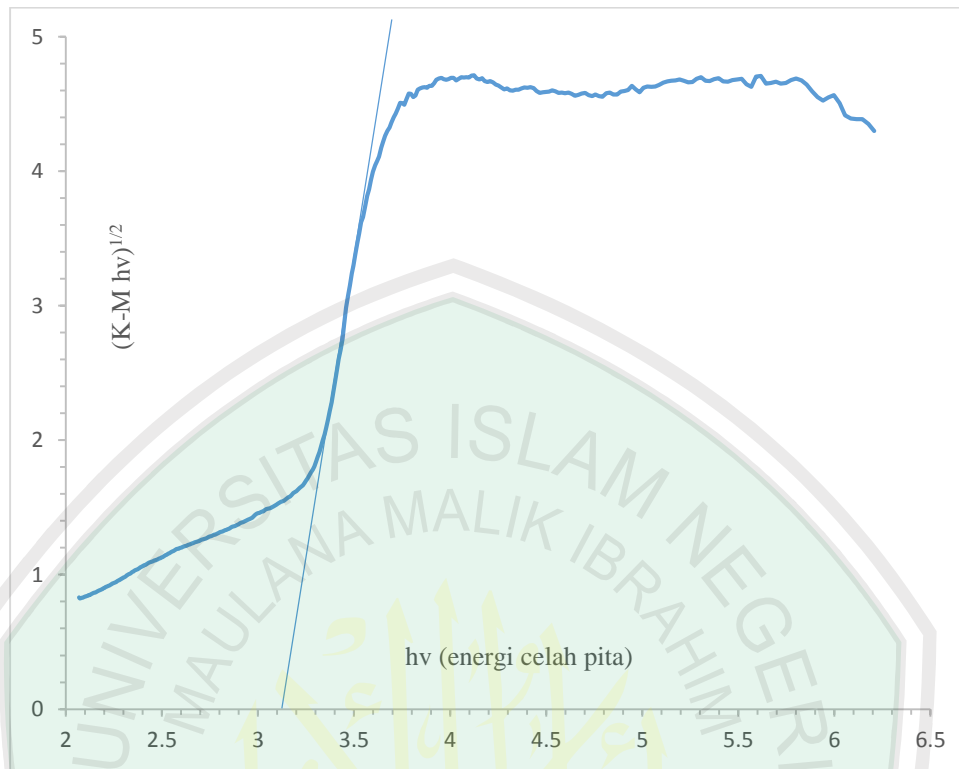
Jawab:

Nilai band gap pada saat $y = 0$

$$x = \frac{33,251}{10,614} = \mathbf{3,13275 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,13275 \text{ eV}} = \mathbf{396,0810 \text{ nm}}$$

L. 4.5 V-TiO₂ 0,9 %



Diketahui:

$$y = 8,8752x - 27,745$$

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

Ditanya: x dan λ ?

Jawab:

Nilai band gap pada saat $y=0$

$$x = \frac{27,745}{8,8752} = \mathbf{3,12613 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h.c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \text{ eV.s} \times 3 \times 10^{17} \text{ nm/s}}{3,12613 \text{ eV}} = \mathbf{396,9200 \text{ nm}}$$

Lampiran 5 Perhitungan dan Analisa Data

L.5.1 Ukuran Partikel V-TiO₂

persamaan Debye-Scherrer:

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

Dimana:

D = ukuran partikel (nm) λ = panjang gelombang radiasi (nm)

K = konstanta (0,9) β = integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

1. TiO₂ Tanpa Doping

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.1506^\circ \longrightarrow = \frac{0.154060}{180} \times 3.14 = 0.002687$$

$$2\theta : 25.3879 \longrightarrow \theta = \frac{25.3879}{2} = 12.69395$$

$$\text{Cos } \theta : 0.991873$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002687 \times 0.991873} = 532.1013 \text{ \AA} = \mathbf{53.21 \text{ nm}}$$

2 V-TiO₂ 0,3%

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.2175^\circ \longrightarrow = \frac{0.2175}{180} \times 3.14 = 0.003794$$

$$2\theta : 25.4242 \longrightarrow \theta = \frac{25.4242}{2} = 12.7121$$

$$\text{Cos } \theta : 0.989400$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.003794 \times 0.989400} = 369,3500 \text{ \AA} = \mathbf{36.94 \text{ nm}}$$

3 V-TiO₂ 0,5%

Diketahui:

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.1840^\circ \longrightarrow = \frac{0.1840}{180} \times 3.14 = 0,003209$$

$$2\theta : 25.4742 \longrightarrow \theta = \frac{25.4742}{2} = 12.7371$$

$$\text{Cos } \theta : 0.985461$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.003209 \times 0.985461} = 438.5009 \text{ \AA} = \mathbf{43.85 \text{ nm}}$$

4 V-TiO₂ 0,7%

Diketahui

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.1673^\circ \longrightarrow = \frac{0.1673}{180} \times 3.14 = 0,002918$$

$$2\theta : 25.3719 \longrightarrow \theta = \frac{25.3719}{2} = 12.68595$$

$$\text{Cos } \theta : 0.992859$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002918 \times 0.992859} = 478.6124 \text{ \AA} = \mathbf{47.86 \text{ nm}}$$

5 V-TiO₂ 0,9%

Diketahui

$$\lambda (K\alpha) : 1.54060 \text{ \AA}$$

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.1171^\circ \longrightarrow = \frac{0.1171}{180} \times 3.14 = 0,002043$$

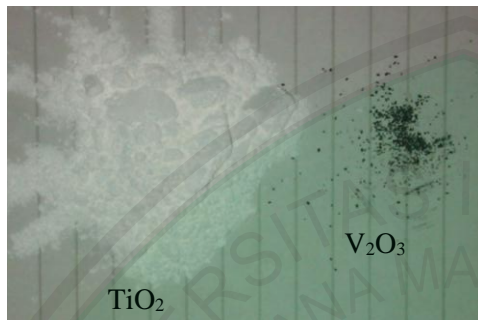
$$2\theta : 25.3820 \longrightarrow \theta = \frac{25.3820}{2} = 12.691$$

$$\text{Cos } \theta : 0.992244$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002043 \times 0.992244} = 684.0355 \text{ \AA} = \mathbf{68.40 \text{ nm}}$$

Lampiran 6 Dokumentasi



Serbuk TiO_2 dan V_2O_3 (hasil penimbangan V-TiO₂)



Campuran V-TiO₂ 0,3%, 0,5%, 0,7% dan 0,9% (setelah di pellet pada tahap II)



Campuran TiO_2 dan V_2O_5 sebelum dikalsinasi (Tahap I)



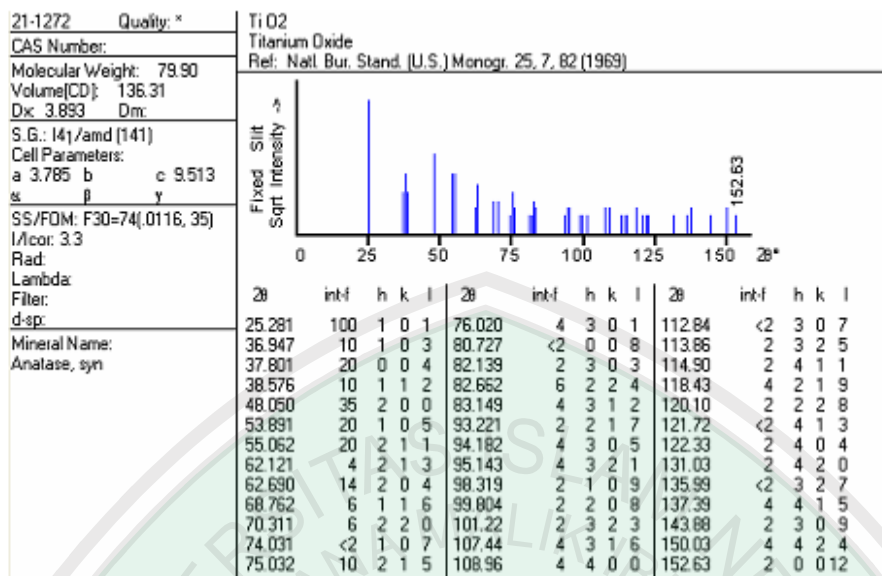
Campuran V-TiO₂ setelah kalsinasi (Tahap II)



Proses penggerusan di lab. Instrument jurusan kimia ITS Surabaya



Alat Sonikasi

Lampiran 7 JCPDS TiO₂ Anatas

Lampiran 8 Contoh Konversi Data DRS terhadap Fungsi Kubelka-Munk

8.1 Hubungan reflektansi (R%) vs Panjang gelombang (nm)

Panjang gelombang (nm)	R%				
	TiO ₂	0.30%	0.50%	0.70%	0.90%
200	11.867	11.913	11.848	11.034	12.77
201	11.497	11.479	11.716	11.143	12.491
202	10.654	10.945	11.441	11.057	12.283
203	10.132	10.817	11.176	10.753	12.236
204	10.495	10.765	11.09	10.5	12.163
205	10.445	10.556	10.76	10.297	12.015
206	9.956	10.396	10.667	10.298	11.597
207	9.888	10.332	10.641	10.393	11.308
208	9.726	10.152	10.486	10.121	11.337
209	9.744	9.944	10.32	9.761	11.389
210	10.008	9.804	9.981	9.596	11.244
211	9.81	9.66	9.863	9.602	11.028
212	9.259	9.57	9.857	9.447	10.796
213	9.087	9.567	9.676	9.239	10.641
214	9.161	9.54	9.65	9.106	10.553
215	9.151	9.482	9.618	9.068	10.556
216	8.926	9.322	9.544	9.131	10.597
217	8.69	9.146	9.502	9.134	10.57
218	8.688	9.087	9.569	9.082	10.48
219	8.743	9.047	9.552	8.951	10.48
220	8.849	9.074	9.343	8.769	10.457
221	8.76	8.948	9.23	8.806	10.213
222	8.54	8.969	9.108	8.838	10.194
223	8.395	9.001	9.137	8.664	10.423

8.2 Hubungan Kubelka-Munk vs panjang gelombang (nm)

Panjang Gelombang (nm)	R					K-M=(1-R) ² /2*R				
	TiO2	0.30%	0.50%	0.70%	0.9%	TiO2	0.30%	0.50%	0.70%	0.90%
200	0.11867	0.11913	0.11848	0.11034	0.1277	3.2727	3.256661	3.279362	3.586618	2.979277
201	0.11497	0.11479	0.11716	0.11143	0.12491	3.406446	3.413175	3.326248	3.542837	3.065337
202	0.10654	0.10945	0.11441	0.11057	0.12283	3.746343	3.623021	3.427452	3.577307	3.132082
203	0.10132	0.10817	0.11176	0.10753	0.12236	3.98552	3.676439	3.529753	3.70363	3.147483
204	0.10495	0.10765	0.1109	0.105	0.12163	3.816648	3.698507	3.564016	3.814405	3.171643
205	0.10445	0.10556	0.1076	0.10297	0.12015	3.839204	3.789423	3.70064	3.907268	3.22154
206	0.09956	0.10396	0.10667	0.10298	0.11597	4.071877	3.861522	3.740689	3.906802	3.369445
207	0.09888	0.10332	0.10641	0.10393	0.11308	4.106074	3.890994	3.752012	3.862895	3.478188
208	0.09726	0.10152	0.10486	0.10121	0.11337	4.18949	3.975898	3.820692	3.990828	3.467023
209	0.09744	0.09944	0.1032	0.09761	0.11389	4.180083	4.077878	3.896561	4.171231	3.447146
210	0.10008	0.09804	0.09981	0.09596	0.11244	4.046043	4.148979	4.059423	4.258484	3.503036
211	0.0981	0.0966	0.09863	0.09602	0.11028	4.14589	4.224283	4.118766	4.255258	3.589054
212	0.09259	0.0957	0.09857	0.09447	0.10796	4.446446	4.27251	4.121822	4.339921	3.685325
213	0.09087	0.09567	0.09676	0.09239	0.10641	4.547801	4.274134	4.215805	4.458036	3.752012
214	0.09161	0.0954	0.0965	0.09106	0.10553	4.503724	4.28879	4.229597	4.536415	3.790754
215	0.09151	0.09482	0.09618	0.09068	0.10556	4.509639	4.320559	4.246676	4.559235	3.789423
216	0.08926	0.09322	0.09544	0.09131	0.10597	4.646243	4.410266	4.286614	4.521506	3.771302
217	0.0869	0.09146	0.09502	0.09134	0.1057	4.79719	4.512601	4.30956	4.519723	3.783219
218	0.08688	0.09087	0.09569	0.09082	0.1048	4.798504	4.547801	4.273051	4.550805	3.823392
219	0.08743	0.09047	0.09552	0.08951	0.1048	4.762576	4.571929	4.282266	4.630723	3.823392
220	0.08849	0.09074	0.09343	0.08769	0.10457	4.694601	4.555619	4.398315	4.745749	3.833771
221	0.0876	0.08948	0.0923	0.08806	0.10213	4.751563	4.632581	4.463268	4.721977	3.946786
222	0.0854	0.08969	0.09108	0.08838	0.10194	4.897501	4.619602	4.535219	4.701579	3.955816
223	0.08395	0.09001	0.09137	0.08664	0.10423	4.997901	4.599943	4.517941	4.814326	3.849198

8.3 Hubungan $(K-M hv)^{0.5}$ vs energi foton (hv)

h	c	Panjang Gelombang (m)	E(J)	X=Energi foton (eV)	$y = (K-M.hv)^{0.5}$				
					TiO2	0.30%	0.50%	0.70%	0.90%
6.63E-34	300000000	0.0000002	9.945E-19	6.207865169	4.507381	4.496322	4.511966	4.718606	4.300575
6.63E-34	300000000	0.000000201	9.8955E-19	6.176980267	4.587107	4.591635	4.532788	4.678037	4.351382
6.63E-34	300000000	0.000000202	9.8465E-19	6.146401157	4.798596	4.718955	4.589825	4.68909	4.3876
6.63E-34	300000000	0.000000203	9.798E-19	6.116123319	4.937199	4.741893	4.646332	4.759397	4.387527
6.63E-34	300000000	0.000000204	9.75E-19	6.086142322	4.819613	4.744432	4.657372	4.818196	4.393526
6.63E-34	300000000	0.000000205	9.7024E-19	6.056453823	4.822029	4.790664	4.734211	4.864585	4.417138
6.63E-34	300000000	0.000000206	9.6553E-19	6.027053562	4.95393	4.824272	4.748192	4.852474	4.50642
6.63E-34	300000000	0.000000207	9.6087E-19	5.997937361	4.962658	4.830936	4.743873	4.813461	4.567489
6.63E-34	300000000	0.000000208	9.5625E-19	5.969101124	5.000749	4.871605	4.775573	4.880744	4.549177
6.63E-34	300000000	0.000000209	9.5167E-19	5.940540831	4.983167	4.921869	4.811204	4.977888	4.525253
6.63E-34	300000000	0.00000021	9.4714E-19	5.912252541	4.890933	4.952758	4.899014	5.017692	4.550916
6.63E-34	300000000	0.000000211	9.4265E-19	5.884232387	4.939168	4.985646	4.922985	5.003891	4.595522
6.63E-34	300000000	0.000000212	9.3821E-19	5.856476574	5.10299	5.002185	4.913182	5.041492	4.645753
6.63E-34	300000000	0.000000213	9.338E-19	5.828981379	5.148694	4.991377	4.957201	5.097628	4.676581
6.63E-34	300000000	0.000000214	9.2944E-19	5.801743148	5.111698	4.988232	4.953689	5.130216	4.689668
6.63E-34	300000000	0.000000215	9.2512E-19	5.774758296	5.103144	4.995016	4.952124	5.131129	4.677927
6.63E-34	300000000	0.000000216	9.2083E-19	5.748023304	5.167854	5.034909	4.963825	5.098012	4.655913
6.63E-34	300000000	0.000000217	9.1659E-19	5.721534718	5.239016	5.08124	4.965612	5.085248	4.652507
6.63E-34	300000000	0.000000218	9.1239E-19	5.695289145	5.227702	5.089307	4.93318	5.090987	4.666404
6.63E-34	300000000	0.000000219	9.0822E-19	5.669283259	5.19619	5.091126	4.927208	5.123756	4.655738
6.63E-34	300000000	0.00000022	9.0409E-19	5.64351379	5.147237	5.070473	4.982163	5.175201	4.651445
6.63E-34	300000000	0.000000221	9E-19	5.617977528	5.16664	5.101542	5.007448	5.15053	4.708817
6.63E-34	300000000	0.000000222	8.9595E-19	5.592671323	5.233556	5.082905	5.036268	5.127805	4.703571
6.63E-34	300000000	0.000000223	8.9193E-19	5.567592079	5.275062	5.060692	5.015381	5.177278	4.629338