**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA
(TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (V)
MENGUNAKAN METODE REAKSI PADATAN**

SKRIPSI

oleh:
KHUSNAN MUSTOFA
NIM. 09630038

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA
(TiO₂) ANATAS TERDOPING VANADIUM (V)
MENGUNAKAN METODE REAKSI PADATAN**

SKRIPSI

**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)**

**oleh:
KHUSNAN MUSTOFA
NIM. 09630038**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2014**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂)
ANATAS TERDOPING VANADIUM (V) MENGGUNAKAN METODE
REAKSI PADATAN**

SKRIPSI

Oleh:

KHUSNAN MUSTOFA

NIM.09630038

Telah Diperiksa dan Disetujui Untuk Diuji
Tanggal: 09 September 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

RACHMAWATI NINGSIH, M.Si
NIP. 198108112008012010

Dr. H. MUNIRUL ABIDIN, M. Ag
NIP. 197204202002121003

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP.197906202006042002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI TITANIUM DIOKSIDA (TiO₂)
ANATAS TERDOPING VANADIUM (V) MENGGUNAKAN METODE
REAKSI PADATAN**

SKRIPSI

Oleh:
KHUSNAN MUSTOFA
NIM.09630038

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 09 September 2014

Penguji Utama : AKYUNUL JANNAH, S.Si, M.P (.....)
NIP.197504102005012009

Ketua Penguji : SUSI NURUL KHALIFAH, M.Si (.....)
NIPT.2013091022317

Sekretaris Penguji : RACHMAWATI NINGSIH, M.Si (.....)
NIP. 198108112008012010

Anggota Penguji : Dr. H. MUNIRUL ABIDIN, M. Ag (.....)
NIP. 197204202002121003

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP.197906202006042002

SURAT PERNYATAAN ORISILINITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Khusnan Mustofa
NIM : 09630038
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

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

Malang, 30 September 2014

Yang membuat pernyataan,

Khusnan Mustofa

NIM. 09630038

MOTTO

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

Artinya: 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).

...

Aku tidak akan pernah menarik ucapanku, karena itulah jalan ninjaku (uzumaki Naruto).

...

Hidup adalah "Pergerakan" dari satu "titik" ke "titik" yang lain. Tidak akan pernah ada kesempatan kedua dalam hidup, karena tidak pernah ada "Pergerakan" yang kembali ke "titik" yang sama dengan waktu yang sama untuk kedua kalinya.

...

PERSEMBAHAN

Syukur Al-hamdulillah saya persembahkan kepada Allah SWT Tuhan semesta Alam, yang telah memberikan hamba segala kenikmatan, hidayah dan kemampuan sehingga karya ini dapat diselesaikan dengan baik.

Sholawat beserta salam saya persembahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW. yang telah membawa dan mengajarkan cahaya kebenaran dan keselamatan, yakni agama Islam.

Karya kecil ini saya persembahkan untuk kedua orang tua hamba, Bapak Muntari dan Ibu Riwayatini Hasanah yang telah memberikan kasih sayang, do'a dan pendidikan kepada ananda serta telah memberikan dukungan moral maupun materil terhadap jalan yang ananda pilih. Semoga ananda mampu menjadi anak yang sholeh dan mampu membahagiakan serta membanggakan Bapak dan Ibu.

Karya kecil ini saya persembahkan kepada kakak-kakakku tersayang, mas Ahmad Badruddin, Mbak Nur, ka' Asep Isma'il Yamin, mbak Hany Munfarida, mas Ulfa Nur Wahid dan mas Iwan Rifa'i. Ma'af selalu menyusahkan dan sering membuat khawatir. Ma'af sudah jadi adik yang bandel.

Karya kecil ini saya persembahkan kepada seluruh Sahabat-sahabat Pergerakan Mahasiswa Islam Indonesia (PMII) Rayon Pencerahan Galileo, Teman-teman Himpunan Mahasiswa Kimia (HMASKA) "Helium" dan Kawan-kawan Bapewil IV Ikatan Mahasiswa Kimia Indonesia. Terimakasih atas segala pengalaman, solidaritas dan perjuangan yang telah kalian berikan.

Karya kecil ini saya persembahkan kepada Sahabat-sahabatku, kakak-kakakku dan adik-adikku mahasiswa kimia. Maaf tidak mampu menyebutkan satu persatu. Terimakasih telah menerimaku apa adanya dengan segala kekurangan dan kelemahanku. Terimakasih atas segala persaudaran, pengorbanan, traktiran dan bantuan yang telah kalian berikan.

KATA PENGANTAR

السلام عليكم ورحمة الله وبركاته

بسم الله الرحمن الرحيم

Segala Puji bagi Allah SWT. Tuhan Semesta Alam yang telah memberikan nikmat, rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga mampu menyelesaikan skripsi ini dengan judul: “Sintesis dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO₂) Anatas Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Metode Reaksi Padatan”. Skripsi ini sebagai salah satu syarat menyelesaikan program S1 (Strata-1) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari bahwa dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini, penulis mendapatkan bantuan dari berbagai pihak. Oleh sebab itu penulis mengucapkan terimakasih yang tak terhingga kepada:

- 1) Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
- 2) Ibu Dr. Bayyinatul Muchtaromah, drh. M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 3) Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Ibrahim Malang
- 4) Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si, selaku Pembimbing Utama
- 5) Ibu Nur Aini, M.Si, selaku Konsultan
- 6) Bapak Dr. H. Munirul Abidin, M.Ag, selaku Pembimbing Agama
- 7) Ibu Akyunul Jannah, S.Si, M.P, selaku Penguji Utama
- 8) Ibu Susi Nurul Khalifah M.Si, selaku Ketua Penguji
- 9) Kedua orang tua penulis, Bapak Muntari dan Ibu Riwayatini Hasanah serta saudara-saudara penulis Ahmad Badrudin serta mbak Nur, mbak Hany Munfarida serta aa' Asep, mas Ulfa Nur Wahid dan mas Iwan Rifa'i yang telah menyayangi, mendidik, mendoakan dan mendukung dengan sepenuh hati jalan yang penulis pilih.
- 10) Bapak Anton Prasetyo, M.Si yang telah memberikan bimbingan, arahan dan bahan penelitian.

- 11) Seluruh Dosen Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 12) Seluruh Staf dan Laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- 13) Ketua Jurusan Kimia dan Kepala Laboran Instrumentasi FMIPA ITS Surabaya
- 14) Kepala Laboratorium Fisika Material Jurusan Material dan Metalurgi FTI ITS
- 15) Kepala LAB Afiliasi Kimia Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia
- 16) Seluruh sahabat-sahabat Pergerakan Mahasiswa Islam Indonesia, teman-teman Himpunan Mahasiswa Kimia “Helium” dan kawan-kawan Ikatan Himpunan Mahasiswa Kimia Indonesia.

Penulis juga mengucapkan banyak terimakasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada seluruh pihak yang telah ikut membantu di dalam proses penyelesaian penelitian dan skripsi ini, semoga Allah SWT memberikan balasan yang sebaik-baiknya. Semoga penelitian dan skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, diridlo’I dan diterima oleh Allah SWT sebagai amal ibadah kepada-Nya. Amiin.

والسلام عليكم ورحمة الله وبركاته

Malang, 9 September 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PERSETUJUAN	
HALAMAN PENGESAHAN	
HALAMAN PERNYATAAN ORISINILITAS PENELITIAN	
MOTTO	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iii
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	ix
ABSTRAK	x
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Manfaat	5
1.5 Batasan Masalah.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Larangan Merusak dan Anjuran Menjaga Lingkungan dalam Al-Qur'an	6
2.2 Material Semikonduktor sebagai Fotokatalis	9
2.3 Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO ₂)	11
2.4 Doping TiO ₂ Dengan Menggunakan Ion Logam	16
2.5 Sintesis TiO ₂ Anatas terdoping Vanadium (V) dengan Metode Reaksi Padatan	17
2.6 Mekanisme Reaksi Substitusi Kation Bermuatan Lebih Tinggi	20
2.7 Karakterisasi TiO ₂ Anatas Terdoping Vanadium (V)	22
2.7.1 Karakterisasi Menggunakan XRD	22
2.7.2 Penentuan Energi <i>Band Gap</i> TiO ₂ Anatas menggunakan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i> (DRS).....	23
2.8 Rumus Perhitungan	24
2.7.1 Rumus Menentukan Persentase Doping	24
2.7.2 Rumus Menentukan Ukuran Kristal	25
2.7.3 Rumus Menentukan Energi <i>Band Gap</i>	26
2.7.4 Rumus Menentukan Pergeseran Panjang Gelombang	27
BAB III METODOLOGI	28
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan	28
3.2.1 Alat	28
3.2.2 Bahan	28
3.3 Rancangan Penelitian	28

3.4	Tahapan Penelitian	29
3.5	Cara Kerja	30
3.5.1	Preparasi Sampel	30
3.5.1.1	Sintesis TiO ₂ Anatas dengan Dopan Vanadium (V)	30
3.5.2	Karakterisasi TiO ₂ Terdoping Vanadium (V)	31
3.5.2.1.	Karakterisasi Struktur dan Ukuran Kristal TiO ₂ Anatas Terdoping Vanadium (V) dengan XRD	31
3.5.2.2.	Karakterisasi Energi <i>Band Gap</i> dan Absorpsi Cahaya TiO ₂ Anatas dengan UV-Vis <i>Diffuse Reflectance spectroscopy</i> ..	31
3.5.3	Analisis Data	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		33
4.1	Sintesis TiO ₂ Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Metode Reaksi Padatan	33
4.2	Karakterisasi Struktur Material Menggunakan XRD.....	35
4.2.1	Karakterisasi Struktur TiO ₂ Tanpa Doping.....	36
4.2.2	Karakterisasi TiO ₂ Terdoping Vanadium (V-TiO ₂) 0,3%.....	38
4.2.3	K arakterisasi TiO ₂ Terdoping Vanadium (V-TiO ₂) 0,5%.....	39
4.2.4	K arakterisasi TiO ₂ Terdoping Vanadium (V-TiO ₂) 0,7%.....	41
4.2.5	Ukuran Kristal TiO ₂ Tanpa Doping dan V-TiO ₂	44
4.3	Hasil Karakterisasi dengan UV-Vis DRS	45
BAB V PENUTUP.....		51
5.1	Kesimpulan	51
5.2	Saran.....	51
DAFTAR PUSTAKA		53
LAMPIRAN.....		57
BIOGRAFI		

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Posisi <i>peak</i> TiO ₂ dan V-TiO ₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%).....	44
Tabel 4.2 Ukuran Partikel TiO ₂ anatas dan V-TiO ₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%)	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Energi <i>band gap</i> dari beberapa semikonduktor di dalam larutan elektrolit pada pH = 1	10
Gambar 2.2	Struktur kristal TiO ₂ anatas dan rutil	12
Gambar 2.3	Super cell TiO ₂ anatas	13
Gambar 2.4	Diagram ikatan orbital molekul TiO ₂ anatas	14
Gambar 2.5	Gambaran fotoeksitasi fotokatalis TiO ₂ anatas	15
Gambar 2.6	Spektra difusi reflectance (DRS) UV-Vis TiO ₂ , doping Ni-TiO ₂ , Cr-TiO ₂ dan V-TiO ₂	17
Gambar 2.7	Larutan padat substitusi dan itertisi	19
Gambar 2.8	Pola difraksi sinar-X M-TiO ₂ dengan konsentrasi dopan 0,3% dipreparasi pada suhu 400 °C menggunakan metode sol-gel	23
Gambar 2.9	Contoh menentukan energi <i>band gap</i>	27
Gambar 4.1	TiO ₂ anatas sebelum dan setelah penambahan dopan vanadium (V)	34
Gambar 4.2	Perbandingan difaktogram ICSD 202243 dengan difaktogram TiO ₂ tanpa doping	37
Gambar 4.3	Difaktogram TiO ₂ tanpa doping hasil <i>refinement</i> menggunakan program <i>Rietica</i>	37
Gambar 4.4	Perbandingan difaktogram V ₂ O ₅ , TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ 0,3%	38
Gambar 4.5	Difaktogram V-TiO ₂ 0,3% tanpa doping hasil <i>refinement</i> menggunakan program <i>Rietica</i>	39
Gambar 4.6	Perbandingan difaktogram V ₂ O ₅ , TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ 0,5%	40
Gambar 4.7	Difaktogram V-TiO ₂ 0,5% tanpa doping hasil <i>refinement</i> menggunakan program <i>Rietica</i>	41
Gambar 4.8	Perbandingan difaktogram V ₂ O ₅ , TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ 0,7%	41
Gambar 4.9	Difaktogram V-TiO ₂ 0,7% hasil <i>refinement</i> menggunakan program <i>Rietica</i>	42
Gambar 4.10	Perbandingan difaktogram TiO ₂ tanpa doping Vs V-TiO ₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%)	43
Gambar 4.11	Spektra reflektansi dan absorbansi TiO ₂ tanpa doping dan V-TiO ₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%) UV-Vis DRS	46
Gambar 4.12	Pengaruh doping logam terhadap energi <i>band gap</i> semikonduktor	47
Gambar 4.13	Hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan energi <i>band gap</i>	48
Gambar 4.14	Hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan serapan panjang gelombang TiO ₂	48

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 Skema Kerja	57
LAMPIRAN 2 Perhitungan Persentase Doping.....	59
LAMPIRAN 3 Perhitungan Ukuran Kristal.....	60
LAMPIRAN 4 Perhitungan Energi <i>Band Gap</i> dan Serapan Panjang Gelombang (λ)	62
LAMPIRAN 5 Dokumentasi Penelitian	66
LAMPIRAN 6 ICSD (<i>Inorganics Crystal Structure Database</i>) 202243.....	67
LAMPIRAN 7 Hasil <i>Refinement</i> dengan Progam <i>Rietica</i>	68
LAMPIRAN 8 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD.....	71

ABSTRAK

Mustofa, Khusnan. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Tinanium Dioksida (TiO₂) Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Metode Reaksi Padatan. Pembimbing: Rachmawati Ningsih, M.Si; Pembimbing Agama: Dr. H. Munirul Abidin, M.Ag; Konsultan: Nur Aini M.Si

Kata Kunci: Titanium Dioksida, Vanadium (V), Difraksi Sinar-X dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*.

Aktifitas TiO₂ anatas perlu ditingkatkan dari daerah sinar UV ke daerah sinar tampak untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ anatas. Salah satu upaya untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ anatas tersebut adalah dengan doping menggunakan dopan vanadium (V). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan dopan vanadium (V) terhadap struktur, ukuran kristal, energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO₂ Anatas.

Metode sintesis yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode reaksi padatan. Tahapan yang dilakukan dalam metode ini meliputi penggerusan dan pemanasan pada suhu tinggi. Konsentrasi dopan vanadium (V) yang digunakan dalam penelitian adalah 0,3%, 0,5% dan 0,7% dan karakterisasi yang digunakan adalah difraksi sinar-X dan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectroscopy*.

Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa terjadi perubahan terhadap ukuran kristal, energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO₂ anatas akibat penambahan dopan vanadium (V). Sedangkan struktur TiO₂ anatas tidak mengalami perubahan. Ukuran kristal masing-masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah sebesar 53,21 nm, 47,67 nm, 79,65 nm dan 68,99 nm. Energi *band gap* masing-masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah 3,309 eV, 3,279 eV, 3,270 eV dan 3,259 eV. Sedangkan serapan panjang gelombang masing TiO₂ tanpa doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% dan 0,7% adalah 374,9 nm, 378,4 nm, 379,5 nm dan 380,8 nm.

ABSTRACT

Mustofa, Khusnan. 2014. Synthesis and Characterization Tinanium Dioxide (TiO₂) doped Vanadium (V) Using Solid State Method. Guide: Rachmawati Ningsih, M.Si; Religion Guide: Dr. H. Munirul Abidin, M.Ag; Consultan: Nur Aini M.Si

Key words: Titanium Diokside, Vanadium (V), XRD and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy.

TiO₂ Anatase activities should be increased from the UV to the visible light photocatalytic activity of TiO₂ to increase anatas. One efforts to optimize TiO₂ anatase activity is doping by using dopant vanadium (V). The purpose of this research is to know the effect of addition dopan vanadium (V) on the structure, the size of the crystal, the energy band gap and the absorption wavelength of TiO₂ Anatase.

Synthesis method which is used in this research is a solid reaction method. The steps being taken in this methods include grinding and heating at high temperatures. Dopant concentrations of vanadium (V) which are used in the research was 0.3%, 0.5% and 0.7%. and the characterization used is X-ray diffraction and UV-Vis Diffuse Reflectance Spectroscopy.

The result shows that there are a changing of particle size, *band gap* energy, and absorption of TiO₂ anatas wavelength because of dopan vanadium (V) addition. While TiO₂'s structure does not change. The crystal sizes of each TiO₂ without doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% and 0,7% are 53.21 nm, 47.67 nm, 79.65 nm dan 68.99 nm. *Band gap* energy of each TiO₂ without doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% dan 0,7% are 3.309 eV, 3.279 eV, 3.270 eV and 3.259 eV. While wavelength absorption of each TiO₂ without doping, V-TiO₂ 0,3%, 0,5% and 0,7% are 374.9 nm, 378.4 nm, 379.5 nm and 380.8 nm.

المجردة

مصطفى، حسنان. توليف وتوصيف ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) اناتاس مخدر الفاناديوم (5) عن طريق أسلوب الحالة الصلبة . المرشدة : رحماوات نيعسيه. المرشدة الدينية: منير العابدين. مستشار: نور عين.

كلمة الرئيسية: ثاني أكسيد تيتانيوم، فاناديوم (5) ، حيود الأشعة السينية و الأشعة فوق البنفسجية المرئية منتشر الانعكاس الطيفي

يحتاج TiO_2 اناتاس النشاط إلى زيادة الأشعة فوق البنفسجية من منطقة إلى الضوء المرئي لزيادة النشاط من TiO_2 اناتاس . لذلك لا بدّ على نشاطة TiO_2 اناتاس زيادة، وواحد من مناهج لزيادته هو باستخدام المنشطات شوائب الفاناديوم (5). وتهدف هذه الدراسة إلى تحديد تأثير شوائب الفاناديوم (5) على الهيكل، وحجم من الكريستال، وفجوة الطاقة والطول الموجي للامتصاص TiO_2 اناتاس. طريقة التوليف المستخدمة في هذا البحث هو طريقة الحالة الصلبة. الخطوات المتخذة في أساليب تشمل طحن والتدفئة في درجات الحرارة العالية . كان تركيز المقوي من الفاناديوم (5) المستخدمة في الدراسة 3, 0,5, و 0,7% وتوصيف المستخدم هو حيود الأشعة السينية و الأشعة فوق البنفسجية المرئية منتشر الانعكاس الطيفي.

نتيجة من هذا البحث يدل أن يوجد تغيير عن معيار الذرة وطاقة الفجوة الفرة، امتصاص طول الموجة TiO_2 اناتاس بأسباب زيادة شوائب الفاناديوم (5). وأما تركيب TiO_2 اناتاس لا يوجد تغييره. حجم كل الكريستال TiO_2 بلا المنشطات , V- TiO_2 , 0,3, 0,5, و 0,7% هو 53,21 نانومتر, 47,67 نانومتر, 79,65 نانومتر و 68099 نانومتر. كل الطاقة كل الفجوة الفرة TiO_2 بلا المنشطات V- TiO_2 , 0,3, 0,5, و 0,7% هو 3,309 إلكترون فولت, 3,279 إلكترون فولت, 3,270 و 3,259 إلكترون فولت. واما معيار الذرة TiO_2 بلا المنشطات , V- TiO_2 , 0,3, 0,5, و 0,7% هو 374,9 نانومتر, 378,4 نانومتر 379,5 نانومتر و 380,8 نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Semikonduktor merupakan material yang memiliki ciri-ciri terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi serta tidak adanya elektron pada *band gap* (pita celah) antara pita konduksi dan pita valensi (Palupi, 2006). Semikonduktor digunakan sebagai fotokatalis dalam berbagai permasalahan lingkungan termasuk proses pemurnian air dan udara (Hoffman dkk, 1995).

Pencemaran lingkungan yang diakibatkan dari buangan limbah organik telah menyebabkan banyak kerusakan terhadap lingkungan baik biotik maupun abiotik yang dapat merugikan manusia. Allah SWT berfirman dalam surat Ar-Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: *Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar) (Q.S Ar-Ruum: 41).*

Pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun akan berdampak pada kerusakan lingkungan dan kerugian bagi manusia maupun makhluk hidup disekitarnya. Metode fotokatalisis dinilai sebagai metode paling tepat untuk penanganan pencemaran lingkungan akibat buangan limbah organik. Sebab, metode fotokatalisis tidak menimbulkan lumpur (*sludge*) atau adsorbat seperti pada koagulasi dan adsorben (Safni dkk, 2007).

Secara umum fotokatalisis didefinisikan sebagai proses reaksi kimia yang dibantu oleh cahaya dan material katalis (Arutanti dkk, 2008). Material katalis yang umum digunakan dalam proses 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). TiO_2 memiliki 3 struktur kristal yaitu anatase, rutil dan brookite. Umumnya yang digunakan dalam proses fotokatalis adalah TiO_2 anatase. TiO_2 anatase merupakan fase kristal yang paling reaktif terhadap cahaya (Diebold, 2003 dalam Marlupi, 2003) dan memiliki energi *band gap* yang lebih besar dibandingkan rutil, yaitu sebesar E_g 3,2 eV sedangkan rutil 3,1 eV (Palupi, 2006).

Proses fotokatalis terjadi ketika semikonduktor dikenai cahaya yang memiliki energi sama atau lebih besar dari energi *band gap*, akibatnya terjadi proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Hal ini menyebabkan terjadinya *hole* (h^+) pada pita valensi dan elektron (e^-) pada pita konduksi (Stamate dan Lazar, 2007). Didalam Al-qur'an surat An-Nur ayat 35 dijelaskan bahwa cahaya diturunkan kepada langit dan bumi oleh Allah SWT menjadi bertingkat-tingkat atau berlapis-lapis (نور على نور) sesuai dengan besarnya energi atau panjang gelombangnya (λ) masing-masing.

Menurut Wu dan Chen (2004), 96% cahaya matahari yang sampai ke bumi berada pada daerah sinar tampak (*visible*) yaitu pada panjang gelombang 400-600

nm, akibat dari filterisasi sinar UV pada lapisan ozon. Fotokatalis TiO_2 anatas hanya aktif pada daerah sinar UV dan hanya memakai 3-4 % dari sinar matahari yang mencapai bumi. Hal ini mengakibatkan penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis kurang optimal, karena memerlukan energi yang besar. Oleh sebab itu, aktifitas fotokatalis TiO_2 anatas perlu ditingkatkan agar dapat beraktifitas secara optimal dan efisien di bawah sinar matahari.

Menurut Choi dkk (2009), cara terbaik untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO_2 anatas yaitu dengan doping menggunakan ion logam. Doping merupakan proses penambahan pengotor pada material semikonduktor untuk memodifikasi karakteristik elektroniknya (Effendi dkk, 2012). Beberapa dopan (pengotor) ion logam yang berpotensi meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO_2 anatas antara lain vanadium (V^{3+}), kromium (Cr^{3+}), nikel (Ni^{2+}) dan platinum (Pt^{4+} dan Pt^{2+}) (Choi dkk, 2009). Choi dkk (2009) melaporkan TiO_2 anatas menggunakan doping V^{3+} sebesar 0,3% menunjukkan serapan yang paling tajam dibandingkan dengan Cr^{3+} , Ni^{2+} dan Pt^{2+} yaitu pada daerah 700 nm.

Dopan dalam penelitian ini akan digunakan ion dopan berupa V^{5+} dalam bentuk V_2O_5 . Hal ini disebabkan V^{5+} memiliki jari-jari yang lebih kecil dibandingkan V^{3+} dan Ti^{4+} . Menurut Bhatti dkk (2014) V^{5+} memiliki jari-jari 8,7% lebih kecil dibandingkan dengan Ti^{4+} . Hal ini menghasilkan tegangan pada kristal TiO_2 , sehingga memperkecil ukuran kristal TiO_2 . Semakin kecil ukuran suatu kristal semikonduktor akan mengakibatkan potensial redoks yang lebih besar (Hofman dkk, 1995).

Doping TiO_2 dengan ion dopan V^{5+} akan digunakan metode reaksi padatan. Metode ini memiliki beberapa kelebihan diantaranya sederhana, *fleksible* (Dony dkk, 2013), tidak meninggalkan residu (Bulushev dkk, 2000), menghasilkan produk yang melimpah dan kristalinitas yang tinggi (Idayati dkk, 2008). Selain itu, metode ini memiliki kontrol kemurnian fasa yang baik.

Variasi dopan V_2O_5 yang digunakan sebesar 0,3%, 0,5%, dan 0,7%. Variasi ini didasarkan dari penelitian Choi dkk (2009) yang memakai konsentrasi dopan V^{3+} sebesar 0,3%. Sedangkan variasi 0,5% dan 0,7% dipakai untuk mengetahui pengaruh konsentrasi dopan V^{5+} terhadap perubahan struktur, ukuran kristal TiO_2 anatas, energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO_2 anatas.

Kemudian TiO_2 anatas sebelum dan sesudah terdoping V^{5+} dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) dan UV-Vis *diffuse reflectance spectra* (DRS). XRD digunakan untuk mengetahui struktur kristal dan ukuran kristal TiO_2 anatas sebelum dan sesudah terdoping V^{5+} . Sedangkan UV-Vis DRS digunakan untuk mengetahui energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO_2 anatas TiO_2 anatas sebelum dan sesudah terdoping V^{5+} terhadap cahaya.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh dopan V^{5+} terhadap struktur dan ukuran kristal TiO_2 anatas pada berbagai variasi konsentrasi menggunakan metode reaksi padatan?

2. Bagaimana pengaruh dopan V^{5+} terhadap energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO_2 anatas pada berbagai variasi konsentrasi menggunakan metode reaksi padatan?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui pengaruh dopan V^{5+} terhadap perubahan struktur dan ukuran kristal TiO_2 anatas.
2. Untuk mengetahui pengaruh dopan V^{5+} terhadap energi *band gap* dan serapan panjang gelombang TiO_2 anatas.

1.4 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat berupa:

1. Informasi tentang potensi peningkatan aktivitas fotokatalis TiO_2 anatas pada sinar tampak, sehingga dapat diaplikasikan dalam pengolahan pencemaran lingkungan.
2. Dapat memberikan sumbangan pengetahuan kepada para pembaca dan peneliti, sehingga akan bermanfaat bagi kehidupan dimasa akan datang.

1.5 Batasan Masalah

1. Karakterisasi menggunakan XRD dan UV-Vis *diffuse reflectance spectra* (DRS)
2. Variasi dopan V^{5+} sebesar 0,3%, 0,5%, dan 0,7%
3. Penentuan ukuran kristal dengan persamaan *Debye Scerrer*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Larangan Merusak dan Anjuran Menjaga Lingkungan dalam Al-Qur'an

Telah banyak kerusakan lingkungan yang diakibatkan dari pembuangan limbah industri. Hal ini disebabkan oleh beberapa hal, antara lain: kurangnya kesadaran bahwa pengolahan limbah merupakan investasi jangka panjang yang harus dilakukan, kurangnya teknologi IPAL (Instalansi Pengolahan Air Limbah) dan kurangnya sumber daya manusia yang menguasai teknologi IPAL. Berbagai kerusakan yang diakibatkan dari pencemaran limbah terjadi diberbagai sektor antara lain terhadap estetika lingkungan, kondisi sosial ekonomi masyarakat, kualitas air permukaan dan terhadap biota air di sepanjang jalur pembuangan limbah (Setiyono dan Yudo, 2008).

Kerusakan terhadap lingkungan yang diakibatkan tindakan manusia sudah diberitakan sejak dahulu oleh Al-qur'an, yaitu sebagaimana firman Allah SWT:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: *Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar) (Q.S Ar-Ruum: 41).*

Kata (الفساد) *al-fasad* menurut al-ashfahani dalam Shibah (2003) adalah keluarnya sesuatu dari keseimbangan baik sedikit maupun banyak. Kata ini digunakan menunjukkan apa saja, baik jasmani, jiwa maupun hal-hal lain.

Sementara itu, beberapa ulama kontemporer memahaminya dalam arti kerusakan lingkungan. Karena ayat diatas mengaitkan kata *fasad* tersebut dengan kata darat dan laut (Shihab, 2003).

Ayat diatas menyebut darat dan laut sebagai tempat terjadinya *fasad*, hal ini dapat berarti bahwa darat dan laut sendiri telah mengalami kerusakan, ketidakseimbangan serta kekurangann manfaat. Laut tercemar sehingga ikan mati dan hasil laut berkurang. Daratan semakin panas sehingga terjadi kemarau panjang. Akibatnya, keseimbangan lingkungan menjadi kacau. Hal inilah yang membuat ulama kontemporer memahami ayat ini tentang isyarat kerusakan lingkungan (Shihab, 2003).

Kata *fasad* juga digunakan dalam ayat al-qur'an lainnya, antara lain:

وَإِذَا تَوَلَّى سَعَىٰ فِي الْأَرْضِ لِيُفْسِدَ فِيهَا وَيُهْلِكَ الْحَرْثَ وَالنَّسْلَ ۗ وَاللَّهُ لَا يُحِبُّ الْفُسَادَ ﴿٢٠٥﴾

Artinya: *Dan apabila ia berpaling (dari kamu), ia berjalan di bumi untuk mengadakan kerusakan padanya, dan merusak tanam-tanaman dan binatang ternak, dan Allah tidak menyukai kebinasaan (Q.S Al-Baqarah: 205).*

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT tidak menyukai orang yang melakukan kerusakan, yaitu menghancurkan tanaman dan binatang dengan melakukan berbagai tindakan kriminal, sehingga hujan tidak turun dan hasil-hasil tanaman juga mengering, bumi kering, hewan-hewan mati serta terputuslah keturunan dan pekerjaannya. Allah SWT membencinya dan membenci orang-orang yang melakukannya (Al Jazairi, 2006).

Adapun ayat lain yang juga memuat larangan Allah SWT untuk berbuat kerusakan di bumi adalah:

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

Artinya: Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan Berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah Amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik (Q.S al A'raf: 56).

Pengerusakan adalah sebuah bentuk pelampauan batas dan merusak setelah diperbaiki jauh lebih buruk dari pada merusaknya sebelum diperbaiki (Shihab, 2003). Berbuat *ihsan* (baik) adalah sebuah keharusan, baik *ihsan* dalam pengertian umum maupun dalam artian khusus. Sebab Allah SWT menyukai orang-orang yang berbuat baik (Al Jazairi, 2006).

Alam raya telah diciptakan Allah SWT dengan sangat harmonis, serasi dan memenuhi kebutuhan makhluk. Allah SWT telah menjadikannya baik, bahkan memerintahkan hamba-hambaNya untuk memperbaikinya (Shihab, 2003).

Untuk itu, sudah menjadi tugas manusia untuk berusaha menjaga, mencegah dan memperbaiki kelestarian lingkungan. Sebab Allah SWT tidak akan merubah nasib manusia jika manusia tersebut tidak merubahnya. Sebagaimana firman Allah SWT:

لَهُ مَعْقَبَتٌ مِّنْ بَيْنِ يَدَيْهِ وَمِنْ خَلْفِهِ يَحْفَظُونَهُ مِنْ أَمْرِ اللَّهِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنْفُسِهِمْ وَإِذَا أَرَادَ اللَّهُ بِقَوْمٍ سُوءًا فَلَا مَرَدَّ لَهُ وَمَا لَهُمْ مِنْ دُونِهِ مِن وَّالٍ ﴿١١﴾

Artinya: Bagi manusia ada malaikat-malaikat yang selalu mengikutinya bergiliran, di muka dan di belakangnya, mereka menjaganya atas perintah Allah. Sesungguhnya Allah tidak merubah keadaan suatu kaum sehingga mereka merubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri. dan apabila Allah menghendaki keburukan terhadap sesuatu kaum, Maka tak ada yang dapat menolaknya; dan sekali-kali tak ada pelindung bagi mereka selain Dia (Q.S Ar-Ra'd: 11).

Menurut Shihab (2003), kata (قوم) *qaum/masyarakat* dalam ayat diatas menunjukkan bahwa perubahan sosial tidak dapat dilakukan oleh seorang manusia saja. Kata (قوم) juga menunjukkan bahwa hukum kemasyarakatan ini tidak hanya berlaku kepada kaum muslimin atau satu suku, ras dan agama tertentu tetapi dia berlaku umum, kapan dan dimanapun mereka berada. Perubahan sosial dapat bermula dari seseorang dan ketika ia menyebarkan idenya dapat diterima dan menyebar luas dikalangan masyarakat luas. Lalu sedikit demi sedikit terjadilah perubahan sosial tersebut.

Salah satu inovasi dan usaha manusia untuk mencegah kerusakan lingkungan yang diakibatkan oleh buangan limbah organik adalah menggunakan proses fotokatalis dengan semikonduktor TiO_2 . Berbagai penelitian dilakukan untuk meningkatkan proses fotokatalis, salah satunya adalah dengan melakukan doping TiO_2 .

2.2 Material Semikonduktor sebagai Fotokatalis

Semikonduktor merupakan material yang memiliki ciri-ciri terisinya pita valensi dan kosongnya pita konduksi serta tidak adanya elektron pada *band gap* (celah pita) diantara pita konduksi dan pita valensi (Palupi, 2006). Bila semikonduktor dikenai cahaya dengan energi yang sama atau lebih besar dari energi *band gap*nya, maka elektron (e^-) pada pita valensi akan tereksitasi ke pita konduksi menghasilkan *hole* (h^+) pada pita valensi (Ismunandar, 2006). Elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi dapat mengalami rekombinasi dan melepaskan energi panas atau terjebak dalam permukaan metastabil dan bereaksi dengan elektron donor atau akseptor yang teradsorpsi pada permukaan

semikonduktor (Hoffman dkk, 1995). Semikonduktor dapat berperan sebagai fotokatalis dalam reaksi oksidasi dan reduksi bergantung pada besarnya energi *band gap* dan jenis senyawa kimia yang akan dioksidasi dan direduksi (Ismunandar, 2006). Energi *band gap* beberapa semikonduktor dapat dilihat pada Gambar 2.1.

Gambar 2.1 Energi *band gap* dari beberapa semikonduktor di dalam larutan elektrolit pada pH = 1 (Linsebliger dkk, 1995)

Semikonduktor yang berbeda memiliki level pita energi yang berbeda. Secara termodinamika, level energi pita konduksi (E_{CB}) didefinisikan sebagai ukuran kekuatan reduksi elektron pada semikonduktor, sedangkan level energi pita valensi (E_{VB}) didefinisikan sebagai ukuran kekuatan oksidasi *hole*. Semakin tinggi potensial pita valensi semikonduktor maka semakin tinggi kekuatan oksidasi *hole*. Agar semikonduktor dapat mendegradasi senyawa organik maka semikonduktor harus memiliki potensial pita valensi yang lebih tinggi dibandingkan senyawa organik. Semikonduktor yang memiliki *band gap* kecil memiliki spektrum absorpsi yang cocok dengan spektrum emisi sinar matahari.

Namun, semikonduktor yang memiliki *band gap* kecil, umumnya tidak memiliki potensial valensi yang tinggi (Palupi, 2006).

Semikonduktor yang umum digunakan dalam proses fotokatalis adalah TiO_2 . Gunlazuardi (2001) dalam marlupi (2003) menjelaskan semikonduktor lain seperti ZnO dan WO_3 memiliki karakter yang sebanding dengan TiO_2 dalam hal energi *band gap* dan potensial oksidasi dan reduksinya. Akan tetapi TiO_2 banyak digunakan sebagai fotokatalis disebabkan paling stabil, tahan terhadap korosi, aman, memiliki sifat ampifilik dan harganya yang relatif lebih murah.

2.3 Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO_2)

Fotokatalisis merupakan suatu proses reaksi kimia yang menggunakan energi cahaya dan dipercepat dengan adanya material katalis (Bere, 2013). Fotokatalisis dengan TiO_2 merupakan metode yang efisien untuk mendegradasi senyawa-senyawa organik dalam fase cair dan gas. Metode fotokatalisis dengan TiO_2 telah digunakan dalam beberapa aplikasi komersil termasuk pemurnian air, unit pembersih udara, pelapis antimikroba dan kaca *self-cleaning* (Riyani, 2012). TiO_2 muncul dalam tiga bentuk struktur yang berbeda yaitu rutil, anatas dan brukit (Palupi, 2006).

Struktur kristal TiO_2 anatas dan rutil merupakan bentuk paling umum yang digunakan dalam fotokatalisis. Sedangkan brukit sulit dimurnikan dari mineralnya sehingga sulit ditemukan dan diamati (Diebold, 2003 dalam marlupi, 2003). Struktur anatas dan rutil digambarkan dalam bentuk oktahedral TiO_6 , dibedakan oleh distorsi oktahedron dan pola rantai oktahedronnya. Setiap ion Ti^{4+} dikelilingi oleh enam atom oksigen. Oktahedron pada rutil memperlihatkan sedikit distorsi

ortorombik, sedangkan oktahedron pada anatase memperlihatkan distorsi yang cukup besar sehingga relatif tidak simetri. Jarak Ti-Ti pada anatase lebih besar sebesar 3,79 Å dan 3,04 Å sedangkan rutil sebesar 3,57 Å dan 2,96 Å. Jarak antara ion Ti-O lebih pendek dibandingkan rutil sebesar 1,97 Å dan 1,966 Å sedangkan rutil sebesar 1,946 Å dan 1,983 Å (Linsebliger dkk, 1995). Struktur kristal TiO₂ anatase dan rutil diperlihatkan pada Gambar 2.2.

Gambar 2.2 Struktur kristal TiO₂ anatase dan rutil (Palupi, 2006)

Setiap oktahedron pada rutil mengalami kontak dengan 10 oktahedron tetangganya, sedangkan pada anatase setiap oktahedron mengalami kontak dengan delapan oktahedron tetangganya. Perbedaan dalam struktur kisi ini menyebabkan perbedaan masa jenis dan struktur pita elektronik antara dua bentuk TiO₂ (Lisenbliger dkk, 1995), yaitu anatase memiliki daerah aktivasi yang lebih luas dibandingkan dengan rutil sehingga kristal tersebut menjadi lebih reaktif terhadap cahaya dibandingkan dengan rutil. Besar *band gap* yang dimiliki juga menjadi berbeda. Pada anatase besar rentang energinya sebesar 3,2 eV sedangkan rutil 3,1 eV (Palupi, 2006).

TiO₂ anatas memiliki energi celah sebesar 3,2 eV, dengan posisi tingkat energi pita konduksi memiliki potensial reduksi sebesar kira-kira -1,0 Volt (vs SHE) dan posisi tingkat energi pita valensi mempunyai potensial oksidasi kurang dari +3,0 Volt (vs SHE). Hal ini mengindikasikan bahwa *hole* pada permukaan TiO₂ merupakan oksidator kuat, dan karenanya akan mengoksidasi senyawa kimia yang mempunyai potensial redoks yang lebih kecil, termasuk molekul air dan/atau gugus hidroksil yang akan menghasilkan radikal hidroksil (Palupi, 2006)

TiO₂ anatas mengkristal dalam kisi kristal tetragonal berpusat badan yang terdiri dari empat tepi yang saling terdistorsi oktahedral. Simetri disekitar daerah kation adalah D_{2d} (Peng, 2008). Kisi kristal TiO₂ anatas dapat dilihat pada Gambar 2.3.

Gambar 2.3 *Super cell* TiO₂ anatas. Bola warna biru menggambarkan atom-atom Ti⁴⁺, bola warna merah menggambarkan atom-atom O, enam atom oksigen pusat digambarkan dengan bola warna hijau dengan bentuk oktahedral terdistorsi (Peng dkk, 2008)

Menurut teori medan kristal, keadaan 5 orbital *degenerate* Ti^{4+} 3d mengalami pemisahan menjadi keadaan *eg* dan *t_{2g}*, sedangkan orbital 2p dari atom O terpisah menjadi orbital p_{σ} dan p_{π} . Keadaan orbital p_{σ} atom O dan orbital $3d_{x^2-y^2}$, $3d_z^2$ atom Ti^{4+} dari ikatan σ berada pada daerah energi yang lebih rendah dari pita valensi dan orbital σ^* antibonding berada pada daerah energi yang lebih tinggi dari pita konduksi. Daerah yang memiliki energi sedang dari pita valensi dan pita konduksi terbentuk dari ikatan lemah antara orbital p_{π} atom O dan $3d_{xz}$, $3d_{yz}$ atom Ti serta sedikit kontribusi dari orbital p_{σ} atom O dan $3d_{xy}$ atom Ti^{4+} . Pita valensi maksimum (VBM) terdiri dari orbital p_{π} non-bonding dari atom O dan pita konduksi minimum (CBM) terdiri dari orbital $3d_{xy}$ atom Ti (Peng, 2008). Diagram orbital TiO_2 anatas ditunjukkan pada Gambar 2.4.

Gambar 2.4 Diagram ikatan orbital molekul anatas TiO_2 murni. a) Tahap atomik. b) Tahap *splitting* medan kristal. c) Tahap akhir, orbital p_{σ} dan orbital p_{π} atom O pada orbital 2p masuk dan keluar bidang Ti_3O secara berurut-urutan (Peng dkk, 2008)

Ketika TiO_2 dikenai oleh sinar UV yang memiliki energi yang lebih besar dari energi *band gap* TiO_2 maka elektron (e^-) pada pita valensi akan dipromosikan ke pita konduksi (Stamate dan Lazar, 2007), sehingga dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi secara terus menerus. Elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi memiliki reaktivitas reduksi dan oksidasi yang sangat tinggi. Keduanya akan menginduksi reaksi katalis dipermukaan TiO_2 (Anpo, 2000). Gambaran proses eksitasi elektron TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 2.5.

Gambar 2.5 Gambaran fotoeksitasi fotokatalis titanium dioksida (a) Pembentukan dari elektron (e^-) dan *hole* (H^+). (b) Pemisahan muatan dan reduksi H^+ menghasilkan H_2 serta oksidasi OH^- menghasilkan O_2 melalui pembentukan OH radikal dari air (Anpo, 2000)

Pada proses redoks *hole* akan bereaksi dengan H_2O yang terdapat dalam larutan membentuk radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$). Radikal hidroksil ini merupakan oksidator kuat yang dapat mendegradasi senyawa organik menjadi CO_2 , H_2O dan ion halida jika ada. Elektron pada permukaan TiO_2 dapat bereaksi dengan menangkap e^- yang ada dalam larutan yaitu O_2 membentuk radikal superoksida ($\bullet\text{O}_2^-$) yang juga dapat mendegradasi senyawa organik dalam larutan (Hoffman et al, 1995 dalam Riyani dkk, 2012).

TiO₂ anatas memiliki energi *band gap* sebesar 3,2 eV. Hal ini mengakibatkan TiO₂ hanya aktif dibagian sepektrum sinar ultraviolet dari sinar matahari. Sehingga perlu adanya upaya untuk meningkatkan aktivitas TiO₂ anatas yang aktif dibawah sorotan sinar tampak (> 400 nm). Beberapa modifikasi yang telah dilakukan untuk memperluas fotoaktifitasnya di daerah sinar tampak di antaranya menggunakan doping dengan anion (seperti sulfur, yodium dan fluor) doping dengan ion logam, dan fungsionalisasi TiO₂ dengan *fotosensitizer* yang menyerap cahaya tampak (Choi dkk, 2009).

2.4 Doping TiO₂ Dengan Menggunakan Ion Logam

Efektifitas fotokatalis dapat ditingkatkan melalui proses doping ion logam. Aktivitas fotokatalis TiO₂ berkaitan dengan struktur dan ukuran nanopartikel dari TiO₂. Penambahan ion logam akan mempengaruhi karakter dari TiO₂, dimana akan mempengaruhi efektifitas sistem fotokatalisnya (Rilda, 2010).

Doping material TiO₂ dengan berbagai jenis logam baik dengan cara tersubstitusi maupun terintertisi pada permukaan TiO₂ dapat mempengaruhi karakteristik struktur, morfologi dan fotoaktivitas material TiO₂. Logam yang dapat bertindak sebagai dopan antara lain besi (Fe), Vanadium (V), Kromium (Cr), nikel (Ni) dan platina (Pt). Dopan logam tersebut dapat membentuk larutan padat substitusi atau intertisi dengan TiO₂ tergantung pada ukuran dan tingkat oksidasi ion logam (Choi, 2009).

Gambar 2.6 Spektra *diffusi reflectance* (DRS) UV-Vis TiO_2 , doping Ni- TiO_2 , Cr- TiO_2 dan V- TiO_2 (Choi, 2009)

Choi dkk (2009) melaporkan bahwa penambahan dopan vanadium (III), kromium (III) dan Nikel (III) sebesar 0,3% pada TiO_2 telah memberikan pengaruh yang cukup besar pada pergeseran serapan cahaya TiO_2 . TiO_2 tanpa doping memiliki serapan pada panjang gelombang sekitar 400 nm. Penambahan dopan nikel (III) menunjukkan serapan pada panjang gelombang diantara 400 nm dan 500 nm. Dopan kromium (III) menunjukkan serapan diatas 400-500 nm, sedangkan dopan vanadium (III) memiliki pergeseran serapan yang paling tajam yaitu pada panjang gelombang 700 nm (Choi dkk, 2009). Pergeseran panjang gelombang doping TiO_2 dapat dilihat pada Gambar 2.6.

2.5 Sintesis TiO_2 Anatas Terdoping Vanadium (V) dengan Metode Reaksi Padatan

Reaksi padatan adalah reaksi antara campuran dua atau lebih padatan untuk membentuk produk yang juga berupa padatan. Metode ini melibatkan pemanasan beberapa komponen pada temperatur tinggi selama periode yang lama.

Faktor pembatas dalam reaksi padatan adalah difusi (Ismunandar, 2006). Laju reaksi dengan sintesis metode padatan dipengaruhi oleh luas kontak padatan pereaksi, laju difusi dan dan laju nukleasi produk (Ismunandar, 2006).

1) Luas kontak padatan pereaksi

Untuk memaksimalkan reaksi dapat dilakukan dengan memperbesar luas permukaan pereaksi dengan cara memperkecil partikel ukuran pereaksi. Selain itu, memaksimalkan kontak pereaksi dapat dilakukan dengan cara membuat pelet dari berbagai campuran pereaksi.

2) Laju Difusi

Untuk meningkatkan laju difusi dapat dilakukan dengan cara menaikkan temperatur reaksi dan memasukkan defek. Defek dapat dimasukkan dengan memulai reaksi dengan reagen yang terdekomposisi terlebih dahulu sebelum atau selama bereaksi, misalnya nitrat atau karbonat.

3) Laju nukleasi fasa produk

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

Dalam metode reaksi padatan, reaksi antara padatan dengan padatan akan berjalan lebih lambat dibandingkan dengan reaksi pada fasa cair. Oleh sebab itu pembentukan produk sangat dipengaruhi oleh suhu dan lamanya waktu kalsinasi. Dalam metode ini tidak dilakukan perlakuan-perlakuan khusus atau penambahan zat-zat lain sebagai agen pembantu reaksi. Metode ini cenderung lebih praktis, menghasilkan produk yang lebih melimpah dan kristalinitas yang tinggi. Namun, metode ini memerlukan waktu yang lama (Idayati dkk, 2008).

Gambar 2.7 a) Larutan padat substitusi. b) Larutan padat intertisi

Pada sintesis TiO_2 terdoping vanadium (V) akan ada dua kemungkinan produk yang terjadi yaitu membentuk larutan padat substitusi atau intertisi. Gambar larutan padat substitusi dan intertisi dapat dilihat pada Gambar 2.5. Menurut Hume dan Rothery dalam Effendy (2010) larutan padatan substitusi dari campuran berbagai macam logam dapat terpenuhi dengan 3 syarat yaitu:

- 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 satu, dua atau tiga persyaratan diatas 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 hal tersebut, maka doping TiO_2 anatas dengan vanadium (V) akan membentuk padatan substitusi. Hal ini disebabkan jari-jari ion V^{5+} lebih kecil

8,7% dibandingkan Ti^{4+} (Bhatti dkk, 20014). Menurut Bhatti dkk (2014), V^{5+} yang memiliki ukuran lebih kecil dibandingkan Ti^{4+} akan menghasilkan tegangan pada kisi kristal TiO_2 untuk memperkecil ukuran kristal TiO_2 . Hofman dkk (1995) menjelaskan bahwa ketika ukuran suatu semikonduktor mendekati radius kritis, sekitar 10 nm, maka pembawa muatan menunjukkan perilaku mekanika kuantum sebagai partikel sederhana di dalam kotak. Akibatnya *band gap* meningkat dan *band edges* (tepi pita) menghasilkan potensial redoks yang lebih besar.

2.6 Mekanisme Reaksi Substitusi Kation Bermuatan Lebih Tinggi

Menurut West (1999) terdapat dua mekanisme reaksi yang mungkin terjadi ketika kation dari sebuah struktur kristal disubstitusi dengan kation yang memiliki muatan yang lebih besar untuk menjaga *electroneutrality*-nya, yaitu vakansi kation dan intertisi anion.

1. Vakansi kation

Vakansi kation terjadi akibat kation lebih meninggalkan struktur kristalnya, contohnya NaCl yang terlarut sedikit $CaCl_2$. Mekanisme pembentukan larutan padat substitusi melibatkan penggantian 2 ion Na^+ oleh 1 ion Ca^{2+} . Oleh sebab itu salah satu ion Na^+ menjadi hilang/kosong. Persamaan reaksi dari larutan padat ini adalah:

dimana V menggambarkan kation vakansi.

Persamaan reaksi diatas dapat digunakan pada larutan substitusi sederhana. namun, sulit untuk membuat aturan kuantitatif dan prediksi kemungkinan larutan padat yang terbentuk. Ion divalen dapat digantikan dengan satu ion trivalen seperti

contoh *spinel* MgAl_2O_4 . Ion Mg^{2+} di dalam kisi kristal tetrahedral digantikan oleh Al^{3+} dengan rasio 3:2. Akibatnya persamaan reaksi menjadi:

dimana x adalah kekosongan kisi kristal tetrahedral yang dibuat.

Banyak senyawa logam transisi adalah non-stoikiometrik dan ada yang tersusun dari banyak komposisi karena ion transisi memiliki banyak keadaan oksidasi. Hal ini dapat menimbulkan berbagai reaksi larutan padatan. Seperti *wustite* Fe_{1-x}O , berisi campuran Fe^{2+} , Fe^{3+} dan kation vakansi. Contoh serupa juga ditunjukkan oleh oksida nikel (NiO), ketika dipanaskan dengan oksigen memiliki rumus Ni_{1-x}O . Berisi ion Ni^{2+} , Ni^{3+} dan kation vakansi di atas kisi kristal oktahedral dari padatan garam dengan rumus reaksi secara umum sebagai berikut:

2. Intertisi Anion

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 yttrium florida. Jumlah kation tetap dengan ion Ca^{2+} , ion Y^{3+} tidak teratur pada tempat kalsium. Dalam rangka menjaga keseimbangan muatan maka terjadi intertisi anion. Persamaan reaksinya adalah sebagai berikut:

Ion florida tambahan ini menempati tempat besar yang dikelilingi oleh delapan ion florida tambahan di sudut-sudut kubus.

Struktur *fluorite* lain yang mengandung tambahan anion intertisi adalah UO_2 . Saat oksidasi membentuk fase larutan padat UO_{2+x} , mengandung ion oksida intertisi. Persamaan reaksi yang terjadi adalah:

2.7 Karakterisasi TiO_2 Anatas terdoping Vanadium (V)

2.7.1 Karakterisasi Menggunakan XRD

XRD merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui struktur dan kristalinitas kristal. Difraksi sinar-X oleh atom-atom yang tersusun di dalam kristal akan menghasilkan pola yang berbeda tergantung pada konfigurasi yang dibentuk oleh atom-atom dalam kristal. XRD dapat memberikan informasi secara umum baik secara kualitatif maupun kuantitatif tentang komposisi fasa-fasa dalam kristal. Ada tiga informasi yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi fasa-fasa dalam suatu sampel yaitu posisi sudut difraksi maksimum, intensitas puncak, dan distribusi intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi. Setiap bahan memiliki pola difraksi yang khas (Samsiah, 2009).

Posisi puncak difraksi dan jarak antar bidang memberikan informasi tentang lokasi bidang kristal. Setiap puncak mempunyai intensitas yang berbeda dari intensitas puncak lainnya. Intensitas ini merefleksikan kekuatan relatif puncak-puncak difraksi. Bagian ini membahas tentang, intensitas difraksi dengan kimia padatnya serta susunan partikel dalam padatan yang dianalisis (Ismunandar, 2006). Pola difraksi TiO_2 anatas terdoping ion logam yang disintesis menggunakan metode sol-gel ditunjukkan pada gambar 2.6 (Choi dkk, 2009).

Dalam penelitian oksida logam yang berbentuk serbuk sering digunakan metode difraksi sinar X serbuk. Pada difraksi sinar-X serbuk, terkadang terjadi overlap dari puncak difraksi terutama pada nilai 2θ yang tinggi. Terjadinya overlap ini menyebabkan pemisahan intensitas dari tiap-tiap pemantulan sinar, sangat sulit dilakukan. Analisis kualitatif data difraksi sinar-X serbuk dapat dilakukan dengan menggunakan data *base* sampel. Untuk dapat memastikan struktur senyawa yang dianalisis dapat digunakan metode Rietveld (Ismunandar, 2006).

Gambar 2.8 Pola difraksi sinar-X M-TiO₂ dengan konsentrasi dopan 0,3% dipreparasi pada suhu 400 °C menggunakan metode sol-gel (A: fase anatas, R: fase rutil) (Choi dkk, 2009)

2.7.2 Penentuan Energi *Band Gap* TiO₂ Anatas Menggunakan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra* (DRS)

UV-Vis DRS adalah teknik yang lebih tepat dibandingkan Uv-Vis *absorption spectroscopy* untuk karakterisasi material nano, karena mengambil keuntungan dari fenomena peningkatan hamburan pada material bubuk. Selain itu, efek penghamburan cahaya pada spektra absorpsi dari material bubuk yang

terdipersi ke dalam media cair dapat dihindari dengan menggunakan DRS (Preetha dan Janardanan, 2012).

Di dalam DRS, rasio dari hamburan cahaya dan absorpsi yang tidak ideal dari sebuah lapisan tebal (>2-3) menjadi acuan sebagai penentuan fungsi gelombang. DRS digunakan secara luas untuk mempelajari material dasar dan keadaan transisi oksida logam yang sama dan berbeda pada permukaan ion logam dengan mengukur transisi orbital d ke d, f ke d dan transfer muatan dari pita oksigen ke ion metal (Preetha dan Janardanan, 2012).

2.8 Rumus Perhitungan

2.8.1 Rumus Menentukan Persentase Doping

Berat TiO_2 dan V_2O_5 yang akan didoping dihitung menggunakan Persamaan II.1 dan Persamaan II.2.

$$\text{Massa TiO}_2 = \frac{\% \text{TiO}_2 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr V-TiO}_2} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Padatan} \dots\dots\dots \text{(II.6)}$$

Keterangan:

$\% \text{TiO}_2$ = persentase TiO_2 (%)

Mr TiO_2 = massa molekul relatif TiO_2 (g/mol);

Mr V-TiO_2 = massa molekul relatif V- TiO_2 (g/mol);

Ar Ti = massa atom relatif titanium (g/mol)

Massa Padatan = massa padatan yang akan disintesis (g)

$$\text{Massa } V_2O_5 = \frac{\% V_2O_5 \times Ar V}{Mr V-TiO_2} \times \frac{Mr V_2O_5}{2 \times Ar V} \times \text{Massa Padatan} \dots\dots\dots (II.7)$$

Keterangan:

% V_2O_5 = persentase V_2O_5 (%)

Mr TiO_2 = massa molekul relatif V_2O_5 (g/mol)

Mr V- TiO_2 = massa molekul relatif V- TiO_2 (g/mol)

Ar V = massa atom relatif Vanadium (g/mol)

Massa Padatan = massa padatan yang akan disintesis (g)

2.8.2 Rumus Menentukan Ukuran Kristal

Ukuran Kristal TiO_2 dihitung dengan menggunakan persamaan *Debey Scerrer* (Calvalcante dkk, 2008):

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (II.8)$$

Keterangan:

D = Ukuran Kristal (nm)

K = Konstanta (0,9)

λ = Panjang Gelombang (nm)

β = FWHM (*Full Width Halft Maximum*, radian)

$$= \frac{FWHM}{180} \times 3,14$$

θ = $\frac{2\theta}{2}$

2θ = Posisi Puncak Difaktogram

2.8.3 Rumus Menentukan Energi *Band Gap*

Energi *band gap* dapat ditentukan dengan membuat plot antara $(h\nu A)^{n/2}$ Vs energi foton (eV) dari spektra reflektansi hasil analisis menggunakan UV-Vis DRS. Dimana A = Absorbansi ($\log (1/R)$, dengan R= reflektansi), h = ketetapan Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ J/s), ν = frekuensi (c/λ , dengan c = kecepatan cahaya (3×10^8) dan λ = panjang gelombang (nm)), n = 4 karena TiO₂ material semikonduktor dengan celah pita tidak langsung dan Energi Foton (E) = $1240,82/\lambda$. Kemudian dibuat garis linear yang melewati daerah tersebut dan dibuat persamaan linearnya (Istighfarini, 2013). Persamaan linear sebagai berikut:

$$y = ax + b \dots\dots\dots (II.9)$$

Dari persamaan linear selanjutnya dicari nilai x ketika y = 0. Nilai x tersebut menyatakan besar dari celah pita energi. Contoh menentukan energi *band gap* dapat dilihat pada Gambar 2.7 (Istighfarini, 2013).

Gambar 2.9 Contoh menentukan energi *band gap* (Istighfarini, 2013)

2.8.4 Rumus Menentukan Pergeseran Panjang Gelombang

Penentuan pergeseran panjang gelombang ditentukan dengan memakai persamaan berikut:

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} \dots\dots\dots (II.10)$$

Keterangan:

λ = Panjang Gelombang (nm)

h = Ketetapan Planck ($6,626 \cdot 10^{-34}$ J/s atau $4,13608 \cdot 10^{-15}$ eV/s)

c = Kecepatan Cahaya ($3 \cdot 10^8$ m/s)

E = Energi *Band Gap* (eV)

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Mei 2014 sampai dengan Juni 2014 di Laboratorium Kimia Anorganik UIN Maliki Malang, Laboratorium Instrumentasi Kimia ITS Surabaya, Laboratorium Fisika ITN Malang dan Laboratorium Kimia Universitas Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain seperangkat alat gelas, spatula, neraca analitik, krus, mortar *agate*, *furnace*, difraksi sinar x *powder*, dan UV-Vis *diffuse reflectance spectra*.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan yaitu: HNO_3 (p.a), aseton (p.a), TiO_2 anatas, dan V_2O_5 .

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap yaitu preparasi sampel TiO_2 anatas terdoping vanadium (V) untuk tahap pertama dan karakterisasi TiO_2 anatas terdoping vanadium (V) untuk tahap kedua. Pada tahap pertama, TiO_2 anatas terdoping vanadium (V) disintesis menggunakan metode reaksi padatan pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam dengan variasi konsentrasi vanadium (V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7%. Pelet yang dihasilkan digerus dan dikalsinasi kembali.

Pada tahap kedua, TiO₂ terdoping vanadium (V) dikarakterisasi menggunakan XRD menggunakan sumber sinar Cu-K α 1,54 Å pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5 - 60^\circ$, step 0.020°, dan waktu step 1 detik. Difaktogram hasil XRD akan dibandingkan dengan ICSD (*Inorganics Crystal Structure Database*) 202243 TiO₂ anatas dan dilakukan *refinement* dengan program *Rietica*. Karakterisasi absorpsi cahaya TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectra*.

Analisis data yang digunakan dalam penelitian ini menggunakan metode deskriptif. Difaktogram hasil karakterisasi TiO₂ anatas dan TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) menggunakan XRD akan dibandingkan dengan ICSD 202243 dan juga akan dilakukan *refinement* struktur dengan program *Rietica* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan. Dari data XRD ditentukan ukuran partikel menggunakan persamaan *Debye-Scherer*. Data yang didapatkan dari penentuan energi *band gap* TiO₂ anatas dan TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) akan dibuat kurva, kemudian dianalisis secara deskriptif.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel TiO₂ anatas terdoping vanadium (V).
2. Karakterisasi struktur TiO₂ anatas terdoping vanadium (V)
 - a. Karakterisasi struktur TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan analisis struktur dengan program *Rietica*.

- b. Karakterisasi energi *band gap* TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectra*.
- c. Analisis ukuran partikel dari data XRD dengan persamaan *Debye Scherrer*

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel

3.5.2.1 Sintesis TiO₂ Anatas dengan Dopan Vanadium (V)

Disintesis TiO₂ terdoping vanadium (V) sebesar 0,3% sebanyak 2 gram. Dilakukan dengan cara ditimbang vanadium (V) sebanyak 0,0068 gram dan TiO₂ anatas (Sigma Aldrich 99% *anatase*) sebanyak 1,993 gram. Lalu dicampurkan pada mortar *agate*. Campuran kemudian digerus selama kurang lebih 5 jam untuk mendapatkan campuran yang homogen. Campuran homogen selanjutnya di press dalam bentuk pelet untuk meningkatkan kontak antar partikel yang lebih baik. Pelet disintering dalam *furnace* dengan suhu 500°C selama 5 jam. Kemudian, sampel digerus kembali selama 5 jam, dipelet dan dipanaskan kembali di dalam *furnace* pada suhu 500 °C selama 5 jam. Hal ini dilakukan untuk mengoptimalkan reaksi antar padatan. Langkah-langkah ini dilakukan kembali untuk sintesis TiO₂ anatas dengan dopan vanadium (V) sebesar 0,5% dan 0,7%. Perhitungan berat TiO₂ anatas dan vanadium dengan konsentrasi 0,5% dan 0,7% yang digunakan dapat dilihat pada Lampiran 2.

3.5.2 Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium (V)

3.5.2.2 Karakterisasi Struktur dan Ukuran Kristal TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) dengan XRD

Karakterisasi stuktur material TiO₂ anatas dan TiO₂ anatas yang telah didoping dengan logam vanadium (V) pada berbagai variasi konsentrasi di ukur dengan difraksi sinar-X bubuk. Analisis XRD menggunakan sumber sinar Cu-K α 1,54 Å pada 30 kV dan 30 mA, $2\theta = 5 - 60^\circ$, step 0.020°, dan waktu step 1 detik. Difraktogram yang diperoleh kemudian di bandingkan dengan standar ICSD 202243 menggunakan program *winplotr*. Setelah itu, dilakukan proses *refinement* menggunakan program *Rietica* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan dan dari data XRD akan didapatkan ukuran partikel TiO₂.

3.5.2.3 Karakterisasi Energi *Band Gap* dan Absorpsi Cahaya TiO₂ Anatas dengan UV-Vis *Diffuse Reflectance Spectra*

Penentuan energi *band gap* dan absorpsi cahaya digunakan untuk mengetahui serapan cahata di daerah *visible* dan energi *band gap* TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) pada berbagai variasi konsentrasi. Penentuan energi *band gap* dan absorpsi cahaya TiO₂ anatas terdoping vanadium (V) menggunakan UV-Vis *diffuse reflectance spectra*.

3.6 Analisis Data

1. Data yang diperoleh dari karakterisasi dengan XRD adalah difaktogram yang akan dibandingkan dengan standar ICSD TiO₂ anatas (No. 202243) menggunakan program *winplotr* untuk mengetahui perubahan fasa dari

TiO₂ setelah diberi perlakuan. Data XRD juga akan dilakukan proses *refinement* dengan program *Rietica* untuk mendapatkan data kristalografi dari material baru yang dihasilkan.

2. Data yang diperoleh dari UV-Vis *diffuse reflectance spectra* dibuat plot $(h\nu A)^2$ Vs energi foton. Kemudian dianalisis menggunakan metode deskriptif dengan cara membuat tabel dan kurva.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis TiO₂ Terdoping Vanadium (V) Menggunakan Metode Reaksi Padatan

Metode ini terdiri dari beberapa tahap yaitu penimbangan, penggerusan, pembuatan pelet dan kalsinasi. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah titanium dioksida (TiO₂) anatas dan vanadium pentaoksida (V₂O₅). V₂O₅ ditimbang sesuai dengan konsentrasi masing-masing. Lalu dicampurkan dengan TiO₂ anatas dan dilakukan penggerusan manual menggunakan *mortar agate* selama 5 jam. Penggerusan bertujuan untuk memperluas permukaan prekursor sehingga akan memperluas kontak antar kristal dan memaksimalkan reaksi (Ismunandar, 2006). *Mortar agate* digunakan untuk meminimalisir pengotor (*impurities*) akibat penggerusan, sebab kehadiran kalium dan fosfor dari mortar dapat merubah sifat dari katalis oksida (Bulushev dkk, 2000).

Pada tahap selanjutnya sampel dibentuk menjadi pelet, lalu dikalsinasi pada suhu 500 °C selama 5 jam. Setelah itu, sampel digerus selama 5 jam, dibuat pelet dan dipanaskan kembali pada suhu 500 °C selama 5 jam. Hal ini dilakukan karena reaksi antara padatan dengan padatan berlangsung sangat lambat (Idayati dkk, 2008). Menurut Bulushev dkk (2000), reaksi antara titanium dengan vanadium diketahui terjadi diatas suhu 482 °K/209 °C. Suhu diatas 773 °K/500 °C dapat mengakibatkan perubahan dari fase anatas ke rutil, disebabkan penggabungan kation-kation vanadium kedalam struktur kristal titanium.

Hasil sintesis TiO₂ menunjukkan perubahan warna TiO₂ dari warna putih menjadi abu-abu kecoklatan. Hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan

Lampiran 5. Sedangkan reaksi antara V_2O_5 dengan TiO_2 merupakan reaksi substitusi larutan padat. Hal ini disebabkan jari-jari ion V^{5+} 8,7% lebih kecil dibandingkan dengan jari-jari ion Ti^{4+} (Bhatti, 2014). Reaksi substitusi pada padatan dapat terjadi ketika perbedaan jari-jari atom tidak lebih dari 15% (Effendy, 2010). 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+} . Mekanisme yang mungkin terjadi pada substitusi Ti^{4+} oleh V^{5+} adalah vakansi kation atau intertisi anion, seperti yang telah dijelaskan oleh West (1999) pada Sub BAB 2.6.

Gambar 4.1 a) TiO_2 sebelum penambahan dopan vanadium (V). b) TiO_2 setelah penambahan dopan vanadium (V) 0,3

4.2 Karakterisasi Struktur Material Menggunakan XRD

Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui struktur dan ukuran kristal dari suatu material (Purnama, 2013). Sinar-X merupakan cahaya yang dihasilkan dari tumbukan elektron bertegangan tinggi dengan sebuah target berupa Cu, Cr, Fe, Co, Mo ataupun W (Purnama, 2006). Di dalam Al-Qur'an telah dijelaskan bahwa Allah SWT lah yang telah menurunkan dan menjadikan cahaya bertingkat-tingkat. Sebagaimana Firman Allah SWT:

﴿ اللَّهُ نُورُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ ۖ مِثْلُ نُورِهِ كَمِشْكَاةٍ فِيهَا مِصْبَاحٌ ۚ الْمِصْبَاحُ فِي زُجَاجَةٍ ۚ
الزُّجَاجَةُ كَأَنَّهَا كَوْكَبٌ دُرِّيٌّ يُوقَدُ مِنْ شَجَرَةٍ مُبْرَكَةٍ زَيْتُونَةٍ لَا شَرْقِيَّةٍ وَلَا غَرْبِيَّةٍ يَكَادُ زَيْتُهَا
يُضِيءُ وَلَوْ لَمْ تَمْسَسْهُ نَارٌ ۖ نُورٌ عَلَى نُورٍ ۗ يَهْدِي اللَّهُ لِنُورِهِ مَن يَشَاءُ ۗ وَيَضْرِبُ اللَّهُ الْأَمْثَالَ
لِلنَّاسِ ۗ وَاللَّهُ بِكُلِّ شَيْءٍ عَلِيمٌ ﴾

Artinya: Allah (Pemberi) cahaya (kepada) langit dan bumi. perumpamaan cahaya Allah, adalah seperti sebuah lubang yang tak tembus, yang di dalamnya ada pelita besar. pelita itu di dalam kaca (dan) kaca itu seakan-akan bintang (yang bercahaya) seperti mutiara, yang dinyalakan dengan minyak dari pohon yang berkahnya, (yaitu) pohon zaitun yang tumbuh tidak di sebelah timur (sesuatu) dan tidak pula di sebelah barat(nya), yang minyaknya (saja) Hampir-hampir menerangi, walaupun tidak disentuh api. cahaya di atas cahaya (berlapis-lapis), Allah membimbing kepada cahaya-Nya siapa yang Dia kehendaki, dan Allah memperbuat perumpamaan-perumpamaan bagi manusia, dan Allah Maha mengetahui segala sesuatu (Q.S An-Nuur: 35).

Dalam tafsir Al-Qurtubi maksud dari kata (نوعلى نور) adalah terkumpulnya cahaya pelita pada lubang yang tidak tembus, sehingga menjadikan cahaya diatas cahaya. Kata (نوعلى نور) juga dapat dipahami bahwa Allah SWT telah menciptakan cahaya menjadi bertingkat-tingkat sesuai dengan energi atau panjang gelombangnya masing-masing. Difraksi sinar-X merupakan metode dengan memanfaatkan cahaya berenergi tinggi atau bergelombang pendek untuk

memperoleh informasi struktur, kristalinitas maupun ukuran suatu kristal material. Panjang gelombang yang digunakan dalam penelitian ini adalah 1.54 Å pada 2θ 05° - 60° dengan sumber Cu K α .

4.2.1 Karakterisasi Struktur TiO₂ Tanpa Doping

Karakterisasi struktur TiO₂ tanpa doping dilakukan dengan membandingkan difaktogram TiO₂ tanpa doping dengan ICSD (*Inorganics Crystal Structure Database*) 202243 TiO₂ anatas menggunakan bantuan program *Winplotr*. Gambar 4.2 menunjukkan perbandingan difaktogram TiO₂ tanpa doping dengan Difaktogram ICSD 202243. Gambar 4.2 memperlihatkan bahwa pola difraksi TiO₂ tanpa doping identik dengan pola difraksi ICSD 202243 dan tidak terdapat fasa rutil. Hal ini menunjukkan bahwa TiO₂ tanpa doping memiliki struktur yang sama dengan ICSD 202243, yaitu anatas.

Data XRD yang diproses, selanjutnya dilakukan proses *refinement* dengan menggunakan program *Rietica*. *Refinement* adalah proses pencocokan pola difraksi hasil analisis XRD dengan pola difraksi terhitung atau *data base* dengan cara memperluas atau mengubah parameter-parameter dalam model terhitung (Rahmawati dkk, 2012). Kesesuaian data hasil analisis XRD dengan *data base* dapat dilihat pada nilai Rp dan Rwp (Yashinta, 2011). Dari hasil *refinement* didapatkan parameter yang memiliki nilai Rp (faktor profil) sebesar 12,40 % dan Rwp (faktor profil terbobot) sebesar 8,51%. Hasil dari *refinement* ini dapat diterima karena Rp dan RWP dibawah 20% (Timuda, 2010).

Gambar 4.2 Perbandingan difaktogram ICSD 202243 dengan difaktogram TiO_2 tanpa doping.

Hasil *refinement* dengan program *rietica* menunjukkan bahwa TiO_2 tanpa doping memiliki struktur tetragonal dengan *space group* $I4_1/a m d z$ dan parameter kisi $a : 3,782200, b : 3,782200, c : 9,502300, \alpha : 90, \beta : 90, \gamma : 90$ dan volume kisi : 135,930786. TiO_2 tanpa doping memiliki difraksi pada 2θ : 25,379; 37,036; 37,879; 38,631; 48,107; 53,951 dan 55,101. Masing-masing difraksi berada pada bidang hkl: 011, 013, 004, 112, 020, 015 dan 121. Difaktogram hasil *refinement* ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Gambar 4.3 Difaktogram TiO_2 tanpa doping hasil *refinement* menggunakan program *Rietica*

4.2.2 Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium (V-TiO₂) 0,3 %

Karakterisasi dilakukan dengan membandingkan difaktogram V-TiO₂ 0,3% dengan difaktogram TiO₂ tanpa doping menggunakan program *Winplotr* untuk mengetahui perubahan difraksi setelah penambahan dopan vanadium (V) 0,3%. Dari Gambar 4.4 terlihat bahwa penambahan dopan vanadium (V) 0,3% terhadap TiO₂ tanpa doping mengakibatkan penurunan intensitas dan pergeseran posisi *peak* ke arah kiri. Penurunan intensitas menunjukkan bahwa kristalinitas TiO₂ menurun setelah penambahan dopan vanadium (V) sehingga mendekati fasa amorf (Choi dkk, 2010). Penambahan dopan vanadium (V) tidak mengakibatkan perubahan pola difraksi dan tidak mengakibatkan munculnya fasa rutil serta *peak* V₂O₅. Pergeseran panjang gelombang dan kesamaan pola difraksi dengan TiO₂ tanpa doping serta tidak terdapatnya fasa lain mengindikasikan bahwa vanadium (V) masuk kedalam kisi kristal TiO₂ tanpa doping menggantikan Ti⁴⁺ (Choi dkk, 2009). Dari hasil analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium sebesar 0,3% tidak mengakibatkan perubahan struktur anatase ke rutil, dan tidak menghasilkan fasa baru.

Gambar 4.4 Perbandingan difaktogram V₂O₅, TiO₂ tanpa doping dan V-TiO₂ 0,3%

Hasil *refinement* dengan program *rietica* memiliki nilai parameter R_p : 12,27 % dan RWP : 9,12 %. V-TiO₂ 0,3% memiliki struktur tetragonal dengan *space group*: I4₁/a m d z, parameter kisi a : 3,782200, b : 3,782200, c : 9,502300, α : 90, β : 90, γ : 90 dan volume kisi : 135,930786. V-TiO₂ 0,3% memiliki difraksi pada 2θ : 25,313; 36,960; 37,796; 38,598; 48,040; 53,889 dan 55,042. Masing-masing difraksi berada pada bidang hkl: 011, 013, 004, 112, 020, 015 dan 121. Difraktogram hasil *refinement* ditunjukkan pada gambar 4.5.

Gambar 4.5 Difraktogram V-TiO₂ 0,3 % hasil *refinement* menggunakan program *rietica*.

4.2.3 Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium (V-TiO₂) 0,5%

Gambar 4.6 menunjukkan perbandingan difraktogram V-TiO₂ 0,5% dengan TiO₂ tanpa doping. Dari Gambar 4.5 terlihat bahwa penambahan vanadium (V) sebesar 0,5% mengakibatkan penurunan intensitas dan pergeseran *peak* TiO₂. Pergeseran *peak* V-TiO₂ ke arah kanan terjadi pada sekitar posisi 2θ 25,3, 38,7 dan 55,1. Sedangkan *peak* V-TiO₂ yang mengalami pergeseran posisi ke arah kiri terjadi pada sekitar 2θ 37,0, 37,8, 48,0 dan 53,9. Penambahan

vanadium (V) sebesar 0,5% tidak mengakibatkan perubahan pola difraksi TiO_2 dan tidak ditemukan fasa baru, fasa rutil serta fasa V_2O_5 . Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,5% tidak mengakibatkan perubahan struktur anatase ke rutil, tidak terjadi reaksi fasa baru dan tidak menunjukkan adanya komposit melainkan TiO_2 terdoping vanadium (V).

Gambar 4.6 Perbandingan difaktogram V_2O_5 , TiO_2 tanpa doping dan V- TiO_2 0,5%

Hasil *refinement* dengan program *Rietica* Gambar 4.6 memiliki nilai parameter R_p : 12,94 % dan R_{WP} : 11,97 %. V- TiO_2 0,3%. Dari hasil *refinement*, V- TiO_2 0,5% memiliki struktur tetragonal dengan *space group*: $I4_1/a m d z$, parameter kisi a : 3,782200, b : 3,782200, c : 9,502300, α : 90, β : 90, γ : 90 dan volume kisi : 135,930786. V- TiO_2 0,5% memiliki difraksi pada 2θ : 25,379; 37,027; 37,813; 38,715; 48,090; 53,906 dan 55,125. Masing-masing difraksi berada pada bidang hkl: 011, 013, 004, 112, 020, 015 dan 121. Difaktogram hasil *refinement* dapat dilihat pada Gambar 4.7.

Gambar 4.7 Difaktogram V-TiO₂ 0,5 % hasil *refinement* menggunakan program *rietica*.

4.2.4 Karakterisasi TiO₂ Terdoping Vanadium (V-TiO₂) 0,7%

Perbandingan difraktogram V-TiO₂ 0,7% dengan TiO₂ tanpa doping dapat dilihat pada Gambar 4.8. Dari Gambar 4.8 terlihat bahwa penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,7% mengakibatkan penurunan intensitas dan pergeseran *peak* TiO₂ sedikit ke arah kiri. Difraktogram TiO₂ tidak mengalami perubahan pola setelah penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,7%. Pada difraktogram juga tidak terdapat fasa rutil, fasa V₂O₅ maupun fasa baru. Dari hasil analisis dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,7% tidak mengakibatkan perubahan struktur anatase ke rutil.

Gambar 4.8 Difaktogram V-TiO₂ 0,7 % hasil *refinement* menggunakan program *rietica*.

Hasil *refinement* dengan program *Rietica* Gambar 4.8 memiliki nilai parameter R_p : 14,42% dan R_{WP} : 12,43%. $V-TiO_2$ 0,3%. Dari hasil *refinement*, $V-TiO_2$ 0,7% memiliki struktur tetragonal dengan *space group*: $I4_1/a m d z$, parameter kisi a : 3,782200, b : 3,782200, c : 9,502300, α : 90, β : 90, γ : 90 dan volume kisi : 135,930786. $V-TiO_2$ 0,7% memiliki difraksi pada 2θ : 25,329; 36,960; 37,813; 38,565; 48,023; 53,889 dan 55,075. Masing-masing difraksi berada pada bidang hkl: 011, 013, 004, 112, 020, 015 dan 121. Difaktogram hasil *refinement* dapat dilihat pada gambar 4.9.

Gambar 4.9 Difaktogram $V-TiO_2$ 0,7% hasil *refinement* menggunakan program *Rietica*

Gambar 4.10 memperlihatkan perbandingan difaktogram TiO_2 tanpa doping dengan $V-TiO_2$ (0,3%, 0,5% dan 0,7%). Penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% pada TiO_2 tidak merubah karakter struktur TiO_2 . Hal ini terlihat dari perbandingan difaktogram $V-TiO_2$ 0,3%, 0,5% dan 0,7% dimana tidak terdapat fasa V_2O_5 dan pola difraktogram $V-TiO_2$ yang konsisten dengan difaktogram TiO_2 tanpa doping. Menurut Choi dkk (2009) pola difraktogram yang sama terhadap pola difraktogram TiO_2 dan tidak adanya *peak*

dopan menunjukkan bahwa dopan dapat dianggap masuk kedalam kisi kristal TiO_2 .

Gambar 4.10 Perbandingan difaktogram TiO_2 tanpa doping Vs V-TiO_2 (0,3%, 0,5% dan 0,7%)

Tabel 4.1 memperlihatkan perubahan posisi puncak TiO_2 pada berbagai konsentrasi dopan vanadium (V). Penambahan dopan vanadium (V) mengakibatkan intensitas difaktogram TiO_2 menurun dan posisi 2θ *peak* TiO_2 berubah. Secara umum, pergeseran posisi *peak* TiO_2 memiliki pola yang sama, yaitu bergeser kearah kiri.

Tabel 4.1 *Peak* TiO₂ dan V-TiO₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%)

No.	2θ			
	TiO ₂ Tanpa Doping	V-TiO ₂ 0,3%	V-TiO ₂ 0,5%	V-TiO ₂ 0,7%
1.	25,3795625	25,3125418	25,3793794	25,3292636
2.	37,0362627	36,9603077	37,0272271	36,9603025
3.	37,8794049	37,7958314	37,8125727	37,8126833
4.	38,6314892	38,5980051	38,7148721	38,5645831
5.	48,1067436	48,0399407	48,0900321	48,0227703
6.	53,9512418	53,8888071	53,9055197	53,888696
7.	55,1008284	55,0421138	55,1254577	55,0753103

Intensitas difaktogram TiO₂ mengalami penurunan setelah didoping dengan vanadium (V). Menurut Choi dkk (2010), penurunan intensitas difaktogram menunjukkan derajat kristalinitas yang lebih rendah dengan lebih banyak cacat. Kenaikan konsentrasi dopan akan membuat intensitas difraksi semakin menurun (Lestari, 2012).

4.2.5 Ukuran Kristal TiO₂ Tanpa Doping dan V-TiO₂

Tabel 4.2 menunjukkan ukuran kristal masing-masing sampel hasil perhitungan menggunakan persamaan *Debye-Scherer*. Menurut Lestari dkk (2012), penambahan konsentrasi dopan pada konsentrasi tertentu akan menyebabkan ukuran kristal semakin kecil. Ukuran kristal yang semakin kecil akan memperluas permukaan katalis, sehingga kinerja katalis lebih efisien.

Tabel 4.2 Ukuran Kristal TiO₂ anatase dan V-TiO₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%)

No.	Nama	Ukuran Kristal (nm)
1.	TiO ₂	53.21
2.	V-TiO ₂ (0,3%)	47.67
3.	V-TiO ₂ (0,5%)	79.65
4.	V-TiO ₂ (0,7%)	68.99

Penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3% menjadikan ukuran TiO_2 lebih kecil, yaitu dari 53,21 nm menjadi 47,67. Namun, penambahan dopan vanadium sebesar 0,5% dan 0,7% membuat ukuran kristal TiO_2 menjadi semakin besar. Ukuran kristal dengan dopan vanadium (V) 0,5% lebih besar dibandingkan dengan dopan vanadium (V) 0,7% yaitu sebesar 79,65 nm berbanding 68,99 nm. Hal ini bersesuaian dengan data XRD dimana pada konsentrasi 0,5% dan 0,7% terjadi pelebaran pita atau *broadening peak*. Hal ini disebabkan oleh ketidakteraturan susunan atom (Sugondo dan Futichah, 2005) akibat banyaknya cacat.

4.3 Hasil Karakterisasi dengan UV-Vis DRS

Karakterisasi dengan UV-Vis DRS digunakan untuk mengukur besarnya energi *band gap* TiO_2 yang telah didoping. Energi *band gap* merupakan energi celah pita antara pita valensi dengan pita konduksi. Harga *band gap* sangat penting karena berpengaruh terhadap kinerja semikonduktor dalam mengalirkan elektron dan *hole* (Lestari dkk, 2012). Selain itu, perbedaan energi *band gap* juga akan berpengaruh terhadap energi foton atau cahaya yang dibutuhkan (Gunluardi 2001 dalam Marlupi 2001). Energi *band gap* kecil akan membutuhkan energi cahaya yang kecil.

Gambar 4.11 a) Spektra reflektansi V-TiO₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%) UV-Vis DRS pada daerah UV dan tampak. b) Spektra absorbansi V-TiO₂ (0,3%, 0,5% dan 0,7%) UV-Vis DRS pada daerah UV dan tampak.

Gambar 4.11 (a) dan (b) menyatakan hubungan persentase reflektansi dan absorbansi dengan panjang gelombang pada daerah UV dan tampak. Reflektansi TiO₂ tanpa doping dan masing-masing V-TiO₂ tidak menunjukkan banyak perbedaan pada daerah 200-350 nm. Persentase reflektansi mulai naik pada panjang gelombang sekitar 360 nm, sedangkan absorbansi mulai turun. TiO₂ tanpa doping memiliki reflektansi paling tinggi dan absorbansi paling kecil pada panjang gelombang sekitar 420-800 nm. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) menaikkan absorbansi di daerah panjang gelombang yang semakin besar. Sekitar daerah 380 nm, masing-masing kurva V-TiO₂ mengalami pelandaian dan mulai konstan di sekitar daerah 620 nm.

Pada daerah 620-800 nm V-TiO₂ 0,3% memiliki reflektansi yang lebih tinggi dan absorbansi yang lebih rendah dibandingkan dengan V-TiO₂ 0,5% dan 0,3%, yaitu reflektansi sekitar 65% dan absorbansi sekitar 1,8%. Sedangkan V-TiO₂ 0,5% memiliki reflektansi yang lebih besar dan absorbansi yang lebih kecil dibandingkan dengan V-TiO₂ 0,7%, yaitu reflektansi sekitar 62% dan absorbansi

sekitar 0,2%. V-TiO₂ 0,7% memiliki reflektansi yang paling kecil dan absorptansi yang paling besar yaitu reflektansi sekitar 58% dan absorptansi 0,25%. Perubahan nilai reflektansi atau absorptansi pada gambar 4.11 disebabkan adanya dopan vanadium (V) yang memiliki tingkat energi berbeda dengan material TiO₂ sehingga dapat merubah energi *band gap* TiO₂. Menurut Effendy (2010) penambahan dopan akan mengakibatkan penambahan pita valensi atau pita konduksi pada semikonduktor, sehingga akan mengakibatkan perubahan terhadap reflektansi atau absorpsi cahaya. Pengaruh dopan terhadap absorpsi atau reflektansi cahaya diilustrasikan pada gambar 4.12.

Gambar 4.12. Pengaruh doping logam terhadap energi *band gap* semikonduktor. Adanya tingkat energi baru dapat menurunkan energi *band gap* sehingga dapat menyerap λ yang lebih besar

Gambar 4.13 Hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan energi *band gap*

Gambar 4.13 menunjukkan hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan energi *Band Gap*. Penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3% mengakibatkan penurunan energi *band gap* TiO_2 dari 3,309 eV menjadi 3,29 eV. Kemudian penambahan vanadium (V) sebesar 0,5% dan 0,7% mengakibatkan penurunan energi *band gap* menjadi 3,270 eV dan 3,259 eV. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% dapat menurunkan energi *band gap* TiO_2 , sehingga energi *band gap* semakin kecil.

Gambar 4.14 Grafik hubungan konsentrasi vanadium (V) dengan serapan panjang gelombang TiO_2 .

Gambar 4.14 menunjukkan pergeseran serapan TiO_2 seiring dengan penambahan dopan vanadium (V). Penambahan vanadium (V) sebesar 0,3% meningkatkan serapan TiO_2 dari 374,9 nm menjadi 378,4 nm. Sedangkan penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,5% dan 0,7% mampu meningkatkan serapan TiO_2 menjadi 379,5 nm dan 380,8 nm. Dari hasil ini dapat disimpulkan bahwa penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% dapat meningkatkan serapan panjang gelombang TiO_2 .

Ukuran suatu kristal baik besarnya energi *band gap*, besarnya kristal maupun struktur suatu kristal merupakan suatu ketetapan yang telah ditetapkan oleh Allah SWT. Sebagaimana firman Allah SWT:

وَأَنَّ مِّن شَيْءٍ إِلَّا عِنْدَنَا خَزَائِنُهُ وَمَا نُنزِلُهُ إِلَّا بِقَدَرٍ مَّعْلُومٍ ﴿٢١﴾

Artinya: *Dan tidak ada sesuatupun melainkan pada sisi Kami-lah khazanahnya dan Kami tidak menurunkannya melainkan dengan ukuran yang tertentu (Q.S Al-Hijr: 21)*

Menurut Quraish Shihab dalam Tafsir Al-Misbah, kata (خزائن) adalah bentuk jamak dari kata (خزينة) yang berarti tempat menyimpan sesuatu guna memeliharanya/lemari. Ayat ini mengibaratkan kekuasaan Allah SWT. menciptakan dan mengatur segala sesuatu seperti keadaan seseorang yang menguasai segala benda yang berada dalam lemari. Kata (إن من شيء) menunjukkan makna yang bersifat umum, mencakup segala sesuatu. Ada pula yang memahami dalam arti unsur-unsur yang berbeda-beda dari proses perpaduannya/terciptanya (Shihab, 2003).

Pada ayat diatas telah dijelaskan bahwa Allah SWT telah menetapkan segala sesuatu sesuai dengan ukuran yang tertentu. Manusia tidak mampu menentukan ukuran dan karakteristik suatu kristal yang diinginkan. Namun

manusia mampu mempelajari dan menghitung ukuran suatu kristal dengan berbagai metode atau teknik yang sudah ditemukan dan menetapkan ukuran maupun karakteristik suatu kristal sesuai dengan yang telah dipelajari. Karakteristik suatu kristal yang telah diketahui dapat dijadikan suatu pembanding untuk menentukan dan menghitung suatu kristal yang baru.

Hasil yang didapatkan dalam penelitian ini belum sesuai dengan yang diharapkan. Hal ini terlihat dari perubahan energi *band gap* dan serapan panjang gelombang V-TiO₂ setelah penambahan dopan vanadium (V) yang masih kecil, yaitu energi *band gap* sebesar 3,259 eV dengan serapan panjang gelombang sebesar 380,8 nm. V-TiO₂ yang dihasilkan dari penelitian ini belum mampu menyerap pada daerah sinar tampak. Oleh sebab itu perlu dilakukan peningkatan konsentrasi dopan vanadium (V) agar V-TiO₂ yang dihasilkan mampu menyerap cahaya pada daerah sinar tampak. Hal ini merupakan salah satu usaha untuk meningkatkan aktifitas fotokatalis TiO₂ anatas, sehingga penggunaan fotokatalis TiO₂ lebih optimal dan efisien terutama pada penanggulangan pencemaran lingkungan akibat limbah organik. Sebagaimana firman Allah SWT:

إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنْفُسِهِمْ

Artinya: *Sesungguhnya Allah tidak merubah keadaan suatu kaum sehingga mereka merubah 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. Sehingga penelitian ini diharapkan mampu menjadi *stimulus* bagi setiap orang untuk berusaha dan mengembangkan inovasi-inovasi baru di dalam penanggulangan pencemaran lingkungan, terutama dalam usaha pengembangan aktifitas fotokatalis TiO₂ anatas.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Penambahan dopan vanadium (V) terhadap TiO₂ anatas sebesar 0,3%, 0,5% dan 0,7% tidak merubah struktur TiO₂ anatas. Penambahan dopan vanadium (V) mengakibatkan perubahan ukuran partikel TiO₂. Secara berturut-turut besar ukuran TiO₂ adalah V-TiO₂ 0,5% > V-TiO₂ 0,7% > TiO₂ tanpa doping > V-TiO₂.
2. Penambahan dopan vanadium mengakibatkan perubahan energi *band gap* TiO₂ anatas dan serapan panjang gelombang TiO₂ anatas. Semakin besar penambahan dopan vanadium (V) mengakibatkan energi *band gap* semakin kecil, sedangkan serapan panjang gelombang TiO₂ anatas semakin besar.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan analisis menggunakan ICP-MS (*Inductively coupled plasma mass spectrometry*) untuk mengetahui jumlah ion V⁵⁺ dan Ti⁴⁺ yang terdapat dalam sampel hasil sintesis sehingga bisa ditentukan mekanisme reaksinya.
2. Perlu dilakukan analisis luas permukaan dengan BET untuk mengetahui perubahan permukaan TiO₂ anatas setelah didoping dengan vanadium (V).

3. Konsentrasi dopan vanadium (V) perlu dinaikkan agar V-TiO₂ dapat mengabsorpsi cahaya pada daerah sinar tampak. Sebab pada penelitian ini, penambahan dopan vanadium (V) sebesar 0,7% masih mengabsorpsi cahaya pada daerah sinar UV, yaitu pada panjang gelombang 380,8 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Jazairi, A.B.J. 2007. *Tafsir Al-qur'an Al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah Press
- Al-Qurthubi, S.I. 2009. *Tafsir Al Qurthubi*. di terjemahkan oleh Khotib, Ahmad. Jakarta: Pustaka Azzam
- Anpo, M. 2000. *Utilization of TiO₂ Photocatalysts in Green Chemistry*. Pure Appl. Chem., Vol. 72., No. 7., pp. 1265-1270
- Arutanti. O., Mikrajuddin. M., Khairurijal., dan Hernawan, M. 2009. *Penjernihan Air dari Pencemar Organik dengan Proses Fotokatalis pada Permukaan Titanium Dioksida (TiO₂)*. Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi. ISSN 1979-0880
- Bhatti, A.S., Awais A. A., Rusbayev. Emre, Y. dan Shah. 2014. *Vanadium Doping Induced Structural and Optical Modifications in TiO₂ Thin Films*. Diakses 20 Juni 2014
- Bere, F. 2013. *Pengaruh Ion Logam Cu (II) Terhadap Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna Metien Biru Terkatalis TiO₂*. Skripsi Universtas Negeri Sunan Kali Jaga
- Bulushev, D. A., Lioubov, 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)
- Calvalcante, L.S. 2008. *Synthesis, Structural Refinement and Optical Behavior of CaTiO₃ Powders: A Comparative Study of Processing in Different Furnaces*. Chemical Engineering Journal Vol. 143 (299-307)
- Choi, J., Hyunwoong, P., dan Michael, R.H. 2009. *Combinatorial Doping of TiO₂ with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V) and Nickel (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Ligh Irradation*. J. Mater. Vol. 25., No. 1.
- Choi, J., Hyunwoong, P., dan Michael, R.H. 2010. *Effects of Single Metal-Ion Doping on the Visible-Light Photoreactivity of TiO₂*. J. Phys. Chem. 114, 783–792
- 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

- Effendi, M. dan Bilalodin. 2012. *Analisis Sifat Optik Lapisan Tipis TiO₂ Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating*. Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVI HFI Jateng & DIY. ISSN: 0853-0823. Progam Studi Fisika. Universitas Jenderal Soedirman
- Effendy. 2010. *Logam, Aloi, Semikonduktor, dan Superkonduktor*. Malang: Bayumdhia Publisng
- Fatimah, Is. 2009. *Dispersi TiO₂ Kedalam SiO₂-Montmorillonit: Efek Jenis Prekursor*. *Jurnal penelitian Saintek*. Vol. 14, NO. 1
- Hoffman, Scot, T.M., Wonyong, C., dan Detlef, W.B. 1995. *Environmental Applications of Semiconductor Photocatalysis*. *Chem. Rev.* 95, 69-96
- Idayati, E. dan Hamzah.F 2008. *Perbandingan Hasil Sintesis Oksida Perovskit La_{1-x}Sr_xCoO_{3- δ} 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
- Isthigfarini, V. N. 2013. *Sintesis dan Karakterisasi Gabungan SrTiO₃ dan Sr₂TiO₄ sebagai Material Fotokatalis*. Tesis. Jurusan Kimia. ITB
- Lestari, D., Wisnu, S., Eko, B.S. 2012. *Preparasi Nanokomposit ZnO/TiO₂ Dengan Sonokimia serta Uji Aktivasnya untuk Fotodegradasi Fenol*. *Indo. J. Chem. Sci.* 1 (1)
- Linsebigler, A.L., Guangquan, L., dan John, T.Y. 1995. *Photocatalysis on TiO_n Surfaces: Principles, Mechanisms, and Selected Results*. *Chem. Rev.* 95, 735-758
- Marlupi, I. 2003. *Desinfeksi Eschericia coli Melalui Fotokatalis Titanium Dioksida (TiO₂) Bubuk Fase Rutil*. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA ITB
- Palupi, E. 2006. *Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis Dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂*. Skripsi. Departemen Fisika FMIPA IPB, Bogor
- Peng, H., Jingbo, L., Shu-Shen, L. dan Jian-Bai, X. 2008. *First-Principles Study of The Electronic Structures and Magnetic Properties of 3d Transition Metal-Doped anatase TiO₂*. *Journal Of Physics: Condensed Matter*. Vol. 20

- Purnama, A. 2013. *Sintesis Ni-TiO₂ dengan Metode Sol Gel dan Uji Aktivitasnya untuk Dekomposisi Air*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA UNES
- Purnama. E.F. 2006. *Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Derajat Kristalinitas dan Komposisi Hidroksiapatit Dibuat dengan Media Air dan Cairan Tubuh Buatan (Syntetic Body Fluid)*. Skripsi. Departemen Fisika FMIPA IPB
- Preetha dan Janardanan. 2012. *UV-Visible Diffuse Reflectance Spectroscopic Studies on Mn And Cu Ion Exchange of Newly Synthesized Cerium Zirconium Antimonate And Its Application In Dye Degradation*. Res.J.Recent.Sci. Vol. 1. (85-92)
- Rahmawati, S., Didik, P. dan Ratna, E. 2012. *Sintesis Partikel Nano CaO dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasinya*. Prosiding Tugas Akhir Semester Genap. Jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya
- Rilda, Y., Abdi, D., Syukri, A., Admin, A. dan Baharuddin, S. 2010. *Efek Doping Ni (II) Pada Aktifitas Fotokatalitik Dari TiO₂ Untuk Inhibasi Bakteri Patogenik*. Makara, Sains. Vol. 14, No. 7-14
- Riyani. K., Tien, S. dan Dian, W. D. 2012. *Pengolahan Limbah Cair Batik Menggunakan Fotokatalis TiO₂ - Dopan-N dengan Bantuan Sinar Matahari*. Valensi Vol. 2. No. 5. Hal. 581-587
- Safni., Fardila, S, Maizatisna dan Zulfarman. 2007. *Degradasi Zat Warna Methanil Yellow Secara Sonolisis dan Fotolisis dengan Penambahan TiO₂ Anatase*. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol. 1 No. 1 Hal. 47-57
- Samsiah, R. 2009. *Karakterisasi Biokomposit Apatit-Kitosan Dengan XRD (X-Ray Diffraction), FTIR (Fourier Transform Infrared), SEM (Scanning Electron Microscopy) dan Uji Mekanik*. Skripsi. Bogor: Departemen Fisik FMIPA IPB
- Setiyono dan Satmoko, Y. 2008. *Dampak Pencemaran Lingkungan Akibat Limbah Industri Pengolahan Ikan di Muncar (Studi Kasus Kawasan Industri Pengolahan Ikan di Muncar-Banyuwangi)*. JAI. Vol. 4. No.1. Hal. 69-80
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati
- Stamate. M., dan Gabriel, L. 2007. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Create Self-Cleaning Materials*. MOCM 13. Vol. 3

- Sugondo dan Futichah. 2005. *Karakterisasi Ukuran Kristalit, Regangan Mikro dan Kekuatan Luluh Zr1%Sn1%Nb1%Fe dengan Difraksi Sinar-X*. Jurnal Sains Materi Indonesia. Vol. 6. No. 2. Hal. 18-23
- Timuda, G.E. 2010. *Pengaruh Ketebalan terhadap Sifat Optik Lapisan Semikonduktor CuO₂ yang Dideposisikan dengan Metode Chemical Bath Deposition (CBD)*. Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH. Vol. 28. Hal. 1-5
- West, A.R. 1999. *Basic Solid State Chemistry*. John Wiley & Sons Ltd: Chichester, UK
- Wu. J.C.S dan Chih-Hsien, C. 2004. *A Visible Light Response Vanadium-Doped Titania nanocatalyst by Sol-Gel Method*. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 163 (509–515)
- Yashinta, M. 2011. *Analisis Struktur Kristalin Hematite Yang Disubstitusi Ion Manganes Dan Ion Titanium*. Skripsi. Jurusan Fisika FMIPA UNDIP Semarang

BIOGRAFI

Penulis diberi nama lengkap Khusnan Mustofa, lahir di Tiga Jaya Lampung Barat pada tanggal 02 Februari 1990 (tercantum dalam akta kelahiran) atau pada tanggal 11 Februari 1990 (tercantum pada surat nikah orang tua penulis). Anak bungsu dari lima bersaudara pasangan bapak Muntari dan Ibu Riwayatin Hasanah. Penulis memiliki empat orang kakak yang diberi nama Ahmad Badrudin, Hany Munfarida, Ulfan Nur Wahid dan Iwan Rifa'i.

Pendidikan formal yang telah ditempuh yaitu di MI dan MTs Miftahul Huda Lampung Barat lulus pada tahun 2005. Kemudian di MA Darul Huda Lampung Timur lulus pada tahun 2008. Setelah itu penulis tidak melanjutkan sekolah akibat kurangnya biaya. Namun, pada tahun 2009 penulis diberikan kesempatan untuk menempuh pendidikan di Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Selama menempuh pendidikan di Perguruan Tinggi, penulis aktif di beberapa organisasi mahasiswa yaitu di Pergerakan Mahasiswa Islam Indonesia (PMII) Rayon Pencerahan Galileo, Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMASKA) "Helium" dan Bapewil IV Ikatan Himpunan Mahasiswa Kimia (Ikahimki). Namun pada awal semester IV penulis harus menjalani rawat jalan akibat penyakit yang dideritanya sampai akhir semester 5. Sehingga penulis harus mengurangi dan menghentikan aktivitasnya hingga didiagnosa sembuh. Musibah ini tidak menjadikan penulis patah semangat, namun musibah ini menjadi satu bagian penting didalam proses menuju kedewasaannya.

LAMPIRAN

LAMPIRAN 1 Skema Kerja

L.1.1 Sintesis V-TiO₂ dengan Variasi V₂O₅ 0,3% 0,5% dan 0,7%.

Sintesis V-TiO₂ dengan konsentrasi V₂O₅ 0,3%

L.1.2 Karakterisasi Sampel

L.1.2.1 Karakterisasi dengan XRD

L.1.2.2 Penentuan dengan UV-Vis DRS

LAMPIRAN 2 Perhitungan Persentase Doping

L.2.1 TiO₂ terdoping vanadium (V) 0,3%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,997 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,997} \text{V}_{0,003} \text{O}_{2,0015}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,997 \times 47,867 \text{ g/mol}}{78,888 \text{ g/mol}} \times \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,597 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,993 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= \frac{0,003 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,997} \text{V}_{0,003} \text{O}_{2,0015}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_5}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,003 \times 50,942 \text{ g/mol}}{78,888 \text{ g/mol}} \times \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0019 \times 1,785 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0068 \text{ g}} \end{aligned}$$

L.2.2 TiO₂ terdoping vanadium (V) 0,5%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,995 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,995} \text{V}_{0,005} \text{O}_{2,0025}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,995 \times 47,867 \text{ g/mol}}{79,910 \text{ g/mol}} \times \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,596 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,988 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= \frac{0,005 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,995} \text{V}_{0,005} \text{O}_{2,0025}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_5}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,003 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,910 \text{ g/mol}} \times \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0032 \times 1,785 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0114 \text{ g}} \end{aligned}$$

L.2.3 TiO₂ terdoping vanadium (V) 0,7%

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 &= \frac{0,993 \times \text{Ar Ti}}{\text{Mr Ti}_{0,993} \text{V}_{0,007} \text{O}_{2,0035}} \times \frac{\text{Mr TiO}_2}{\text{Ar Ti}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,993 \times 47,867 \text{ g/mol}}{79,932 \text{ g/mol}} \times \frac{79,855 \text{ g/mol}}{47,867 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,595 \times 1,668 \times 2 \text{ g} = \mathbf{1,984 \text{ g}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa V}_2\text{O}_5 &= \frac{0,007 \times \text{Ar V}}{\text{Mr Ti}_{0,995} \text{V}_{0,005} \text{O}_{2,0035}} \times \frac{\text{Mr V}_2\text{O}_5}{2 \times \text{Ar V}} \times \text{Massa Padatan} \\ &= \frac{0,007 \times 50,942 \text{ g/mol}}{79,932 \text{ g/mol}} \times \frac{181,864 \text{ g/mol}}{2 \times 50,942 \text{ g/mol}} \times 2 \text{ g} \\ &= 0,0045 \times 1,785 \times 2 \text{ g} = \mathbf{0,0159 \text{ g}} \end{aligned}$$

No.	Nama	TiO ₂ (g)	V ₂ O ₅ (g)
1.	V-TiO ₂ 0,3%	1,993	0,0068
2.	V-TiO ₂ 0,5%	1,988	0,0114
3.	V-TiO ₂ 0,7%	1,984	0,0159

LAMPIRAN 3 Perhitungan Ukuran Kristal

L.3.1 TiO₂ Tanpa Doping

Diketahui:

$$\begin{aligned} \lambda \text{ (K}\alpha\text{)} &: 1.54060 \text{ \AA} \\ \beta \text{ (FWHM)} &: 0.1506^\circ = \frac{0.154060}{180} \times 3.14 = 0.002687 \\ 2\theta &: 25.3879 \quad \theta = \frac{25.3879}{2} = 12.69395 \\ \text{Cos } \theta &: 0.991873 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002687 \times 0.991873} = 532.1013 \text{ \AA} = \mathbf{53.21013 \text{ nm}}$$

L.3.2 V-TiO₂ 0,3%

Diketahui:

$$\begin{aligned} \lambda \text{ (K}\alpha\text{)} &: 1.54060 \text{ \AA} \\ \beta \text{ (FWHM)} &: 0.1673^\circ = \frac{0.1673}{180} \times 3.14 = 0.002918 \\ 2\theta &: 25.2958 \quad \theta = \frac{25.2958}{2} = 12.6479 \\ \text{Cos } \theta &: 0.996678 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002918 \times 0.996678} = 476.6771 \text{ \AA} = \mathbf{47.66771 \text{ nm}}$$

L.3.3 V-TiO₂ 0,5%

Diketahui:

$$\begin{aligned} \lambda \text{ (K}\alpha\text{)} &: 1.54060 \text{ \AA} \\ \beta \text{ (FWHM)} &: 0.1004^\circ = \frac{0.1004}{180} \times 3.14 = 0.001751 \\ 2\theta &: 25.354 \quad \theta = \frac{25.2958}{2} = 12.677 \\ \text{Cos } \theta &: 0.993887 \end{aligned}$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{ Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.001751 \times 0.993887} = 796.5346 \text{ \AA} = \mathbf{79.65346 \text{ nm}}$$

L.3.4 V-TiO₂ 0,7%

Diketahui:

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

$$\beta (\text{FWHM}) : 0.1171^\circ = \frac{0.1171}{180} \times 3.14 = 0.002043$$

$$2\theta : 25.4928 \quad \theta = \frac{25.4928}{2} = 12.7464$$

$$\text{Cos } \theta : 0.983838$$

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \text{Cos } \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002043 \times 0.983838} = 796.5346 \text{ \AA} = 79.65346 \text{ nm}$$

No.	Nama	FWHM	Ukuran Partikel
1.	TiO ₂	0.1506°	53.21 nm
2.	V-TiO ₂ 0,3%	0.1673°	47.67 nm
3.	V-TiO ₂ 0,5%	0.1004°	79.65 nm
4.	V-TiO ₂ 0,7%	0.1171°	68.99 nm

LAMPIRAN 4 Perhitungan Energi *Band Gap* dan Serapan Panjang

Gelombang (λ)

L.4.1 V-TiO₂ Tanpa Doping

Diketahui:

$$y = 61,40x - 203,2$$

$$y = 0$$

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

Ditanya: x dan λ

Jawab:

$$x = \frac{203,2}{62,40} = \mathbf{3.309446 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4.13608 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^{17}}{3,309446} = \frac{1240,824}{3,309446} = \mathbf{374,934 \text{ nm}}$$

L.4.2 V-TiO₂ 0,3 %

Diketahui:

$$y = 56,45x - 185,1$$

$$y = 0$$

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

Ditanya: x dan λ

Jawab:

$$x = \frac{185,1}{56,45} = \mathbf{3,279008 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^{17}}{3,279008} = \frac{1240,824}{3,279008} = \mathbf{378,4145 \text{ nm}}$$

L.4.3 V-TiO₂ 0,5 %

Diketahui:

$$y = 57,37x - 187,6$$

$$y = 0$$

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

Ditanya: x dan λ

Jawab:

$$x = \frac{187,6}{57,37} = \mathbf{3,270002 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^{17}}{3,270002} = \frac{1240,824}{3,270002} = \mathbf{379,4567 \text{ nm}}$$

L.4.4 V-TiO₂ 0,7%

Diketahui:

$$y = 48,61x - 158,4$$

$$y = 0$$

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

Ditanya: x dan λ

Jawab:

$$x = \frac{158,4}{48,61} = \mathbf{3,258589 \text{ eV}}$$

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E} = \frac{4,13608 \times 10^{-15} \times 3 \times 10^{17}}{3,258589} = \frac{1240,824}{3,258589} = \mathbf{380,7857 \text{ nm}}$$

No.	Nama	Band Gap	Panjang Gelombang
1.	TiO ₂ Tanpa Doping	3,309 eV	374,9 nm
2.	V-TiO ₂ 0,3%	3,279 eV	378,4 nm
3.	V-TiO ₂ 0,5%	3,270 eV	379,5 nm
4.	V-TiO ₂ 0,7%	3,259 eV	380,8 nm

LAMPIRAN 5 Dokumentasi Penelitian

Mortar <i>agate</i>	Titanium dioksida (TiO_2) anatas

Vanadium pentaoksida (V_2O_5)	TiO_2 setelah didoping vanadium (V) 0,3%

TiO_2 setelah didoping vanadium (V) 0,5%	TiO_2 setelah didoping vanadium (V) 0,7%

LAMPIRAN 6 ICSD (Inorganics Crystal Structure Database) 202243

*data for ICSD #202243

CopyRight ©2008 by Fachinformationszentrum Karlsruhe, and the U.S. Secretary of Commerce on behalf of the United States. All rights reserved.

Coll Code 202243

Rec Date 1988/12/19

Mod Date 2006/04/01

Chem Name Titanium Oxide

Structured Ti O2

Sum O2 Ti1

ANX AX2

Min Name Anatase

D(calc) 3.9

Title Structural-electronic relationships in inorganic solids: Powder neutron diffraction studies of the rutile and anatase polymorphs of titanium dioxide at 15 and 295 K

Author(s) Burdett, J.K.;Hughbanks, T.;Miller, G.J.;Richardson, J.W.jr.;Smith, J.V.

Reference Journal of the American Chemical Society (1987), 109, 3639-3646
Golden Book of Phase Transitions, Wroclaw (2002), 1, 1-123

Unit Cell 3.78216(3) 3.78216(3) 9.50226(12) 90. 90. 90.

Vol 135.93

Z 4

Space Group I 41/a m d Z

SG Number 141

Cryst Sys tetragonal

LAMPIRAN 7 Hasil Refinement dengan Progam Rietica

L.7.1 Hasil Refinement Sampel TiO₂ Tanpa Doping

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	12.40	8.51	18.83	1.294	1.503	1487
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.9674E+04	0.7803E+05	0.7797E+05	0.4196E+05	0.2042E+00	0.3437E+11	

L.7.2 Hasil Refinement Sampel V-TiO₂ 0,3%

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	12.27	9.12	24.92	1.755	1.821	1487
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.8065E+04	0.6572E+05	0.6569E+05	0.2394E+05	0.1338E+00	0.1603E+11	

L.7.3 Hasil Refinement Sampel V-TiO₂ 0,5%

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	12.94	11.97	36.69	1.997	2.042	1487
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.6829E+04	0.5279E+05	0.5283E+05	0.1105E+05	0.1065E+00	0.2369E+09	

L.7.4 Hasil *Refinement* Sampel V-TiO₂ 0,7%

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	14.42	12.43	39.44	1.959	1.906	1487
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION	
0.6673E+04	0.4626E+05	0.4628E+05	0.9560E+04	0.9941E-01	0.1346E+09	

LAMPIRAN 8 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

L.8.1 Karakterisasi XRD Sampel TiO₂

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [$\text{\AA}$]	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.8.2 Hasil Karakterisasi XRD Sampel V-TiO₂ 0,3%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.2958	1348.69	0.1673	3.52092	100.00
36.9619	74.94	0.1673	2.43206	5.56
37.7733	250.67	0.1171	2.38167	18.59
38.5879	82.64	0.1338	2.33324	6.13
48.0354	367.89	0.0669	1.89410	27.28
53.9097	220.82	0.1632	1.69936	16.37
54.0246	121.71	0.1020	1.70023	9.02
55.0544	184.37	0.1224	1.66670	13.67

L.8.3 Hasil Karakterisasi XRD Sampel V-TiO₂ 0,5%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1568	75.92	0.2007	17.13709	32.44
25.3540	234.02	0.1004	3.51297	100.00
37.0064	17.30	0.1338	2.42924	7.39
37.8312	68.54	0.1673	2.37815	29.29
38.6013	15.84	0.2342	2.33246	6.77
48.0767	95.66	0.2007	1.89257	40.88
53.9314	59.09	0.1338	1.70013	25.25
55.1006	53.69	0.1004	1.66679	22.94

L.8.4 Hasil Karakterisasi XRD Sampel V-TiO₂ 0,7%

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
25.3358	810.30	0.1506	3.51545	100.00
36.9427	47.46	0.0836	2.43328	5.86
37.7751	159.30	0.1338	2.38155	19.66
38.5811	59.65	0.1673	2.33364	7.36
48.0085	229.05	0.1338	1.89511	28.27
53.8964	140.00	0.1004	1.70115	17.28
55.0501	136.33	0.0816	1.66682	16.82

L.8.5 Hasil Karakterisasi XRD Sampel V₂O₅

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.2486	30.96	0.1673	7.22623	4.93
15.4848	230.64	0.1673	5.72252	36.72
20.3942	572.25	0.1673	4.35472	91.10
21.7897	174.87	0.1338	4.07887	27.84
25.6971	42.34	0.1004	3.46684	6.74
26.2147	628.17	0.1506	3.39954	100.00
28.0325	10.87	0.4015	3.18310	1.73
29.2329	26.82	0.1338	3.05507	4.27
31.0518	336.31	0.0612	2.87775	53.54
31.1403	423.71	0.1171	2.87215	67.45
32.4266	189.99	0.0612	2.75882	30.24
32.5256	151.61	0.0669	2.75292	24.14
32.9787	26.17	0.1004	2.71613	4.17
33.4183	92.90	0.0502	2.68140	14.79
34.3585	229.05	0.0669	2.61014	36.46
36.2207	20.32	0.2342	2.48011	3.23
37.4771	19.15	0.2007	2.39980	3.05
41.3795	81.31	0.2342	2.18206	12.94
42.1001	32.83	0.1338	2.14636	5.23
45.5769	83.66	0.1673	1.99039	13.32
47.3944	139.62	0.1171	1.91822	22.23
47.8868	62.49	0.2007	1.89964	9.95
48.8624	65.61	0.2676	1.86397	10.44
49.6736	15.26	0.2676	1.83541	2.43
50.6548	22.31	0.2007	1.80214	3.55
51.2794	169.01	0.1004	1.78165	26.91
52.0823	62.82	0.0836	1.75605	10.00
53.9455	13.42	0.2007	1.69972	2.14
55.6936	62.98	0.2007	1.65044	10.03
56.3862	20.74	0.2676	1.63181	3.30
58.6335	27.99	0.2007	1.57451	4.46
59.0232	52.28	0.1171	1.56504	8.32