

**SINTESIS DAN UJI KINERJA
FOTOKATALIS Pt-N-TiO₂ NANOTUBE
UNTUK APLIKASI PRODUKSI HIDROGEN
DARI GLISEROL DAN AIR**

SKRIPSI

ANNY

0606076135



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JANUARI 2010**

**SINTESIS DAN UJI KINERJA
FOTOKATALIS Pt-N-TiO₂ NANOTUBE
UNTUK APLIKASI PRODUKSI HIDROGEN
DARI GLISEROL DAN AIR**

SKRIPSI

ANNY

0606076135



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JANUARI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Anny

NPM : 0606076135

Tanda Tangan :

Tanggal : 5 Januari 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh

Nama : Anny
NPM : 0606076135
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Sintesis dan Uji Kinerja Fotokatalis Pt-N-TiO₂
Nanotube untuk Aplikasi Produksi Hidrogen dari
Gliserol dan Air

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing: Dr. Ir. Slamet, MT ()

Penguji: Ir. Dewi Tristantini, MT., PhD. ()

Penguji: Ir. Setiadi, M.Eng ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 5 Januari 2010

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Yesus Kristus, karena berkat rahmat dan hikmat-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi ini. Skripsi dengan judul **“Sintesis dan Uji Kinerja Fotokatalis Pt-N-TiO₂ Nanotube untuk Aplikasi Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air”** ini disusun selain untuk memenuhi mata kuliah skripsi sebagai salah satu syarat kelulusan Sarjana Teknik Kimia, serta menemukan suatu *novelty* dalam bidang fotokatalitik, khususnya dalam *water splitting*. Dalam kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada Bapak Dr. Ir. Slamet, MT selaku pembimbing yang telah banyak membantu dalam memberikan ilmu, arahan serta hal-hal lain baik dalam penelitian maupun pembautan skripsi. Selain itu juga, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ir. Yuliusman M.Eng selaku kordinator mata kuliah skripsi Teknik Kimia FTUI
2. Ir. Praswasti PDK Wulan selaku PA yang selalu memberikan bimbingan dan nasihat.
3. Mama, Papa, kakak dan dede yang turut membantu baik secara moril maupun materi.
4. Saudara Sirhan, Dickson, Suryo, Tiara, Reni dan Ibu Indar yang telah yang juga telah banyak membantu dan memberikan arahan dalam penelitian.
5. Saudari Catherine, Ellen, Pingkan dan Yeni saudara Bugi, Didit, dan Alfat yang selalu selalu memberikan semangat serta hiburan di kala penat.
6. Mang Ijal dan Kang Jajat, serta pihak-pihak yang tidak disebutkan, yang sangat membantu selama penelitian

Penulis sadar jika terdapat banyak kekurangan dalam makalah ini. Penulis berharap agar makalah ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca.

Depok, 5 Januari 2010

Anny

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Anny
NPM : 0606076135
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

**“Sintesis dan Uji Kinerja Fotokatalis Pt-N-TiO₂ Nanotube untuk Aplikasi
Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air”**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 5 Januari 2010

Yang menyatakan,

(Anny)

v

ABSTRAK

Nama : Anny
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Sintesis dan Uji Kinerja Fotokatalis Pt-N-TiO₂ *Nanotube* untuk Aplikasi Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air.

Pengaruh modifikasi fotokatalis TiO₂ dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air telah diinvestigasi. Prekursor yang digunakan adalah TiO₂ degussa P-25 yang dibentuk menjadi *nanotube* melalui metode *hydrothermal* dengan bantuan ultrasonikasi. Fotokatalis juga diberi dopan nitrogen dan platina, masing-masing dengan metode *impregnasi* dan *photo-assisted deposition*. Pengaruh banyaknya gliserol juga diamati dalam pengujian untuk melihat banyak hidrogen yang terbentuk. Hasil menunjukkan fotokatalis TiO₂ yang termodifikasi mampu menghasilkan hidrogen lebih banyak dibanding TiO₂ degussa P-25. Analisa DRS menunjukkan N-TiO₂ nanotube dapat merespon aktif pada sinar tampak. Namun masih diperlukan perbaikan metode pemberian dopan Pt dan N agar fotokatalis Pt-N-TiO₂ dapat aktif pada sinar tampak.

Kata kunci: Fotokatalisis, TiO₂, platina, nitrogen, hidrogen, *water splitting*, gliserol

ABSTRACT

Name : Anny
Study Programme : Chemical Engineering
Title : Synthesis and Performance Test of Nanotube Pt-N-TiO₂
Photocatalyst for Hydrogen Generation from Glycerol
and Water

Effects of modified TiO₂ photocatalyst for hydrogen generation from glycerol and water application had been investigated in this research. The precursor was degussa P-25 TiO₂ which formed to be a nanotube via hydrothermal method with ultrasonication aid. The photocatalyst was also doped by nitrogen and platina using impregnation and photo-assisted deposition methods respectively. The effect of glycerol concentration to hydrogen production was also being inspected. The results showed that modified TiO₂ photocatalyst could produce more hydrogen compare to degussa P-25 TiO₂. DRS analysis also shows that nanotube N-TiO₂ was more responsive in visible light. In other hand, Pt-N-TiO₂ synthesis method improvement is compulsory in order to increase Pt-N-TiO₂ reponse to visible light.

Keywords: photocatalytic, TiO₂, platina, nitrogen, hydrogen, *water splitting*, glycerol

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI.....	v
ABSTRAK.....	vi
ABSTRACT.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
1. PENDAHULUAN.....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah.....	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	4
1.4. Batasan Masalah.....	4
1.5. Sistematika Penulisan.....	5
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1. Hidrogen.....	6
2.1.1. Hidrogen sebagai Bahan Bakar.....	6
2.1.2. Metode Produksi Hidrogen.....	6
2.2. Gliserol.....	7
2.3. Prinsip Dasar Fotokatalisis.....	8
2.4. Fotokatalis TiO ₂	12
2.5. Sejarah Perkembangan Fotokatalitik untuk Produksi Hidrogen.....	13
2.5.1. Tinjauan dari Aspek Termodinamika.....	15
2.5.2. Tinjauan dari Aspek Kinetika.....	17
2.5.3. Proses <i>Water splitting</i> dengan UV dan Sinar Tampak.....	17

2.6. Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air Melalui Reaksi Fotokatalisis.....	18
2.7. Usaha-Usaha untuk Meningkatkan Aktivitas Fotokatalisis untuk Produksi Hidrogen di Bawah Sinar Tampak.....	21
2.7.1. Penambahan Aditif Kimia.....	21
2.7.2. Teknik Modifikasi Fotokatalis.....	24
2.7.3. Usaha untuk Memperoleh Luas Permukaan Besar.....	28
2.8. <i>Hydrothermal Treatment</i>	30
2.9. Metode Perlakuan Ultrasonikasi.....	32
2.10. Karakterisasi Katalis.....	34
2.10.1. Karakterisasi XRD (<i>X-ray Diffraction</i>).....	34
2.10.2. Karakterisasi DRS (<i>Diffuse Reflectance Spectroscopy</i>).....	35
2.10.3. Karakterisasi SEM.....	36
2.11. Resume Penelusuran Paten.....	38
3. METODE PENELITIAN.....	40
3.1. Metode Penelitian Umum.....	40
3.2. Alat dan Bahan Penelitian.....	40
3.2.1. Peralatan Penelitian.....	40
3.2.2. Bahan Penelitian.....	41
3.3. Prosedur Penelitian.....	41
3.3.1. Sintesis Fotokatalis.....	41
3.3.2. Karakterisasi Fotokatalis.....	44
3.3.3. Uji Kinerja Fotokatalis.....	44
3.4. Variabel Penelitian.....	45
4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	46
4.1. Uji Blanko.....	46
4.2. Pengaruh Konsentrasi Gliserol.....	47
4.3. Pengaruh Bentuk <i>Nanotube</i> pada TiO ₂	50
4.4. Pengaruh Dopan Nitrogen pada Kinerja Fotokatalis TiO ₂ <i>Nanotube</i>	53
4.5. Pengaruh Pemberian Dopan Platina.....	57
4.6. Prospek Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air Secara Fotokatalitik.....	59

5. KESIMPULAN.....	61
DAFTAR PUSTAKA	62
LAMPIRAN	67



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1	Daerah Energi pada Semikonduktor.....	10
Gambar 2. 2	Skema Proses Fotoeksitasi pada Suatu Bahan Semikonduktor ...	12
Gambar 2. 3	Struktur Kristal <i>Anatase</i> TiO ₂	13
Gambar 2. 4	Struktur Kristal <i>Rutile</i> TiO ₂	13
Gambar 2. 5	Skema Proses PEC pada Aplikasi <i>Water-Splitting</i>	14
Gambar 2. 6	<i>Band Gap</i> Minimal untuk <i>Water-Splitting</i>	16
Gambar 2. 7	Spektrum Sinar untuk Fotokatalisis	17
Gambar 2. 8	Produksi Hidrogen Dengan Mediator IO ₃ ⁻ / I ⁻	22
Gambar 2. 9	Contoh Hasil TEM <i>Nanotubes</i>	30
Gambar 2. 10	Interaksi Energi dan Bahan	33
Gambar 2. 11	Kavitasi Akustik pada Cairan yang Mengandung Padatan	33
Gambar 2. 12	Reaktor <i>Water Splitting</i>	38
Gambar 3. 1	Diagram Alir Tahap Sintesis Fotokatalis	42
Gambar 3. 2	Skema Alat <i>Autoclave</i> untuk Proses <i>Hydrothermal</i> TiO ₂	43
Gambar 3. 3	Reaktor <i>Quartz</i> Serta Kotak Uji untuk Pengujian Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air secara Fotokatalitik	44
Gambar 4. 1	Pengaruh Konsentrasi Gliserol dalam Campuran Terhadap Produksi Hidrogen.....	47
Gambar 4. 2	Pengaruh Bentuk <i>Nanotube</i> pada Aktivitas Fotokatalis TiO ₂ dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air.....	50
Gambar 4. 3	Hasil SEM Proses Hidrotermal 130 °C; 12 jam; dengan Sonikasi 15 menit.	51
Gambar 4. 4	Hasil SEM Proses Hidrotermal 130 °C; 24 jam.	52
Gambar 4. 5	Pengaruh Dopan Nitrogen terhadap Kinerja TiO ₂ <i>Nanotube</i> dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air pada Sinar Tampak	54
Gambar 4. 6	Hasil Spektro UV-Vis DRS Produk TNT, N-TNT dan Pt-N-TNT dengan Kalsinasi 500°C.....	55
Gambar 4. 7	Pengaruh dopan Platina terhadap kinerja TiO ₂ <i>Nanotube</i> dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air.....	57
Gambar 4. 8	Skema Transfer Elektron karena Energi Foton pada Pt/TiO ₂	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Perbandingan sifat dari berbagai bentuk kristal TiO ₂	13
Tabel 4.1	Perbandingan Panjang Gelombang Absorbansi dan <i>Bandgap</i> untuk TNT, N-TNT, dan Pt-N-TNT	56



DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A. HASIL PENGUJIAN PRODUKSI HIDROGEN DENGAN GAS CHROMATOGRAPHY.....	67
LAMPIRAN B. DATA KARAKTERISASI UV-VIS DRS.....	71
LAMPIRAN C. FOTO PERALATAN UTAMA.....	90



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Selain ditandai dengan kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi umat yang pesat, perkembangan zaman juga diiringi dengan populasi manusia yang semakin bertambah banyak, yaitu sekitar 6,7 miliar jiwa pada tahun 2008 (Data Penduduk Dunia, 2008). Semakin banyaknya jumlah manusia juga menuntut pasokan energi yang semakin banyak, yang dewasa ini didominasi oleh hidrokarbon, yang digunakan secara luas di seluruh belahan dunia, baik untuk pemakaian di kendaraan bermotor, industri, pembangkit listrik, dsb. Namun sayangnya, ketersediaan hidrokarbon yang semakin menipis tidak dapat mendukung kebutuhan energi manusia yang semakin meningkat. Oleh karena itu, dibutuhkan energi alternatif baru yang dapat menggantikan hidrokarbon.

Salah satu alternatif energi yang potensial dapat menggantikan hidrokarbon adalah hidrogen. Berbeda dengan produk pembakaran dari hidrokarbon yang menghasilkan berbagai polutan dan gas rumah kaca, seperti CO atau CO₂, hidrogen merupakan bahan bakar yang ramah lingkungan karena tidak memproduksi polutan ataupun gas rumah kaca jika dibakar.

Selain keunggulannya sebagai bahan bakar, hidrogen juga mempunyai kelemahan. Salah satunya adalah kurang berkembangnya teknologi untuk memproduksi hidrogen. Salah satu teknologi yang dapat dimanfaatkan dalam pembuatan hidrogen adalah dengan elektrolisis air (Park et al, 2008). Namun sayangnya, teknologi ini kurang menarik untuk produksi skala industri karena diperlukannya tenaga listrik yang sangat besar sehingga biaya produksi hidrogen dengan teknologi elektrolisis ini menjadi lebih mahal jika dibandingkan dengan biaya produksi hidrokarbon.

Salah satu alternatif yang dapat ditawarkan untuk memproduksi hidrogen dari air secara ekonomis adalah dengan memanfaatkan proses fotokatalisis gliserol dan air dengan bantuan sinar matahari, yang merupakan sumber daya alam yang melimpah ruah dan dapat diperoleh dengan harga yang murah di Indonesia.

Indonesia adalah negara kepulauan dengan luas wilayah perairan sebesar 3.257.483 km² (Wikipedia, 2008), serta beriklim tropis dengan intensitas matahari yang tinggi. Selain itu gliserol yang merupakan produk samping dalam pembuatan biodisel adalah senyawa yang sangat mudah didapatkan, mengingat Indonesia merupakan negara produsen biodisel utama dengan kapasitas produksi 2 juta kiloliter per tahun (Republik Indonesia, 2008), dengan perbandingan produksi gliserol sebesar 10% berat. Besarnya jumlah gliserol yang ikut terproduksi tidak seimbang dengan jumlah gliserol yang digunakan dalam industri-industri. Akibatnya, jumlah gliserol yang tidak dimanfaatkan menjadi sangat besar dan menjadikannya sebagai limbah. Melalui reaksi fotokatalisis yang berdasar pada reaksi oksidasi-reduksi, gliserol dapat dioksidasi secara simultan dengan reduksi air sehingga dari kedua senyawa tersebut akan didapatkan hidrogen yang lebih banyak dibandingkan dengan metode produksi hidrogen dengan proses fotokatalisis sebelumnya yang hanya menggunakan air.

Dalam proses fotokatalisis untuk produksi hidrogen dari gliserol dan air, digunakan bahan semikonduktor TiO₂. Dibandingkan dengan bahan semikonduktor yang lain, TiO₂ dikenal memiliki berbagai keunggulan penting, terutama untuk aplikasi produksi hidrogen dari air (*water splitting*) ini (Radecka et al, 2008) antara lain, memiliki kestabilan yang tinggi, ketahanan terhadap korosi, ketersediaan yang melimpah di alam, dan harga yang relatif rendah. Disamping itu, TiO₂ juga memenuhi persyaratan khusus untuk *water-splitting*, yaitu posisi pita konduksi dan pita valensi tertentu agar dapat terjadi pembentukan hidrogen dan oksigen dari air.

Namun perlu diketahui juga bahwa TiO₂ murni, atau Degussa P-25 yang umumnya beredar di pasaran, memiliki efisiensi yang rendah dalam pemanfaatannya untuk aplikasi produksi hidrogen dari gliserol dan air ini. Hal ini disebabkan oleh *band gap* yang dimiliki TiO₂ tidak sesuai atau lebih besar jika dibandingkan dengan energi foton yang ditimbulkan dari induksi sinar tampak dari matahari. Akibatnya, energi foton yang ditimbulkan dari induksi sinar tampak matahari ini tidak mencukupi untuk dilaksanakannya eksitasi elektron pada semikonduktor TiO₂, sehingga TiO₂ kurang merespon jika digunakan sinar matahari.

Untuk mengatasi kekurangan-kekurangan TiO_2 tersebut maka dilakukan modifikasi fotokatalis, yang dilakukan dengan pemberian dopan nitrogen yang telah terbukti dapat meningkatkan respon fotokatalis TiO_2 terhadap energi foton dari sinar tampak (Asahi et al, 2001), serta dopan platina yang juga merupakan katalis untuk pembentukan hidrogen. Modifikasi lain yang dilakukan adalah pembentukan fotokatalis TiO_2 sebagai *nanotube*. Pemilihan bentuk *nanotube* ini didasarkan pada pertimbangan peningkatan kereaktifan fotokatalis karena bertambahnya luas permukaan fotokatalis (Abdullah et al, 2008), serta peningkatan konsentrasi dopan yang dapat disusupkan ke dalam fotokatalis (Burda et al, 2003).

Adapun metode yang digunakan untuk sintesis fotokatalis ini adalah metode *hydrothermal treatment* yang mempunyai keunggulan prosedur pengerjaan yang sederhana dan bersifat fleksibel untuk dilakukan berbagai modifikasi dalam proses sintesis fotokatalis. (Ou, Lo, 2007). Namun sayangnya metode ini memiliki kelemahan dalam waktu sintesis fotokatalis yang cukup lama. Untuk menutupi kelemahan dalam masalah waktu tersebut, maka ditambah kombinasi *hydrothermal* dengan ultrasonikasi yang dapat mempercepat waktu pembentukan *nanotube*.

Ultrasonikasi sendiri adalah metode penggunaan energi gelombang ultrasonik untuk mengagitasi partikel dalam suatu sampel untuk berbagai tujuan (Wikipedia, 2008). Dengan adanya tahap sonikasi ini, waktu yang dibutuhkan untuk pembentukan TiO_2 *nanotube* dapat berkurang secara signifikan, serta mempermudah tahap pensusupan dopan nitrogen dan platina ke dalam struktur kristal TiO_2 *nanotube*.

Tentunya fotokatalis TiO_2 termodifikasi yang telah disintesis tidak akan bernilai jika tidak diketahui kinerjanya dalam pembentukan hidrogen seperti yang telah disebutkan sebelumnya. Oleh karena itu, dilakukan pula uji kinerja fotokatalis TiO_2 yang telah disintesis pada skala laboratorium.

1.2. Rumusan Masalah

Fotokatalis TiO_2 yang banyak beredar di pasaran, seperti P-25 Degussa, memiliki beberapa kekurangan yaitu kurang aktif di bawah sinar tampak dan luas

permukaan aktif yang kurang signifikan. Dengan dilakukannya penambahan dopan nitrogen, maka TiO_2 akan lebih aktif di bawah sinar tampak. Selain itu, dengan pengaturan ukuran TiO_2 dalam skala nano dan berbentuk *nanotubes*, maka luas permukaan aktif katalis meningkatkan secara signifikan. Prosedur *hydrothermal treatment* dengan bantuan ultrasonikasi juga digunakan untuk memperbaiki masalah lamanya waktu. Untuk melihat kinerja fotokatalis yang telah dimodifikasi, maka dilakukan uji kinerja produksi hidrogen skala laboratorium.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan umum dari penelitian ini ialah meningkatkan produksi hidrogen dari gliserol dan air dengan cara penggunaan fotokatalis berbasis TiO_2 yang telah dimodifikasi. Kemudian, tujuan khusus yang ingin dicapai ialah:

- Menyelidiki pengaruh modifikasi TiO_2 , yakni pemberian dopan nitrogen, platina dan membentuk TiO_2 *nanotube*, terhadap aktivitasnya dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air.
- Menyelidiki pengaruh konsentrasi gliserol dalam campuran reaktan yang dapat memberikan produksi hidrogen yang terbaik.

1.4 Batasan Masalah

Berikut ini adalah penjabaran ruang lingkup penelitian ini:

1. Bahan awal (prekursor) yang akan digunakan adalah TiO_2 degussa P-25
2. Bahan lain yang akan digunakan dalam preparasi ialah larutan garam $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, untuk dopan nitrogen dan platina; dan juga HCl_6 dan air sebagai bahan pencuci.
3. Metode preparasi katalis yang digunakan adalah *hydrothermal treatment* dengan penambahan perlakuan ultrasonikasi serta kalsinasi. Karakterisasi katalis yang akan dilakukan ialah XRD, SEM/ EDS, dan DRS.
4. Digunakan lampu sinar tampak dan sinar UV sesuai dengan kebutuhan
5. Tidak dilakukan variasi daya lampu dan variasi frekuensi ultrasonikasi

1.5 Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan dalam makalah seminar ini dilakukan dengan membagi tulisan menjadi tiga bab, yaitu:

BAB I: PENDAHULUAN

Bab ini berisi latar belakang penelitian dan penulisan, perumusan masalah yang dibahas, tujuan dilakukannya penelitian, batasan masalah, serta sistematika penulisan.

BAB II: TINJAUAN PUSTAKA

Bab ini berisi tentang hidrogen, gliserol, prinsip dasar fotokatalisis, reaksi fotokatalitik pada proses *water-splitting*, perkembangan proses *water-splitting* dibawah UV dan sinar tampak, fotokatalis TiO_2 dalam proses *water-splitting*, produksi hidrogen dari gliserol dan air melalui reaksi fotokatalisis, usaha-usaha untuk meningkatkan aktivitas fotokatalisis, *hydrothermal treatment*, metode perlakuan ultrasonikasi, karakterisasi katalis, dan resume penelusuran paten.

BAB III: METODE PENELITIAN

Bab ini berisi tentang diagram alir penelitian, bahan dan peralatan yang digunakan dalam penelitian, serta prosedur penelitian.

BAB IV: HASIL DAN PEMBAHASAN

Bab ini berisi tentang hasil dan pembahasan dari penelitian yang berupa uraian dan analisa terhadap data karakterisasi katalis dalam penyelidikan terhadap variabel-variabel yang mempengaruhi.

BAB V: KESIMPULAN

Bab ini berisi kesimpulan atas penelitian yang telah dilakukan.

DAFTAR PUSTAKA

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Hidrogen

2.1.1. Hidrogen sebagai Bahan Bakar

Hidrogen merupakan suatu senyawa kimia yang memiliki sifat utama yaitu sangat mudah terbakar. Sebagai sumber energi, hidrogen mempunyai kandungan massa energi yang paling tinggi dibandingkan dengan bahan bakar lainnya, yaitu 120,7 kJ/g. NASA telah menggunakan hidrogen sebagai bahan bakar roket sejak tahun 1940 (Hydrogen Power 2002).

Kehadiran senyawa H₂ pada konsentrasi 4% saja dalam udara dapat menimbulkan reaksi pembakaran sebagai berikut :



Pembakaran hidrogen menghasilkan energi sebesar 286 kJ/mol. Bila dibandingkan dengan reaksi pembakaran metana (hidrokarbon), energi yang dihasilkan oleh reaksi pembakaran hidrogen masih lebih kecil. Namun demikian, pembakaran dengan hidrogen memiliki kelebihan yang tak didapatkan dari pembakaran metana atau hidrokarbon lainnya, yaitu : tidak dihasilkannya polutan CO_x sebagai produk pembakaran, dan dapat dilakukan pada temperatur ignisi yang lebih rendah. Selain itu, proses konversi hidrogen menjadi energi dalam mesin ataupun *fuel cell* jauh lebih efisien dibandingkan dengan menggunakan bensin.

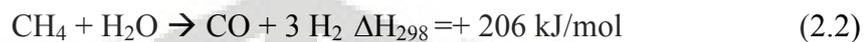
Pada sektor energi bahan bakar alternatif, hidrogen banyak diarahkan untuk sel bahan bakar (*fuel cells*), seperti *Proton-Exchange Membrane Cells* (PEMFC), yang diproyeksikan dapat menggantikan pembangkit tenaga listrik.

2.1.2. Metode Produksi Hidrogen

Hidrogen terdapat dalam jumlah banyak di jagat raya baik dalam bentuk molekul hidrogen (H₂) maupun atom hidrogen (H) karena hidrogen merupakan unsur penyusun benda-benda langit seperti bintang. Namun, keberadaan hidrogen dalam keadaan bebas (sebagai molekul H₂) di bumi jumlahnya tidak lebih dari 1

ppm (v/v). Kebanyakan hidrogen yang ada di bumi ditemui dalam bentuk senyawa kimia seperti senyawa hidrokarbon dan air. Untuk mendapatkan hidrogen dalam bentuk molekul diatomik dari senyawa kimia tersebut, diperlukan banyak energi.

Metode produksi hidrogen yang banyak digunakan saat ini adalah proses *steam reforming of methane* (SRM). Mekanisme reaksinya adalah sebagai berikut :



Proses ini memang menghasilkan hidrogen dalam jumlah yang jauh lebih banyak daripada proses fotokatalitik heterogen. Namun, karena menghasilkan senyawa CO melebihi toleransi yang diperkenankan untuk aplikasi *fuel cell* (10-20 ppm), proses ini membutuhkan unit tambahan untuk proses pemurnian (Takenaka, 2001). Selain itu, kebanyakan senyawa metana yang digunakan bersumber dari minyak bumi dan gas alam, yang merupakan sumber energi yang tidak terbarukan.

Hidrogen juga dapat diperoleh dengan melakukan elektrolisis pada air. Namun biasanya, listrik yang digunakan untuk proses ini lebih bernilai daripada hidrogen yang diproduksi. Oleh sebab itu, sangat jarang sekali ditemukan produksi hidrogen dengan cara ini.

2.2. Gliserol

Gliserol adalah cairan viskos yang tidak berwarna, tak berbau, higroskopis dan manis dengan rumus kimia $\text{HOCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$ atau dapat disebut juga dengan 1,2,3-propanetriol . Gliserol adalah senyawa trihidrik alkohol yang sangat larut dalam air, dengan titik beku $17,8^\circ\text{C}$ dan titik didih 290°C . Karena sifatnya yang mudah menyerap air, kandungan energi, dan indeks kelarutan (*solubility index*) yang tinggi di dalam air, gliserol banyak digunakan pada industri makanan, farmasi dan kosmetik, dll.

Seiring dengan perkembangan industri biodiesel yang menghasilkan produk samping gliserol sebesar 10% berat, maka jumlah gliserol yang terproduksi juga ikut meningkat. Terutama di Indonesia sebagai negara penghasil

gliserol nomor satu di dunia sebesar 2 juta kiloliter per tahun dan akan ditingkatkan menjadi 5 juta kiloliter per tahun (Republik Indonesia, 2008).

Cukup disayangkan bahwa gliserol yang dihasilkan sebagai produk samping biodiesel ini mempunyai kemurnian yang rendah. Sekalipun gliserol banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri, namun penggunaannya memerlukan tingkat kemurnian yang tinggi, yang tentunya memerlukan biaya pemurnian yang tidak murah. Selain itu, jumlah gliserol yang terproduksi sebagai hasil samping pembuatan biodiesel jauh lebih besar dibandingkan dengan jumlah biodiesel yang dibutuhkan untuk keperluan industri. Akibatnya, sebagian besar gliserol yang terproduksi tidak termanfaatkan dan menjadi limbah. (Pachauri, He, 2006)

2.3. Prinsip Dasar Fotokatalisis

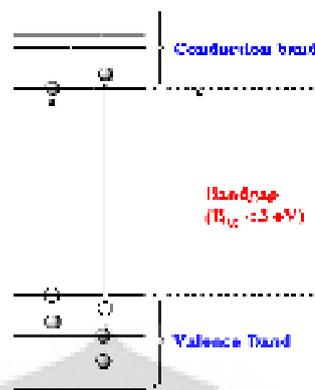
Fotokatalisis merupakan suatu kombinasi proses antara proses fotokimia dan katalisis. Yang dimaksud dengan fotokimia adalah suatu proses sintesis atau transformasi secara kimiawi dengan melibatkan cahaya sebagai pemicunya. Sedangkan katalis adalah substansi yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa ikut bereaksi secara keseluruhan. Artinya, pada awal dan akhir reaksi, jumlah katalis adalah sama. Hal ini disebabkan katalis memiliki kemampuan untuk mengadakan interaksi dengan minimal satu molekul reaktan untuk menghasilkan senyawa antara yang lebih reaktif. Katalis dalam proses ini disebut sebagai fotokatalis karena memiliki kemampuan dalam menyerap energi foton. Suatu bahan dapat dijadikan fotokatalis jika memiliki daerah energi kosong yang disebut celah pita energi (*energy bandgap*). Dari pengertian tersebut dapat disimpulkan bahwa fotokatalitik adalah suatu proses transformasi kimia yang melibatkan unsur cahaya dan katalis sekaligus dalam melangsungkan dan mempercepat proses transformasi yang terjadi.

Reaksi fotokatalitik dalam tahapan mekanismenya sama dengan reaksi katalitik konvensional. Hanya saja dalam reaksi fotokatalitik, aktivasi katalis berupa aktivasi oleh foton, berbeda dengan reaksi katalitik jenis konvensional dengan aktivasi katalis dilakukan secara termal.

Berdasarkan jenis katalis yang digunakan, proses fotokatalitik terdiri dari fotokatalitik homogen dan fotokatalitik heterogen. Fotokatalitik homogen adalah proses fotokatalitik yang berlangsung pada suatu sistem dalam satu fasa, dan biasanya dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida, sedangkan fotokatalitik heterogen adalah proses fotokatalitik yang memanfaatkan bahan semikonduktor dalam bentuk serbuk/partikel dan penggunaannya sebagai fotokatalis yang dilakukan dalam suspensi. Proses fotokatalitik yang kita gunakan dan akan lebih lanjut dibahas ialah proses fotokatalitik heterogen.

Pada proses fotokatalitik heterogen ini, semikonduktor yang digunakan adalah bahan semikonduktor tipe *chalconide* (oksida : TiO_2 , ZnO , ZrO , CeO_2 atau sulfida: ZnS , CdS). Semikonduktor dapat dimanfaatkan sebagai fotokatalis karena memiliki daerah energi yang kosong (*void energy region*) yang disebut celah pita energi (*energy band gap*), yang terletak diantara batas pita konduksi dan pita valensi yang tidak menyediakan tingkat-tingkat energi untuk mempromosikan rekombinasi elektron dan *hole* yang diproduksi oleh suatu fotoaktivasi dalam semikonduktor tersebut. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1.

Katalis semikonduktor ini akan berfungsi sebagai katalis jika diiluminasi dengan foton yang memiliki energi yang setara atau lebih dari *energy band gap*, E_G , ($h\nu \geq E_G$) semikonduktor yang bersangkutan. Induksi oleh sinar tersebut akan menyebabkan terjadinya eksitasi elektron (dari pita valensi ke pita konduksi) dalam bahan semikonduktor (Richardson, 1989). Hal ini dikarenakan, iluminasi foton akan mengakibatkan terbentuknya pasangan elektron (e^-) dan *hole* (h^+) yang dipisahkan menjadi fotoelektron bebas pada pita konduksi dan *fotohole* pada pita valensi.



Gambar 2.1 Daerah Energi pada Semikonduktor (Licciuli, Lisi, 2002)

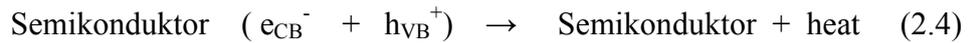
Energi pita valensi dan pita konduksi semikonduktor akan mengontrol kemampuan transfer muatan yang diinduksi radiasi pada molekul teradsorpsi pada permukaan semikonduktor. Molekul penerima muatan (akseptor) harus memiliki tingkat potensial yang lebih positif (terletak lebih di bawah pada kurva energi potensial) daripada tingkat energi potensial pita konduksi semikonduktor. Sedangkan untuk molekul donor muatan harus memiliki tingkat potensial yang lebih negatif (lebih atas pada kurva energi potensial) daripada tingkat potensial pita valensi semikonduktor tersebut.

Proses fotokatalitik heterogen pada bahan semikonduktor diawali dengan fotoeksitasi sebagai akibat cahaya yang mengenai bahan semikonduktor. Cahaya yang mengenai bahan semikonduktor ini memiliki energi yang lebih besar daripada energi celah pita semikonduktor, sehingga akan mentransfer elektron dari pita valensi ke pita konduksi dan menghasilkan *hole* (h^+) pada pita valensi. Jadi pada proses fotoeksitasi dihasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* pada pita valensi. Reaksi yang terjadi pada peristiwa ini adalah:



Ada beberapa kemungkinan yang terjadi pada pasangan *electron-hole*, yaitu:

1. Sebagian pasangan berekombinasi dalam partikel (*volume recombination*).
2. Pasangan *elektron-hole* berekombinasi di permukaan (*surface recombination*) atau pada *bulk* partikel hanya dalam waktu beberapa *nanosecon* (energi hilang sebagai panas). Reaksi rekombinasi pasangan *elektron-hole* dapat dituliskan sebagai berikut:



3. Pasangan elektron masing-masing dapat bereaksi dengan species donor (D) dan akseptor (A) yang teradsorb di permukaan partikel. Dengan kata lain elektron pada pita konduksi yang mencapai permukaan akan mereduksi substrat (A) atau pelarut pada permukaan partikel, sedangkan *hole* pada pita valensi akan mengoksidasi substrat (D) baik secara langsung maupun tidak langsung melalui pembentukan radikal *hidroksil*.

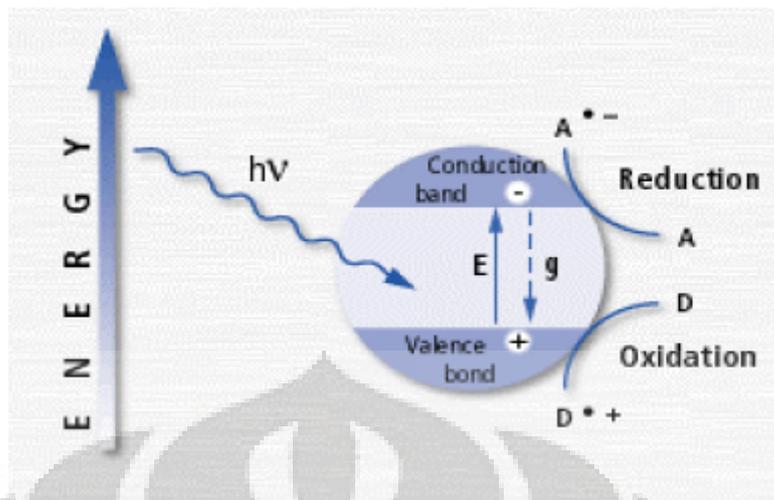
Fenomena ini mengikuti persamaan reaksi sebagai berikut:



Beberapa kemungkinan reaksi yang dapat terjadi pada ion-ion radikal yang terbentuk (A^- dan D^+) antara lain adalah:

- A^- dan D^+ bereaksi antar sesama ion-ion radikal atau bereaksi dengan adsorbat-adsorbat (species yang teradsorbsi ke permukaan).
- A^- dan D^+ berekombinasi melalui transfer elektron balik untuk membentuk keadaan tereksitasi dari salah satu reaktan atau melepaskan panas.
- A^- dan D^+ berdifusi dari permukaan semikonduktor dan berpartisipasi dalam reaksi kimia yang terjadi dalam medium larutan.

Agar fotokatalisis dapat berlangsung dengan efisien, maka laju rekombinasi elektron dan *hole* harus dihalangi. Ilustrasi dari proses ini dapat dilihat pada Gambar 2.2.

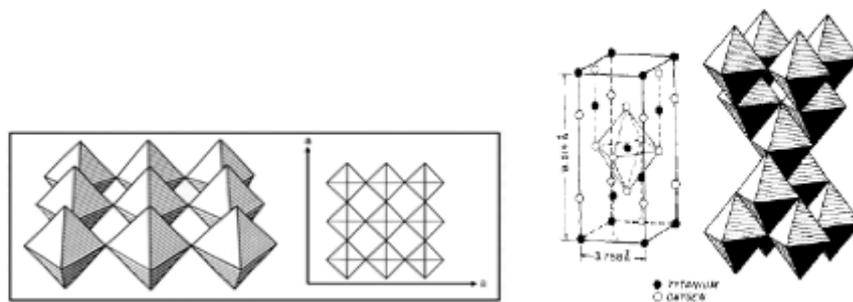


Gambar 2. 2 Skema Proses Fotoeksitasi pada Suatu Bahan Semikonduktor (Licciuli, Lisi, 2002)

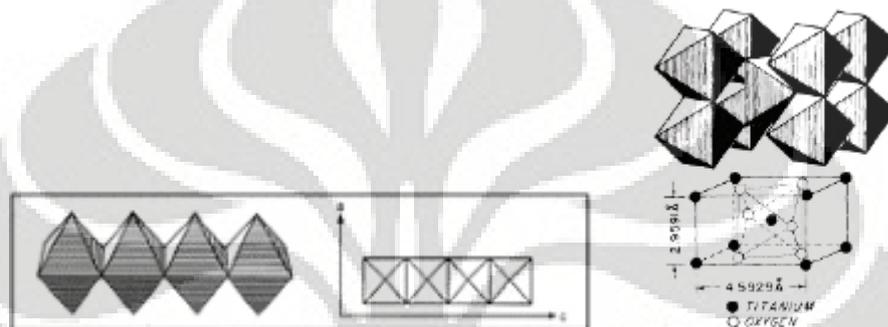
2.4. Fotokatalis TiO_2

Katalis TiO_2 memiliki 3 jenis struktur kristal yaitu *anatase*, *rutile* dan *brookite*. Struktur kristal *brookite* sulit untuk dipreparasi sehingga biasanya hanya struktur kristal *rutile* dan *anatase* yang umum digunakan pada reaksi fotokatalitik. Secara fotokatalitik, struktur *anatase* menunjukkan aktivitas yang lebih baik dari segi kereaktifan dibandingkan dengan struktur *rutile* (Su, 2004). Struktur *anatase* merupakan bentuk yang paling sering digunakan karena memiliki luas permukaan serbuk yang lebih besar serta ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan dengan struktur *rutile* dan struktur ini muncul pada rentang suhu pemanasan dekomposisi senyawa titanium (400^0C - 650^0C). Selain itu *bandgap* energi *anatase* lebih besar daripada *rutile* sehingga memiliki aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Licciuli, Lisi, 2002). Gambaran struktur *anatase* dan *rutile* dapat dilihat pada Gambar 2.3 dan Gambar 2.4. Perbedaan umum diantara ketiga bentuk kristal dapat dilihat di Tabel 2.1.

Pengaruh struktur fotokatalis terhadap aktivitas laju reaksi fotokatalitik sangat tergantung dari struktur fotokatalis itu sendiri. Untuk memperoleh struktur fotokatalis *anatase* dan *rutile* perlu diperhatikan beberapa hal seperti pemilihan bahan awal, tahap preparasi katalis dan metode yang digunakan.



Gambar 2.3 Struktur Kristal *Anatase* TiO₂ (Licciulli, Lisi, 2002)



Gambar 2.4 Struktur Kristal *Rutile* TiO₂ (Licciulli, Lisi, 2002)

Tabel 2.1 Perbandingan Sifat dari Berbagai Bentuk Kristal TiO₂ (Othmer, 1997)

Sifat	Anatase	Brookite	Rutile
Bentuk Kristal	Tetragonal	Orthorombik	Tetragonal
Band gap, eV	3.25	3.05	Tidak tersedia
Banyaknya TiO ₂ / unit sel	4	8	2
Volume per TiO ₂ , nm ³	0.03407	0.03211	0.03122
Massa jenis teoritis, kg/m ³	3895	4133	4250
Tingkat kekerasan, skala Moh	5.5 – 6	5.5 – 6	7 – 7.5

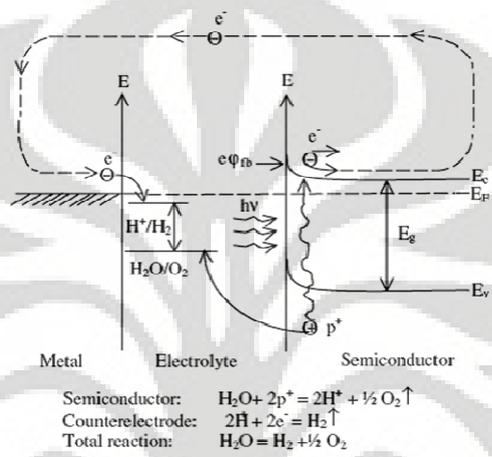
2.5. Sejarah Perkembangan Fotokatalitik untuk Produksi Hidrogen

Sejarah ditemukannya fotokatalisis bermula dari percobaan yang dilakukan Fujishima dan Honda yang menggunakan sel fotoelektrokimia (PEC) dengan semikonduktor tipe-n TiO₂ sebagai fotoanode di tahun 1972 (Fujishima, Honda, 1972). Percobaan mereka dapat menunjukkan terjadinya fenomena *water-*

splitting, yang medekomposisi air (H_2O) menjadi oksigen (O_2) dan hidrogen (H_2) menurut reaksi berikut:



Proses *water splitting* yang terjadi pada PEC dapat dilihat pada Gambar 2.5, yang dalam bentuk diagram sederhana.



Gambar 2.5 Skema Proses PEC pada Aplikasi *Water-Splitting* (Aroutiounian, et al, 2005)

Untuk selanjutnya, dalam aplikasi produksi hidrogen dari air ini, proses fotokatalitik heterogen, seperti yang telah dibahas pada subbab sebelumnya, lebih disukai daripada dalam bentuk sel fotoelektrokimia dengan elektroda tersebut. Reaksi fotokatalitik heterogen yang menggunakan serbuk merupakan sebuah miniatur dari PEC dengan reaksi redoks yang sama. Sebagai contoh, penggunaan serbuk TiO_2 dengan sedikit deposit dari Pt yang terdapat didalamnya, bekerja layaknya sebuah PEC dengan elektroda Pt sehingga air dapat tereduksi pada permukaan yang dilapisi membentuk hidrogen. Sistem partikulat seperti ini memiliki keunggulan yaitu lebih sederhana dan jauh lebih murah dalam konstruksi dan penggunaannya dibanding dengan PEC (Fujishima, 2007).

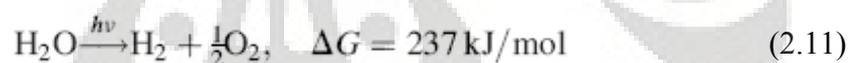
Namun, pada kenyataannya, reaksi fotokatalitik heterogen juga memiliki beberapa kekurangan, yang menjadikan efisiensi konversi yang dicapainya menjadi kecil. Berbagai hambatan berupa tinjauan dari aspek termodinamika dan

juga aspek kinetik muncul ketika digunakannya sistem partikulat ini yang akan dibahas pada bagian selanjutnya.

2.5.1. Tinjauan dari Aspek Termodinamika

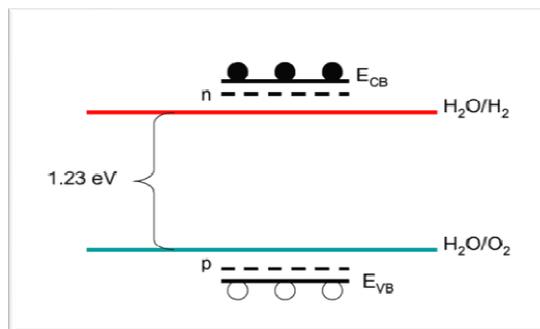
Uphill dan *downhill reaction* merupakan fenomena yang terjadi pada reaksi fotokatalitik heterogen. (Matsuoka, 2007). *Downhill reaction* terjadi ketika energi foton yang diserap oleh suatu fotokatalis secara termodinamik diinduksikan untuk mengoksidasi secara sempurna, seperti contohnya, oksidasi senyawa organik menjadi CO₂ dan H₂O. Reaksi *downhill* disertai dengan perubahan besar energi bebas Gibbs secara negatif ($\Delta G < 0$), yang berarti reaksi berlangsung spontan. Reaksi ini sangat sering digunakan untuk mendegradasi senyawa organik beracun dari udara ataupun air menggunakan fotokatalis semikonduktor padat seperti TiO₂ (Ollis, Al-Ekabi, 1993). Peran fotokatalis yang diiluminasi dapat mempercepat proses oksidasi yang terjadi oleh karena reaksi telah berlangsung (spontan).

Sebaliknya, *uphill reaction* merupakan reaksi yang memiliki perubahan energi bebas Gibbs secara positif ($\Delta G > 0$). Reaksi inilah yang terjadi pada proses *water-splitting*:



Pada reaksi ini fotokatalis yang diiluminasilah yang menyebabkan reaksi ini dapat terjadi. Hal ini dikarenakan, ΔG positif berarti reaksi tersebut tidak spontan, sehingga perlu dibantu dengan adanya katalis agar reaksi menjadi spontan. Maka dapat disimpulkan, bahwa proses *water-splitting* (*uphill reaction*) lebih sulit terjadi dibandingkan dengan proses oksidasi senyawa organik (*downhill reaction*) dengan bahan semikonduktor dan proses fotokatalitik yang sama.

Selanjutnya, aspek termodinamik yang juga perlu diperhatikan ialah, agar proses *water-splitting* ini dapat berlangsung (spontan), dibutuhkan persyaratan *band gap* minimal dari semikonduktor yaitu sebesar 1.23 eV, oleh karena pita konduksi minimum, E_C , harus diatas level elektrokimia untuk reduksi air, H₂O/H₂ ($E_C > E_{\text{H}_2\text{O}/\text{H}_2}$); dan pita valensi maksimum, E_V , harus dibawah level elektrokimia dari oksidasi air, O₂/H₂O ($E_V < E_{\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}}$) (Head, Turner, 2004), seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.6 berikut.



Gambar 2.6 Band Gap Minimal untuk *Water-Splitting* (Head, Turner, 2004)

Oleh sebab itu, tantangan yang harus dihadapi dari *aspek termodinamik* berkaitan dengan *band gap* adalah (Turner, 2004):

- ✓ **Daya Tahan/Kestabilan dari Material** — Semikonduktor yang paling stabil dalam proses fotokatalisis dalam larutan fasa cair ialah oksida, namun *band gap* dari kebanyakan senyawa tersebut terlalu besar (~ 3 eV) untuk dapat menyerap energi dari sinar tampak.
- ✓ **Efisiensi** — Agar memiliki efisiensi yang baik terhadap penyerapan terhadap sinar matahari, maka *band gap* dari semikonduktor harus berkisar antara 2.2 eV. Sayangnya, banyak semikonduktor yang bekerja pada kisaran tersebut secara fotokimia tidak stabil dalam air.
- ✓ **Posisi Energetik** — Meskipun secara teoritis elektroda semikonduktor dapat menghasilkan energi yang cukup untuk mengadakan reaksi elektrokimia, akan tetapi posisi dari pita (*band edges*) dapat menghambat terjadinya reaksi tersebut oleh karena posisi energetiknya. Agar reaksi *water-splitting* dapat berjalan spontan, maka dibutuhkan syarat posisi pita dari konduksi dan valensi harus merentang seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.6.

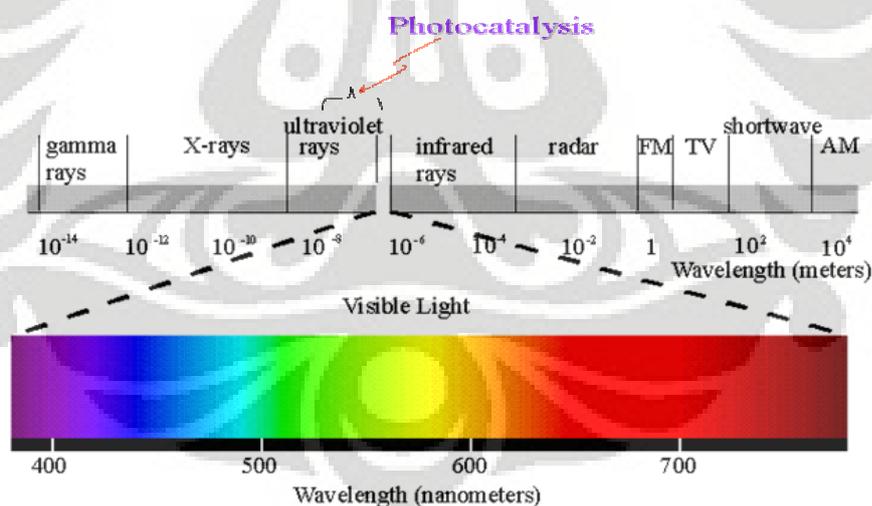
Kestabilan dari suatu material katalis amat diperlukan dalam reaksi fotokatalisis, sebab kestabilan sangat mempengaruhi *band gap* dari suatu material katalis. Oleh karena itu, agar material tersebut memiliki *band gap* yang memadai untuk dilangsungkannya reaksi fotokatalisis, maka syarat utama dari material tersebut adalah kestabilan.

2.5.2. Tinjauan dari Aspek Kinetika

Aspek kinetika berkaitan dengan proses rekombinasi dari elektron – hole. Secara teoritis, agar dapat menyerap sinar tampak dari matahari, maka *band gap* yang disyaratkan relatif kecil (~ 2.2 eV). Padahal, semakin kecil *band gap*, proses rekombinasi akan semakin mudah terjadi, sehingga aktivitas fotokatalisis menjadi terhambat (Torres et al, 2004). Selain itu, reaksi *water-splitting* ialah proses yang meningkatkan energi. Dengan demikian, reaksi balik (rekombinasi hidrogen dan oksigen menjadi air) juga akan mudah terjadi.

2.5.3. Proses *Water splitting* dengan UV dan Sinar Tampak

Proses fotokatalisis untuk aplikasi *water-splitting* dapat digolongkan berdasarkan sumber energi cahaya yang diterimanya, yaitu sinar ultra-violet (UV) dan sinar tampak. Sinar tampak merupakan sinar yang paling banyak terdapat dalam sinar matahari (50%), sedangkan sinar UV hanya terdapat sekitar 5% dalam sinar matahari. Sinar tampak memiliki panjang gelombang berkisar antara 400 – 800 nm, sedangkan sinar UV memiliki panjang gelombang < 300 nm, seperti yang dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.7 Spektrum Sinar untuk Fotokatalisis (*Spectrum*)

Semikonduktor dengan *band gap* yang besar (~ 3 eV) kurang berespon terhadap sinar tampak/ matahari oleh karena mereka hanya peka terhadap UV yang memiliki panjang gelombang lebih kecil daripada sinar tampak (< 400 nm).

Saat ini, efisiensi konversi energi dari solar menjadi hidrogen masih rendah dengan penggunaan TiO_2 sebagai fotokatalis dalam reaksi *water-splitting*. Hal ini dapat disimpulkan terutama karena (Ni et al, 2007):

1. Rekombinasi dari pasangan elektron-*hole*; Elektron pada pita konduksi dapat berekombinasi dengan *hole* di pita valensi dengan sangat cepat dan melepaskan energi dalam bentuk panas yang tak berguna atau foton.
2. Reaksi balik yang cepat; Dekomposisi air menjadi hidrogen dan oksigen ialah proses yang meningkatkan energi. Dengan demikian, reaksi balik (rekombinasi hidrogen dan oksigen menjadi air) akan mudah terjadi.
3. Ketidakmampuan untuk menggunakan sinar tampak; *Band gap* dari TiO_2 anatase ialah sebesar 3.2 eV dan hanya sinar UV yang dapat digunakan untuk produksi hidrogen. Oleh karena UV hanya terdapat sekitar 5% dari energi radiasi dari matahari sementara sinar tampak terdapat sekitar 50%, maka ketidakmampuan untuk menggunakan sinar tampak membatasi efisiensi dari produksi hidrogen pada reaksi fotokatalitik dengan energi matahari.

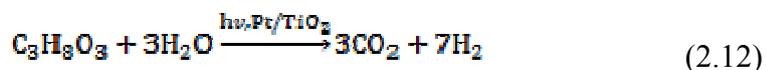
Oleh karena itu berbagai cara telah dilakukan untuk mengatasi hambatan-hambatan tersebut. Cara-cara yang dapat dilakukan yaitu teknik modifikasi fotokatalis dan usaha untuk memperoleh luas permukaan aktif yang besar.

2.6. Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air Melalui Reaksi Fotokatalisis

Dewasa ini dalam dunia fotokatalisis, produksi hidrogen dari gliserol dan air merupakan salah satu penelitian yang paling berkembang. Seperti yang telah disebutkan sebelumnya pada subbab 2.5. bahwa kendala terbesar dalam reaksi *water splitting* adalah terjadinya reaksi rekombinasi elektron dan hole yang sering terjadi, sehingga hanya 10% elektron tereksitasi yang dapat ke permukaan katalis, sedangkan 90% sisanya mengalami rekombinasi dengan hole. Kendala dalam aspek kinetika ini juga mempengaruhi produktifitas katalis. Salah satu cara yang dapat dilakukan adalah dengan melakukan penambahan elektron donor, yang dapat dilihat lebih detil pada subbab 2.7.1.1, yang salah satunya dapat menggunakan gliserol.

Kehadiran gliserol dalam sistem tidak hanya berfungsi sebagai elektron donor yang akan menambah elektron yang dapat mereduksi air menjadi hidrogen,

tetapi gliserol juga berfungsi sebagai reaktan yang teroksidasi oleh hole (mengurangi kemungkinan reaksi rekombinan) dan menghasilkan produk hidrogen (Daskalaki et al, 2008). Adapun reaksi yang terjadi adalah:



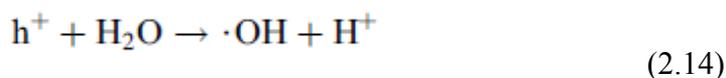
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Daskalaki et al pada temperatur 40°C, adanya gliserol yang turut menjadi reagen meningkat produksi hidrogen serta mempercepat laju reaksi hingga 1 orde, jika dibandingkan dengan reaksi *water splitting* biasa. Bereaksinya gliserol menghasilkan hidrogen ini disebabkan oleh adanya gugus alkohol yang mudah teroksidasi. karena gliserol mempunyai 3 gugus alkohol maka gliserol dapat bereaksi secara fotokatalitik menghasilkan hidrogen (Bowker et al, 2009).

Reaksi antara gliserol dan air secara fotokatalitik memerlukan kehadiran logam platina sebagai *co-catalyst*. Adapun fungsi platina dalam reaksi fotokatalitik ini adalah (Daskalaki et al, 2008):

- Sebagai *electron trapper* yang mengurangi reaksi rekombinasi elektron-hole.
- Katalis termal yang mempengaruhi laju reaksi katalitik dan selektifitas produk reaksi.
- Mengkatalis reaksi oksidasi gliserol.

Li et al (2009) telah meneliti mekanisme reaksi antara gliserol dan air secara fotokatalitik dalam menghasilkan hidrogen, dengan melakukan analisis cairan hasil pengujian produksi hidrogen menggunakan HPLC-MS (*High Performance Liquid Chromatography – Mass Spectra*) dan electrochemical cyclic voltametry method. Berdasarkan hasil pengujian yang dilakukan oleh Li et al, terbentuk senyawa-senyawa intermediet dari gliserol sebelum berubah menjadi karbondioksida. Adapun mekanisme reaksi fotokatalisis antara gliserol dan air dalam memproduksi hidrogen terjadi sebagai berikut.

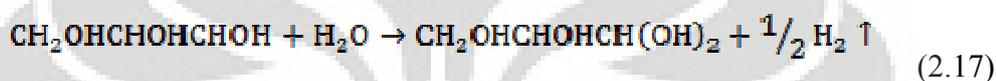
Reaksi diawali dengan eksitasi TiO₂ dengan energi foton sehingga terbentuk elektron dan *hole*. *Hole* yang terbentuk akan bereaksi dengan air membentuk radikal hidroksil, yang merupakan oksidator yang sangat kuat, serta ion hidrogen. Ion hidrogen tersebut akan direduksi oleh elektron menjadi gas hidrogen.



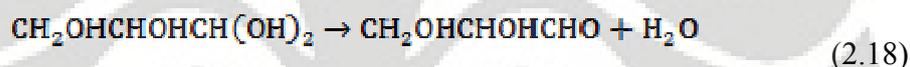
Gliserol akan bereaksi dengan radikal hidroksil membentuk senyawa intermediet seperti yang terlihat pada persamaan reaksi.



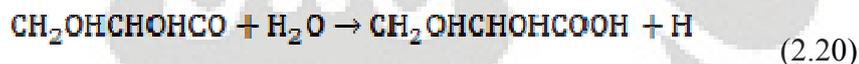
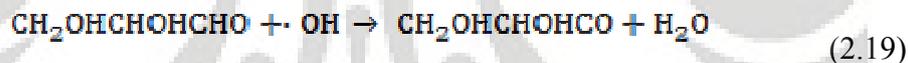
Senyawa intermediet tersebut akan bereaksi dengan air membentuk $\text{CH}_2\text{OHCHOHCH}(\text{OH})_2$ dan $\text{H}\cdot$ sehingga terbentuk hidrogen.



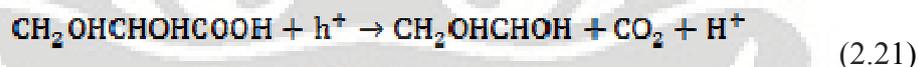
Senyawa intermediet yang terbentuk ini tidak stabil, dan akan berubah menjadi aldehyd.



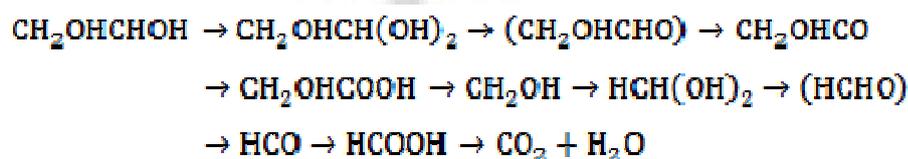
Radikal $\cdot\text{OH}$ dapat bereaksi terus menerus dengan aldehyd yang terbentuk.



Gugus karboksil yang terbentuk akan teroksidasi oleh hole sehingga mengalami dekarboksilasi.



Senyawa CH_2OHCHOH yang terbentuk akan mengulangi reaksi (2.17), (2.18), (2.19), (2.20) dan (2.21) sehingga terbentuk karbondioksida dan air.



2.7. Usaha-Usaha untuk Meningkatkan Aktivitas Fotokatalisis untuk Produksi Hidrogen di Bawah Sinar Tampak

2.7.1. Penambahan Aditif Kimia

2.7.1.1 Penambahan elektron donor

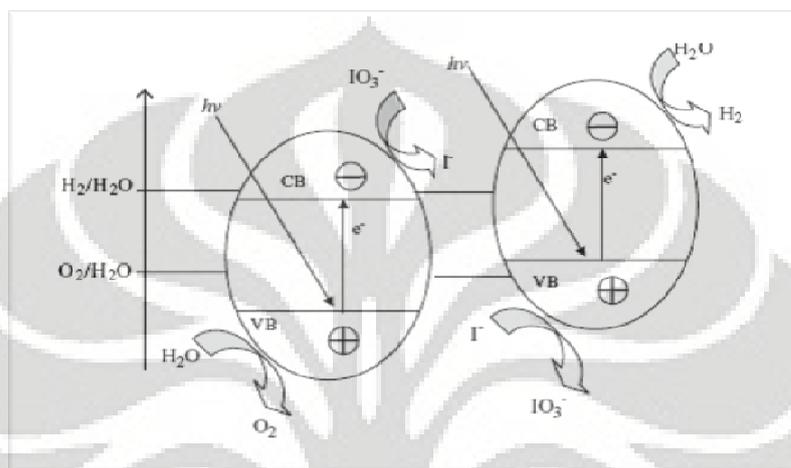
Mengacu pada cepatnya rekombinasi elektron-*hole* yang terjadi, akan sangat sulit terjadi proses *water splitting* dengan fotokatalis TiO₂ dalam media air distilat. Penambahan elektron donor (*sacrificial reagents* atau *hole scavenger*) untuk bereaksi balik dengan *hole* dapat meningkatkan pemisahan elektron-*hole* yang dapat meningkatkan efisiensi *quantum*. Se jauh donor elektron dapat dikonsumsi dalam reaksi fotokatalitik, penambahan elektron donor secara kontinu dibutuhkan untuk produksi hidrogen yang berkelanjutan.

Senyawa organik (hidrokarbon) banyak digunakan sebagai elektron donor oleh karena mereka dapat dioksidasi oleh *holes*. Sementara elektron yang tidak berekombinasi dapat mereduksi proton menjadi molekul hidrogen. EDTA, metanol, etanol, CN⁻, *lactic acid*, dan formaldehid telah diuji dan dibuktikan secara efektif dapat meningkatkan produksi hidrogen (Nada, 2005). Urutan derajat kemampuan meningkatkan produksi hidrogen telah ditemukan oleh Nada sbb.: EDTA > metanol > etanol > *lactic acid*. Menarik untuk dilihat juga dekomposisi dari hidrokarbon ini juga dapat berkontribusi dalam peningkatan hidrogen yang dihasilkan sejauh hidrogen juga adalah produk dekomposisi dari mereka.

Selain itu, elektron donor yang berupa polutan juga dapat digunakan untuk meningkatkan produksi hidrogen. Li et al. (Li, 2003) melaporkan bahwa dekomposisi elektron donor dari polutan, seperti *oxalic acid*, *formic acid*, dan formaldehid, secara konsisten sebanding dengan produksi hidrogen. Hal ini memberi harapan dapat terintegrasinya sistem dekomposisi polutan dengan produksi hidrogen, yang tentunya akan menjadi sangat bermanfaat.

Ion anorganik lain, seperti S₂⁻/SO₃²⁻, Ce⁴⁺/Ce³⁺, dan IO₃⁻ / I⁻ telah digunakan sebagai *sacrificial reagents* untuk produksi hidrogen. S₂⁻/SO₃²⁻ bekerja baik dengan CdS yang digunakan sebagai fotokatalis semikonduktor dan dapat menghindari terjadinya fotokorosi pada sistem. Pasangan IO₃⁻ (elektron akseptor) dan I⁻ (elektron donor) bekerja sebagai pasangan mediator reaksi redoks. Untuk produksi hidrogen pada fotokatalis dengan level pita konduksi yang lebih rendah

Γ dapat bereaksi dengan *hole* dan demikian elektron di pita konduksi dapat mereduksi proton H^+ menjadi molekul hidrogen. Untuk produksi oksigen, IO_3^- bereaksi dengan elektron di pita konduksi untuk kemudian membentuk Γ dan demikian *hole* di pita valensi dapat mengoksidasi air menjadi oksigen. Dalam sistem ini, *water-splitting* dapat membentuk hidrogen dan oksigen tanpa mengonsumsi *sacrificial reagents*, yang diilustrasikan pada Gambar 2. 8.



Gambar 2. 8 Produksi Hidrogen Dengan Mediator IO_3^- / Γ (Ni et al, 2007)

Pada reaksi ini bila IO_3^- diproduksi di permukaan *anatase*, sedang Γ pada struktur *rutile*, maka dapat dihasilkan produk hidrogen dengan laju lebih besar dengan kombinasi *anatase – rutile* seperti ini. Pasangan Ce^{4+}/Ce^{3+} dan Fe^{3+}/Fe^{2+} juga menunjukkan kemiripan proses yang terjadi serta juga efektif untuk produksi hidrogen pada reaksi *water-splitting*.

2.7.1.2. Penambahan garam karbonat untuk menghambat reaksi balik

Sayama (Sayama, 2000) melaporkan bahwa dengan penambahan garam karbonat dapat secara signifikan meningkatkan produksi hidrogen dan oksigen secara stoikiometris. Penambahan dari Na_2CO_3 ditemukan secara efektif pada saat menggunakan TiO_2 dan kokatalis Pt ($Pt-TiO_2$) (Sayama, 1992). Lebih lanjut, berbagai fotokatalis semikonduktor mencakup TiO_2 , Ta_2O_5 , dan ZrO_2 diuji dan ditemukan bahwa dengan kehadiran Na_2CO_3 akan sangat menguntungkan untuk meningkatkan produksi hidrogen dan oksigen. Studi dengan *infra-red* (IR) menyingkapkan bahwa permukaan dari katalis $Pt-TiO_2$ menjadi terlapisi dengan

banyak tipe dari spesies karbonat, seperti HCO_3^- , CO_3^{2-} , $\text{HCO}_3^{\cdot-}$, dan $\text{C}_2\text{O}_6^{2-}$. Spesies-spesies karbonat ini terbentuk melalui reaksi-reaksi berikut:



Dengan demikian, *holes* yang terbentuk dikonsumsi oleh spesies karbonat untuk membentuk radikal karbonat, dan hal ini menguntungkan untuk separasi elektron-*hole*. Pada saat yang bersamaan, karbonatperoksi dapat dengan mudah terurai menjadi O_2 dan CO_2 ,



Pembentukan dari CO_2 dan O_2 dapat menghasilkan desorpsi O_2 dari permukaan fotokatalis dan dengan demikian, dapat mengurangi pembentukan dari H_2O lewat reaksi balik H_2 dan O_2 . Selanjutnya, CO_2 yang terdesorpsi menjadi terurai dan terkonversi menjadi HCO_3^- , yang akan berdampak pada produksi H_2 .

Walaupun hasil yang diperoleh sangat berpotensi, namun mekanismenya tidak dapat dimengerti sepenuhnya. Sejauh CO_3^{2-} merupakan faktor utama yang bertanggung-jawab untuk meningkatkan produksi H_2 , penambahan dari Na_2CO_3 dan K_2CO_3 seharusnya menghasilkan aktivitas fotokatalitik yang dapat dibandingkan. Bagaimanapun, ketika Pt-TiO₂ digunakan sebagai fotokatalis, penambahan dari Na_2CO_3 menjadi lebih efektif daripada penambahan K_2CO_3 dalam rangka produksi hidrogen (Sayama, 2000). Alasan dari fenomena ini masih belum diketahui.

Penambahan dari iodida juga ditemukan bermanfaat dalam produksi hidrogen (Abe, 2003). Anion iodide (I^-) dalam bentuk suspensi dapat secara mudah diserap oleh permukaan Pt, membentuk lapisan iodin. Lapisan iodin tersebut dapat menghambat terjadinya reaksi balik dari H_2 dan O_2 membentuk kembali H_2O . Hasilnya, produksi dari hidrogen dan oksigen meningkat secara signifikan. Bagaimanapun, penambahan terlalu banyak garam karbonat atau anion iodide melampaui level optimum dapat mengurangi efek yang menguntungkan, karena spesies tersebut dapat terabsorpsi ke permukaan katalis dan dapat mengurangi respon katalis terhadap cahaya.

2.7.2. Teknik Modifikasi Fotokatalis

2.7.2.1. Deposisi Logam Mulia

Logam mulia dan beberapa senyawa lain, yang mencakup Pt, Au, Pd, Rh, Ni, Cu, dan Ag telah banyak sekali dilaporkan dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis TiO₂. Oleh sebab level Fermi dari logam mulia lebih rendah daripada TiO₂, elektron yang difotoeksitasi dapat di transfer dari pita konduksi ke partikel logam yang terdeposit pada permukaan TiO₂, sementara *hole* di pita valensi tetap bertahan di TiO₂. Aktivitas ini dapat dengan baik mengurangi kemungkinan dari rekombinasi elektron-*hole*, dan karenanya menghasilkan separasi yang efisien dan reaksi fotokatalitik yang lebih kuat.

Anpo dan Takeuchi (Anpo, 2003) menggunakan sinar *Electron Spin Resonance* (ESR) untuk menyelidiki transfer elektron dari TiO₂ menuju partikel Pt. Ditemukan bahwa signal Ti³⁺ meningkat seiring waktu iradiasi dan penambahan dari Pt mereduksi jumlah dari Ti³⁺. Pengamatan ini mengindikasikan kehadiran transfer elektron dari TiO₂ menuju partikel Pt. Saat elektron terakumulasi di partikel logam mulia, level Fermi berpindah lebih dekat ke arah pita konduksi dari TiO₂ (Subramanian, 2004), yang mengakibatkan level energi yang lebih negatif. Hal ini merupakan sesuatu yang menguntungkan bagi produksi hidrogen. Lebih jauh, partikel logam yang lebih kecil yang terdeposit di permukaan TiO₂ menunjukkan Fermi level bergeser ke arah yang lebih negatif. Elektron yang terakumulasi di partikel logam kemudian dapat ditransfer menuju proton teradsorb di permukaan dan lebih lanjut mereduksi proton menjadi molekul hidrogen. Jadi, logam mulia dengan fungsi kerja yang cocok dapat membantu transfer elektron, yang pada akhirnya berhasil meningkatkan aktivitas fotokatalitik.

Perlu dicatat bahwa walaupun penambahan dari logam mulia dapat mengurangi reaksi rekombinasi pada suatu tingkat, produksi hidrogen dari *pure water-splitting* tetap sulit untuk dilakukan, karena (1) rekombinasi tidak dapat sepenuhnya dieliminasi; (2) reaksi balik dari H₂ dan O₂ untuk membentuk H₂O lebih mudah secara termodinamik. Oleh karena itu, seperti didiskusikan dari subbab sebelumnya, elektron donor atau garam karbonat diperlukan untuk dapat

menghindari masalah-masalah yang telah disebutkan diatas. Oleh karena mahalanya Pt, banyak penelitian dikerjakan untuk dapat menemukan logam dengan harga rendah yang dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis. Contohnya, Cu dalam percobaan Wu dan Lee (Wu, 2004), yang dideposit pada permukaan TiO₂ terbukti dapat meningkatkan produksi hidrogen hingga 10 kali lipat dengan tanpa penambahan Cu. Logam harga rendah lain seperti Ni dan Ag juga ditemukan efektif dalam aplikasi ini (Bardos).

2.7.2.2. Penggunaan Dopan ionik

2.7.2.2.1. Doping ion logam

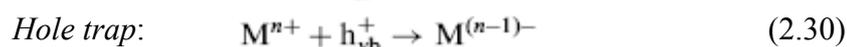
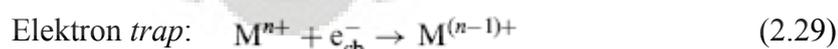
Choi et al. (Choi, 1994) menemukan bahwa *doping* ion logam dapat memperbesar respon terhadap cahaya dari TiO₂ terhadap spektrum sinar tampak. *Doping* berarti penggantian dengan elemen asing pada *crystal lattice point* dari material *host*, yaitu TiO₂. Seperti yang disebutkan sebelumnya, TiO₂ struktur *anatase* memiliki *band gap* yang lebar (3.2 eV) yang menyebabkan TiO₂ murni hanya berespon terhadap sinar UV. Agar berespon terhadap sinar tampak maka *band gap* perlu diperkecil, salah satu cara ialah dengan dopan ion logam.

Oleh karena ion logam berhubungan dengan TiO₂ pada struktur *lattice*, level energi dari ion logam ini mempengaruhi *band gap* dari TiO₂ yang terbentuk, seperti yang diindikasikan seperti berikut:



Di mana M dan Mⁿ⁺ mewakili logam dan ion logam dopan.

Lebih lanjut, transfer elektron (atau *hole*) antara ion logam dan TiO₂ dapat memodifikasi rekombinasi elektron-*hole* seperti berikut:



Level energi dari Mⁿ⁺ / M⁽ⁿ⁻¹⁾⁻ harus lebih negatif dari posisi pita konduksi TiO₂, sementara level energi Mⁿ⁺ / M⁽ⁿ⁺¹⁾⁺ harus lebih positif dari posisi pita valensi TiO₂. Untuk reaksi fotokatalitik, *carrier transfer* adalah sama penting dengan *carrier trapping*. Maka, ion logam haruslah di-*dope* dekat dengan permukaan dari partikel TiO₂ agar mendapatkan kemampuan transfer yang lebih

baik. Dalam kasus *doping* yang dalam, ion logam memiliki perilaku sebagai pusat rekombinasi (*recombination center*), karena transfer elektron/*hole* ke *interface* akan lebih sulit. Hal ini berarti aktivitas fotokatalitik menjadi amat berkurang karena terbentuknya pusat rekombinasi itu. Oleh sebab itu, ada kondisi optimum konsentrasi dari dopan ion logam, yaitu agar aktivitas fotokatalitik tidak menjadi semakin berkurang oleh karena peningkatan rekombinasi elektron-*hole* tersebut.

Dari 21 ion logam yang diteliti, ion Fe, Mo, Ru, Os, Re, V, dan Rh dapat meningkatkan aktivitas fotokatalitik, sementara dopan ion Co dan Al dapat menyebabkan efek yang buruk (Choi, 1994). Perbedaan efek dari ion logam adalah karena sesuai dengan kemampuan mereka untuk memerangkap dan mentransfer elektron/*holes*.

2.7.2.2.2. *Doping Anion*

Penggunaan dari dopan anion relatif lebih baru daripada dopan ion logam. Namun, keduanya memiliki fungsi yang sama, yaitu agar fotokatalis TiO₂ dapat berespon terhadap sinar tampak. Perbedaannya, tidak seperti ion logam, anion lebih jarang menimbulkan *recombination center* dan akibatnya akan lebih efektif dalam meningkatkan aktivitas fotokatalitik. Asahi et al. (Asahi, 2001) menunjukkan beberapa dopan pengganti seperti C, N, F, P, dan S untuk O dalam TiO₂ anatase. Ditemukan bahwa pencampuran *p states* dari N dengan *2p* dari O dapat menaikkan pita valensi untuk dapat memperkecil *band gap* dari TiO₂, sementara posisi dari pita konduksi tetap. Pada reaksi *water-splitting*, pita konduksi dari TiO₂ hanya sedikit di atas kemampuannya untuk mereduksi air menjadi H₂, maka seharusnya pita konduksi tidak bergeser.

Untuk dapat meningkatkan kemampuan fotokatalitik secara keseluruhan, cara-cara *doping* ion ini perlu untuk dikopling dengan teknologi lain, seperti pengisian logam mulia atau penambahan elektron donor (aditif kimia).

2.7.2.3. Semikonduktor Komposit

Komposisi semikonduktor (kopling) adalah metode lainnya agar dapat menggunakan sinar tampak untuk produksi hidrogen. Ketika semikonduktor dengan *band gap* yang besar dikopling dengan semikonduktor dengan *band gap*

yang kecil dan level pita konduksi yang lebih negatif, elektron di pita konduksi dapat diinjeksikan dari semikonduktor dengan *band gap* yang lebih kecil ke semikonduktor dengan *band gap* yang lebih besar. Dengan demikian, pemisahan elektron dengan *hole* yang lebar dapat dicapai.

Kopling semikonduktor yang berhasil untuk aplikasi produksi hidrogen adalah apabila berbagai kondisi berikut dapat dicapai:

1. Semikonduktor harus bebas dari fotokorosi
2. Semikonduktor dengan *band gap* yang lebih kecil harus bisa tereksitasi oleh sinar tampak
3. Pita konduksi dari semikonduktor dengan *band gap* yang lebih kecil harus lebih negatif daripada semikonduktor dengan *band gap* yang lebih besar.
4. Pita konduksi dari semikonduktor dengan *band gap* yang lebih besar harus lebih negatif daripada E_{H_2/H_2O} .
5. Injeksi elektron harus cepat dan juga efisien.

2.7.2.4. Implantasi Ion pada Logam

Implantasi ion pada logam dilaporkan merupakan metode yang efektif untuk modifikasi struktur elektronik pada semikonduktor agar dapat berespon terhadap sinar tampak (Yamashita, 2001; Anpo, 2001). Ketika TiO_2 dibombardir dengan ion logam transisi berenergi tinggi (digerakkan oleh voltase tinggi), ion berenergi tinggi ini terinjeksi masuk ke dalam *lattice* dan berinteraksi dengan TiO_2 . Proses ini memodifikasi struktur elektronik TiO_2 membuatnya berespon terhadap daerah sinar tampak (hingga panjang gelombang 600 nm). Saat ini, TiO_2 yang telah diimplantasi dipercaya sebagai fotokatalis yang paling efektif untuk dapat memanfaatkan energi dari sinar matahari dan disebut-sebut sebagai “fotokatalis generasi kedua”

Bila dibandingkan dengan metode *sensitization* lain yaitu kepada *dye sensitization* dan kopling semikonduktor, maka metode implantasi ini memiliki keunggulan, yaitu tidak diperlukannya mediator elektron ataupun *sacrificial agents* untuk memenuhi keberlanjutan reaksi. Walaupun belum ada produksi hidrogen dari proses *water-splitting* dari logam dengan implantasi ion, akan tetapi

perkembangan saat ini telah menunjukkan potensi reaksi fotokatalitik produksi hidrogen memanfaatkan sinar matahari yang efisien.

2.7.3. Usaha untuk Memperoleh Luas Permukaan Besar

Pada sistem katalitik heterogen, reaksi berlangsung atau sangat dekat dengan permukaan (*interface*) fluida-solid. Oleh sebab itu, luas permukaan memainkan peranan yang sangat penting dalam mendapatkan laju reaksi yang signifikan (Fogler, 1999). Demikian pula halnya dengan proses fotokatalitik heterogen. Semakin besar luas permukaan spesifik dari suatu fotokatalis, maka semakin banyak permukaan aktif yang dapat mempercepat/mengarahkan terjadinya reaksi, sehingga semakin tinggi laju reaksi, maka semakin efisien pula kinerja fotokatalisis yang dihasilkan. Berikut usaha-usaha yang dilakukan untuk mendapatkan luas permukaan TiO_2 yang besar, yaitu dengan memperkecil ukuran ke arah nanometer dan membentuk *nanotubes*.

2.7.3.1. Ukuran Nanomaterial

Nanomaterial menunjukkan segala material ataupun peralatan yang beroperasi pada ukuran nano. Dalam sistem metrik, “nano” sebanding dengan sepemiliyar sehingga satu nanometer sama dengan $1/1000000000$ meter. Nanoteknologi, yaitu ilmu yang mempelajari mengenai nanomaterial, merupakan wacana yang sedang diminati saat ini karena karakteristiknya yang mencakup seluruh cabang ilmu pengetahuan baik fisika, kimia, biologi ataupun farmasi. Selama beberapa tahun terakhir ini, nanoteknologi secara global telah berkembang pesat. Riset mengenai nanoteknologi telah berkembang lima kali lipat dari 1997 hingga 2002 (Research and Markets, 2003). Selain itu, pertumbuhan industri nanoteknologi diprediksi akan berkembang dari \$225 juta menjadi \$700 milyar dari tahun 2005 hingga tahun 2007 (Research and markets, 2005).

Penerapan nanoteknologi pada fotokatalis TiO_2 dapat meningkatkan sifat fotokatalitiknya secara signifikan. Dalam skala nano, tidak hanya luas permukaan partikel TiO_2 yang meningkat secara drastis tetapi dapat juga menunjukkan efek-efek lain pada sifat-sifat optik dan kuantum yang dapat meningkatkan kinerja material tersebut. Dengan semakin kecilnya ukuran partikel TiO_2 maka potensial

redoks akan semakin meningkat dan mengakibatkan laju reaksi fotokatalitik juga akan meningkat.

Untuk mendapatkan nanomaterial maka perlu dilakukan beberapa usaha. Salah satu hal yang perlu diperhatikan bahwa metode sintesis material yang digunakan sangat menentukan karakteristik material yang dihasilkan. Misalkan dengan menggunakan metode hidrosintesis maka dapat dihasilkan material dengan ukuran 1-10 nm. Disamping itu penambahan aditif seperti PEG juga dapat mengarahkan terbentuknya nano TiO₂ (Liu, et al, 2000).

2.7.3.2. Bentuk *Nanotubes*

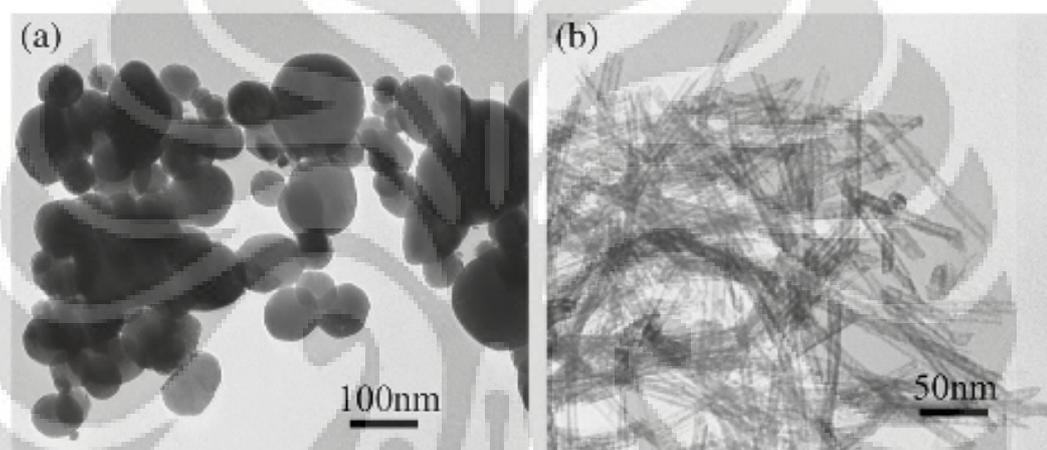
Bentuk-bentuk dari nanomaterial mulai berkembang seiring dengan perkembangan dari nanoteknologi itu sendiri. Istilah bentuk-bentuk, seperti *nanotubes* atau nanofiber, mulai populer sejak ditemukannya nanokarbon. Dari semua bentuk nanokarbon yang dihasilkan, karbon *nanotubes* adalah nanokarbon yang paling banyak dikaji dan dikembangkan karena strukturnya dan sifat fisiknya yang unik, serta mempunyai nilai tambah yang tinggi karena dapat digunakan sebagai penyimpan hidrogen, *nanoscale transistor*, *flat-panel display*, superkapasitor, *nanoprobes* dan sensor (Daenan et al, 2003), dan katalis (Zhang et al, 2003).

Lebih lanjut, dari penemuan terhadap karbon *nanotubes* kemudian memancing penelitian yang dalam terhadap struktur nano 1 dimensi, seperti *nanotubes*, nanorod, nanowire, dan nanobelt. *Nanotubes* berbasis, atau seringkali disebut titania *nanotubes* (TNT) dengan keunggulan (1) luas permukaan spesifik yang tinggi, (2) kemampuan menukar ion, dan (3) kemampuan fotokatalisis menjadikannya diperhitungkan untuk banyak aplikasi (Ou, Lo, 2007). Pengaturan bentuk menjadi *nanotubes*, dalam preparasinya, jauh lebih sulit untuk dilakukan daripada pengaturan ukuran nanometer yang relatif lebih mudah untuk dilakukan. (Yuan, Su, 2004).

Dari penelitian-penelitian yang telah dilakukan sebelumnya ada beberapa metode dalam membuat titania *nanotubes*, ada metode menggunakan *template* (Hoyer, 1996), metode sol-gel (Kasuga et al, 1998), metode elektrokimia oksidasi anodik (Gong et al, 2001), dan hydrothermal *treatment* (Kasuga et al, 1999; Tsai,

2006). Dari kesemua metode tersebut, *hydrothermal treatment* lebih disukai oleh karena (1) pengerjaannya sederhana untuk memperoleh *nanotubes*, (2) dapat dibuat berupa serbuk (untuk aplikasi ini), (3) dapat dilakukan berbagai modifikasi dalam proses untuk mencapai karakteristik *nanotubes* yang diinginkan (Ou, Lo, 2007).

Berikut dapat dilihat pada gambar 2.9, hasil karakterisasi TEM (*Transmitting Electron Microscopy*) pada penelitian yang dikerjakan oleh Wang et al. (Wang et al, 2008), yang membuat TNT dari serbuk Ti menggunakan *hydrothermal treatment*.



Gambar 2. 9 Contoh Hasil TEM *Nanotubes*: (a) Serbuk Ti Prekursor, (b) Anatase TiO_2 *Nanotubes* yang Telah Disintesis (Wang et al, 2008)

Gambar 2.9b menunjukkan bentuk TiO_2 *nanotubes* setelah melalui tahapan-tahapan sintesis menggunakan *hydrothermal treatment*. TiO_2 *nanotubes* anatase yang terbentuk seragam, dengan ukuran diameter dalam 3-4 nm dan diameter luar sekitar 9-10 nm.

2.8. *Hydrothermal Treatment*

Proses *hydrothermal treatment* dilakukan dengan menggunakan suatu alat yang bernama *autoclave*. *Autoclave* ialah alat bertekanan yang didesain untuk memanaskan larutan cair di atas titik didih dengan tujuan utama untuk sterilisasi. Alat ini ditemukan oleh Charles Chamberland di tahun 1879. Kata *autoclave* juga digunakan untuk mendeskripsikan mesin di industri yang menggunakan

peningkatan temperatur dan tekanan dalam mengolah suatu material (Wikipedia, 2008).

Konsep dari kinerja *autoclave* ialah sebagai berikut, pada kondisi standar (tekanan standar), air tidak dapat dipanaskan diatas suhu 100°C pada wadah terbuka. Pemanasan lebih lanjut akan menyebabkannya mendidih, tetapi tidak akan meningkatkan temperatur dari air tersebut. Akan tetapi, bila air dipanaskan dalam *autoclave*, sangat mungkin memanaskan air pada temperatur yang lebih tinggi. Ketika dilangsungkannya pemanasan dalam alat, tekanan meningkat oleh karena volume yang konstan sesuai dengan hukum gas ideal. Titik didih dari air juga meningkat oleh karena energi yang dibutuhkan untuk membentuk uap air pada suhu yang lebih tinggi menjadi naik (Wikipedia, 2008).

Hydrothermal treatment merupakan usaha yang dilakukan untuk membuat suatu substansi menjadi kristal dari larutan fasa cair pada suhu tinggi dan tekanan yang tinggi. Pertumbuhan kristal dilangsungkan dalam *autoclave* dengan ditambahkan juga semacam *nutrient* dan air. Perbedaan temperatur dijaga pada ujung dari tempat untuk tumbuh kristal, sehingga bagian yang lebih panas dapat melarutkan *nutrient*, dan bagian yang lebih dingin menyebabkan kristal dapat bertumbuh (Wikipedia, 2008).

Keuntungan dari penggunaan metode *hydrothermal* dibandingkan dengan metode lain untuk pertumbuhan kristal meliputi juga kemampuan untuk membentuk fasa *crystallite* yang tidak stabil pada titik lebur. Juga, material yang mempunyai tekanan uap yang tinggi mendekati titik leburnya dapat ditumbuhkan dengan metode *hydrothermal*. Kelemahan dari metode ini ialah mahalnya *autoclave*, kebutuhan akan kualitas *seeds* (yang bertumbuh menjadi kristal) yang tinggi, dan mustahilnya untuk mengamati pertumbuhan kristal (O'Donoghue, 1983).

Dalam pembentukan titania *nanotubes* dengan menggunakan *hydrothermal treatment*, setidaknya-tidaknya tiap urutan metode yang dilakukan hampir sama dari yang pertama kali dilaporkan oleh Kasuga (Kasuga et al, 1999), yaitu seperti berikut:

1. Memasukkan prekursor berupa TiO_2 serbuk (biasanya digunakan P-25 Degussa) ke dalam larutan NaOH.

2. Larutan tersebut dimasukkan dalam *autoclave* dan dilangsungkan proses *hydrothermal* pada suhu konstan berkisar antara 110°C - 140°C selama 24 jam.
3. Produk kemudian diseparasi dengan sentrifugasi, dan dilakukan pencucian dengan HCl dan air
4. Setelah itu kemudian dilakukan pengeringan hingga didapat hasil akhir berupa serbuk.

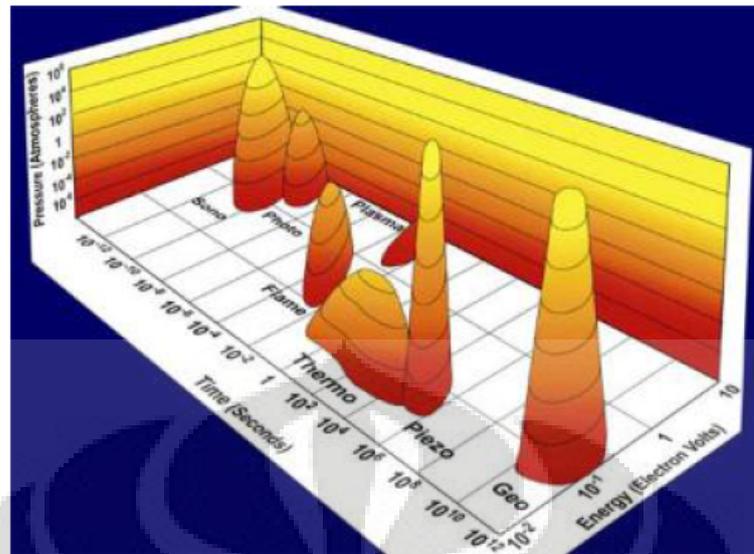
2.9. Metode Perlakuan Ultrasonikasi

Dalam reaksi kimia, panas dan cahaya memberikan masukan energi bagi reaksi. Begitu pula dengan energi suara, juga dapat memberikan efek bagi reaksi kimia. Suara merambat melalui gelombang mekanik. Frekuensi gelombang yang masih dapat didengar oleh telinga kita adalah antara 1 Hz hingga 16 kHz. Gelombang suara yang frekuensinya di atas 16 kHz, disebut dengan ultrasonik. Suara memiliki energi yang dapat diaplikasikan pada sistem kimia. Energi pada gelombang dapat dirumuskan sebagai berikut (Chang, 1994):

$$E = 2 \pi^2 f^2 A^2 \mu vt \quad (2.31)$$

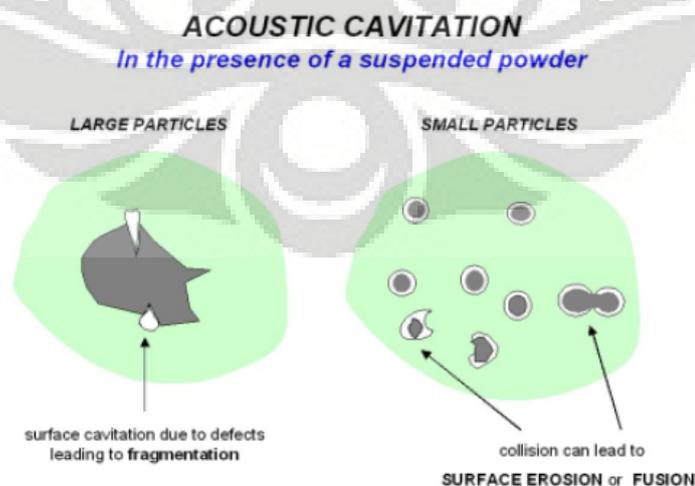
dengan: E = Energi gelombang
 f = Frekuensi gelombang
 A = Amplitudo gelombang
 μ = Mass per satuan panjang dan medium yang dilewati
 v = Cepat rambat gelombang
 t = Waktu yang diperlukan untuk merambat

Iradiasi ultrasonik (sonokimia) berbeda dari sumber energi yang lainnya seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.10. Ultrasonik mempunyai keunikan dan keunggulan tersendiri, yaitu memiliki energi yang cukup tinggi yang dapat diberikan kepada zat lain dalam waktu yang singkat.



Gambar 2. 10 Interaksi Energi dan Bahan (Suslick, 2007)

Efek ultrasonik tidak ditimbulkan langsung oleh gelombang suara, namun oleh karena konsekuensi dari kavitasi akustik. Kavitasi akustik adalah pembentukan, pengembangan, dan pemecahan gelembung di dalam *liquid* yang disebabkan oleh gelombang suara. Kavitasi akustik dapat memecah partikel padatan menjadi lebih kecil. Hal ini terjadi akibat ketidaksempurnaan permukaan partikel yang berperan sebagai inti bagi pembentukan gelembung kavitasi pada permukaan yang selanjutnya saat pecah menjadi gelombang kejut yang dapat memecah partikel menjadi lebih kecil, seperti yang terlihat pada gambar 2.12 di bawah ini.



Gambar 2. 11 Kavitasi Akustik pada Cairan yang Mengandung Padatan (Mason, 2008)

2.10. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi katalis bertujuan untuk mengetahui data-data spesifik katalis. Data-data ini digunakan untuk menganalisa karakteristik TiO₂ yang telah disintesis. Karakterisasi katalis yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD, SEM/EDS dan DRS. Karakterisasi ini dilakukan dengan tujuan untuk menghitung ukuran pori katalis dan luas permukaannya, menentukan struktur, komposisi dan ukuran kristal katalis, analisis morfologi, ukuran partikel, dan untuk mengetahui daya absorpsi katalis terhadap sinar terang dan menghitung energi band gap fotokatalis.

2.10.1. Karakterisasi XRD (*X-ray Diffraction*)

Tujuan dari karakterisasi XRD adalah untuk menganalisa struktur kristal, menentukan rasio fasa *anatase* dan *rutile* serta ukuran partikel setiap fasa tersebut. Prinsip kerja dari XRD adalah difraksi sinar X berdasarkan difraksi yang disebabkan oleh adanya hubungan fasa tertentu antara 2 gerak gelombang atau lebih sehingga paduan gelombang tersebut saling menguatkan. Atom-atom dalam zat padat dapat menghamburkan sinar X. Ketika sinar X jatuh pada kristal maka akan terjadi hamburan ke segala arah. Hamburan sinar X ini bersifat koheren sehingga saling menguatkan atau saling melemahkan.

Menurut *Bragg*, di dalam kristal terdapat atom-atom yang dapat dipandang sebagai unsur yang dapat membentuk susunan bidang datar. Masing-masing bidang datar memiliki jarak karakteristik antara bidang-bidang komponennya yang disebut bidang Bragg.

Data yang diperoleh dari karakterisasi XRD adalah harga intensitas dan panjang celah pada sudut 2θ tertentu.

Menurut Hukum Bragg (Buhrke, 1998),

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.32)$$

dengan:

- λ = panjang gelombang berkas sinar X yang tergantung dari tabung anoda dari generator penghasil sinar X yang digunakan
 n = bilangan bulat yang menyatakan fasa pada fraksi menghasilkan terang.
 D = lebar celah
 θ = sudut difraksi (sudut pengukuran dalam derajat)

Setiap unsur atau senyawa memiliki harga lebar celah (d) dan intensitas yang berbeda dan spesifik. Berdasarkan sifat tersebut, XRD dapat dipakai untuk menguji suatu zat secara kualitatif untuk mengetahui struktur dari film katalis TiO_2 dengan mencocokkan pola intensitas sampel dengan pola intensitas standar yang ada.

Persentase fasa *rutile* pada sampel dapat diestimasi dari intensitas peak hasil XRD dengan persamaan (Suryanarayana, 1998):

$$X = \left(1 + \frac{0.8I_A}{I_R} \right)^{-1} \quad (2.33)$$

dengan:

- X = fraksi berat *rutile* dalam serbuk katalis
 I_A dan I_R = intensitas X-ray dari puncak *anatase* dan *rutile* (a.u.)

Sedangkan ukuran kristal dapat ditentukan dari persamaan Scherrer (Gunlazuardi, 1984):

$$L = \frac{0.9\lambda}{(\beta \cos \theta)} \quad (2.34)$$

dengan:

- L = ukuran kristal
 λ = panjang gelombang radiasi sinar X-ray yang digunakan
 β = lebar dari setengah puncak gelombang tertinggi
 θ = sudut puncak

2.10.2. Karakterisasi DRS (Diffuse Reflectance Spectroscopy)

Bahan semikonduktor yang digunakan dalam proses fotokatalitik memiliki 2 celah pita utama yaitu pita konduksi dan pita valensi. Pita yang lebih rendah

yaitu pita valensi mempunyai tingkat energi yang diisi oleh elektron yang dipisahkan dengan energi E_B dengan pita kedua di atasnya. Pita kedua ini kosong dan berada pada tingkat energi yang lebih tinggi yang disebut pita konduksi karena elektron pada pita ini bebas bergerak dan berpindah dengan bantuan elektrik yaitu konduksi. Diantara kedua pita tersebut terdapat celah energi kosong (*void energy region*) yang disebut celah pita atau *band gap* yang tidak menyediakan level-level energi untuk mempromosikan rekombinasi elektron dan *hole* yang diproduksi oleh suatu fotoaktivasi dalam bahan semikonduktor.

Penentuan nilai energi celah fotokatalis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer tipe CARY 2415 UV/vis NIR Spectrophotometer yang dilengkapi dengan sphere yang terintegrasi dengan menggunakan persamaan berikut (Dellanay, 1984):

$$F / (R) = K/S = (1-R)^2 / 2R \quad (2.35)$$

dengan:

- F / (R) = faktor kubelka-Munk
 K = koefisien absorpsi
 S = koefisien scattering
 R = nilai reflektan yang diukur

Nilai F mempunyai hubungan dengan energi foton melalui persamaan:

$$F/(R) = A (h\nu - E_g)^{m/2} \quad (2.36)$$

dengan:

- A = konstanta proporsional
 E_g = energy gap (energi celah)
 m = 1 (untuk transisi langsung yang diperbolehkan)

Dengan membuat plot antara $F/(R)$ terhadap $h\nu$ dan ekstrapolasi daerah liniernya, maka dapat ditentukan nilai $h\nu$ pada $F(R) = 0$ yang merupakan nilai energi celah dari spasi pengabsorpsi.

2.10.3. Karakterisasi SEM

Karakteristik SEM ini berguna untuk mengetahui struktur permukaan (morfologi), porositas serta ketebalan suatu spesimen. Prinsip dasar proses ini

adalah dengan menembakkan elektron ke permukaan spesimen yang ingin dianalisis. Penembakan elektron tersebut menghasilkan sinyal berupa transmisi elektron yang akan memberikan kondisi gambar dari daerah spesimen yang ditembakkan.

Bentuk transmisi elektron tersebut ada yang menyebar sehingga mampu menampilkan gambar yang terang. Ada juga transmisi elektron yang penyebarannya tidak elastis (elektron difraksi) sehingga menghasilkan gambar yang gelap. Untuk transmisi elektron yang penyebarannya tidak elastis masih dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan gambar dengan menggunakan alat tambahan berupa *electron spectrometer* yang digunakan untuk membuat gambaran energi dan spektra elektron. Prinsip kerja dari TEM/SEM hingga menghasilkan gambar dapat dijelaskan sebagai berikut:

1. Elektron ditembakkan dengan kecepatan dibawah 100 kV difokuskan pada spesimen dengan menggunakan dua lensa kondensasi dan lensa objektif.
2. Hasil tembakan tersebut kemudian dipindai dengan menggunakan dua kawat *scanning* dan transmisi elektron, lalu kemudian direkam dengan menggunakan dua rekorder yang terpisah dengan masing-masing rekorder memiliki fungsi sebagai berikut:
 - Rekorder utama mengumpulkan transmittan yang menyebar dan transmittan yang penyebarannya tidak elastis pada sudut rendah.
 - Rekorder kedua merupakan rekorder *annular* yang berfungsi untuk melewatkan elektron yang tidak menyebar dan mengumpulkan elektron difraksi.
3. Gambar secara simultan akan terbentuk dari masing-masing posisi penembakan pada spesimen berdasarkan transmittan elektron yang direkam masing-masing rekorder dan sesuai dengan kawat scanning pada kolom. Gambar tersebut selanjutnya ditampilkan pada dua tabung perekam *cathode-ray*.
4. Setelah gambar terbentuk, kemudian penjelasan gambar akan diberikan oleh CRT *screen area* terhadap area yang dipindai jika terdapat spesimen didalamnya.

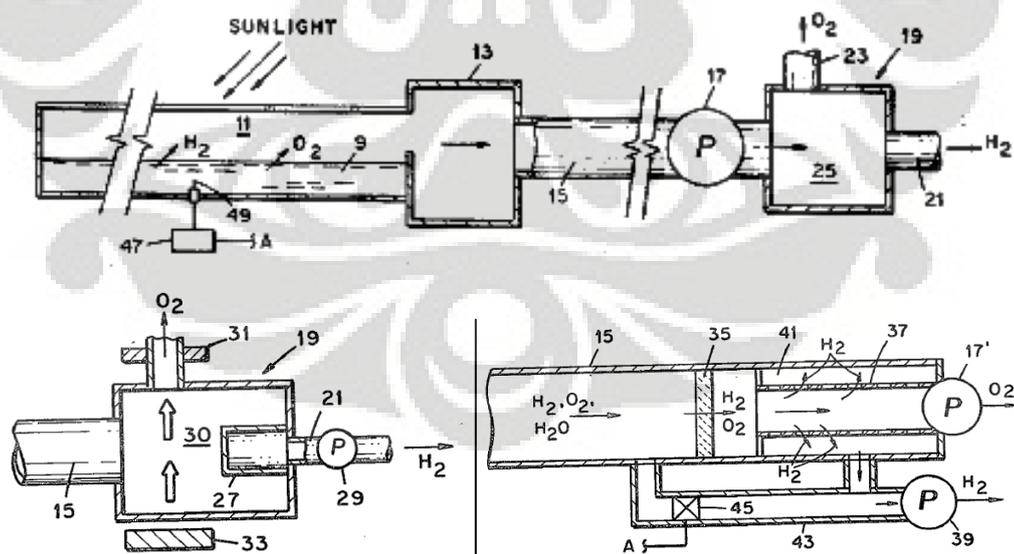
2.11. Resume Penelusuran Paten

Dari penelusuran beberapa paten dapat ditemukan beberapa paten terkait sebagai berikut:

1. Paten yang berhubungan dengan proses *water-splitting*

Penemuan ini ialah proses yang telah diperbaharui untuk memproduksi gas hidrogen dan oksigen dari air. Proses dilakukan dalam reactor fotolitik yang mengandung suspensi cair dan katalis yang aktif dalam melepaskan hidrogen. Reaktor ini juga mencakup volume untuk mendapatkan gas hidrogen dan oksigen dari fasa cair. Untuk menghindari deaktivasi katalis oleh oksigen, reaktor juga dihubungkan dengan pompa eksternal yang dapat mensirkulasi gas tetapi juga dapat *re-cover* hidrogen yang terbentuk. Pompa yang digunakan juga dipakai untuk mendinginkan reaktor dengan menguapkan air dari fasa cair. Dalam *recovery* digunakan membran semipermeabel yang telah dipanaskan, yang ditambahkan pula dengan perbedaan medan magnet yang menjauhkan oksigen daripada membrane yang telah dipanaskan. Cara ini dapat menghasilkan separasi, mengurangi reaksi balik hidrogen dan oksigen, dan juga melindungi membran.

Gambar alat:



Gambar 2. 12 Reaktor Water Splitting (Greenbaum, 1984)

Keterangan dari Gambar 2.13:

Gambar paling atas, menunjukkan alat secara keseluruhan.

Gambar bawah sebelah kiri menunjukkan gambar yang lebih detail dalam pemisahan gas.

Gambar bawah sebelah kanan menunjukkan alternatif dalam memproses gas dari aliran 15.

2. Paten yang berhubungan dengan TiO₂ Dopan Nitrogen

Titanium dioksida yang telah ditambahkan dopan nitrogen dapat menghasilkan fotokatalis TiO₂ yang berespon terhadap sinar tampak, yang merupakan komponen utama dari matahari. Sementara dari proses yang dilakukan untuk mendoping nitrogen diperlukan perlakuan panas yang menurunkan aktivitas dari fotokatalisis, maka sulit didapatkan fotokatalis yang memiliki kinerja yang efisien di bawah pencahayaan sinar matahari. Substansi komposit titania, yang mengandung ligan organik berkoordinasi dengan titania yang berlapis-lapis dan membentuk suatu struktur yang berlapis. Substansi ini kemudian dibenamkan ke dalam larutan amoniak untuk mensubstitusi ligan organik diantara lapisan-lapisan dengan grup hidroksil lewat reaksi pertukaran ligan, dan dalam waktu yang bersamaan, untuk memperkenalkan ammonium ke dalam lapisan antara pada titania yang memiliki struktur berlapis. Komposit titania dan amonium yang dihasilkan dipanaskan pada temperatur 400°C atau lebih tinggi pada temperatur yang mana juga tidak bertransformasi menjadi fasa rutil. Pendopingan nitrogen ke dalam titania dilakukan dengan dekomposisi termal dari amonium dan juga titania terkristalisasi menjadi fasa anatase.

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian Umum

Adapun penelitian yang akan dilaksanakan diawali dengan sintesis fotokatalis yang akan diikuti dengan karakterisasi fotokatalis yang terbentuk lalu uji kinerja fotokatalis. Tahapan penelitian dimulai dengan mensintesis fotokatalis dari prekursor TiO_2 degussa P25 sehingga terbentuk fotokatalis yang sudah dimodifikasi yaitu Pt-N- TiO_2 nanotube. Tahapan selanjutnya adalah melakukan karakterisasi XRD, DRS dan SEM untuk melihat sifat fisik dari fotokatalis yang sudah disintesis. Setelah itu, dilakukan uji produktivitas fotokatalis dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air. Adapun rincian aktivitas penelitian yang akan dilakukan akan dijelaskan pada subbab berikutnya.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Peralatan Penelitian

3.2.1.1 Peralatan Sintesis Fotokatalis

- Beaker glass 250 ml, 500 ml dan 100 ml
- Gelas ukur
- Corong
- Spatula
- Pipet tetes
- Alat sentrifugal
- Autoclave
- Sonikator

3.2.1.2. Peralatan Karakterisasi Fotokatalis

- Autosorb 6 Quantachroma Corp.
- XRD Philips PW 1710 Diffractometer
- UV-Vis Spectrofotometer.

3.2.1.3. Peralatan Uji Kinerja Fotokatalis dan Analisa Produk

- Reaktor Quartz
- Lampu Visible Light
- Lampu UV
- Gas Kromatograf
- Tabung Argon

3.2.2. Bahan Penelitian

3.2.2.1. Bahan Sintesis Fotokatalis

- TiO₂ P-25 Degussa 20 gram
- Bubuk NaOH 200 gram
- Air demineralisasi
- Larutan NH₃ 0,5M
- Garam H₂PtCl₆.6H₂O
- HCl 0,2 M
- Metanol

3.2.2.2. Bahan Uji Kinerja Fotokatalis

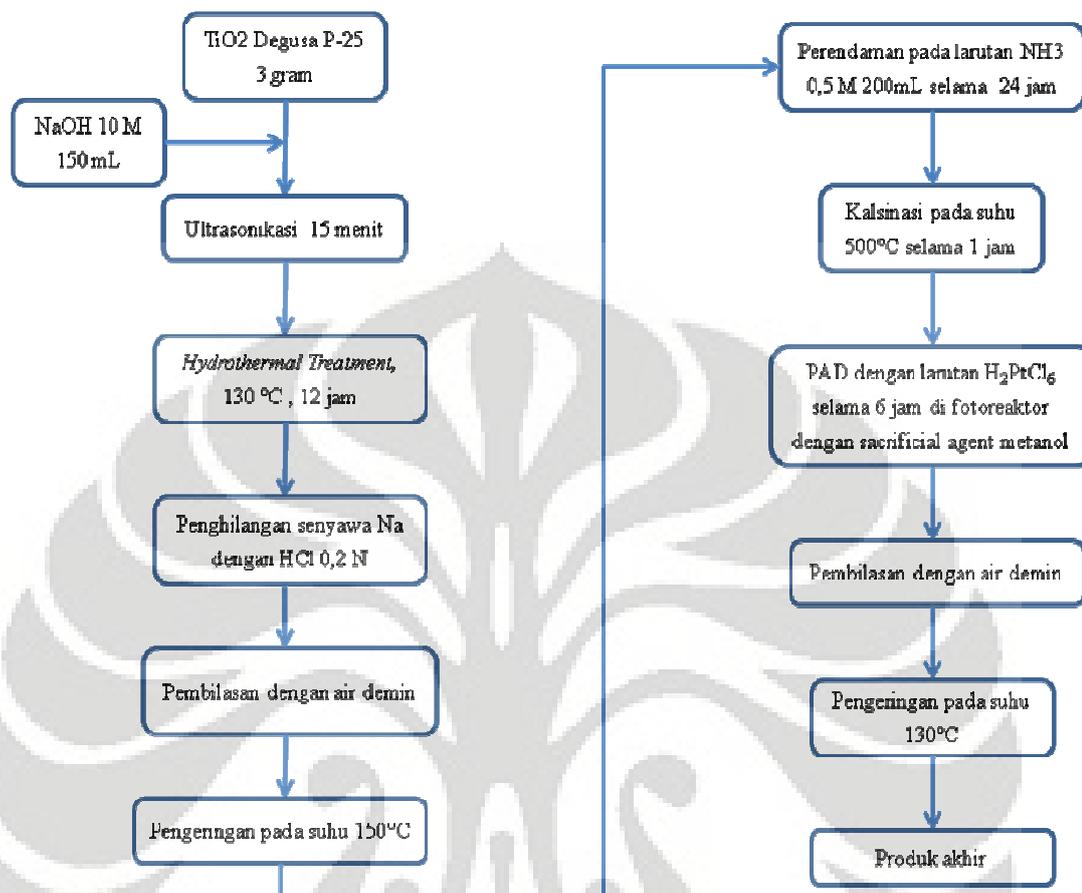
- Air distilasi
- Gliserol
- TiO₂ Degussa P-25

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Sintesis Fotokatalis

Kegiatan yang dilakukan pada tahap sintesis katalis terdiri dari 3 aspek utama, yaitu ultrasonikasi, *hydrothermal treatment*, serta *post hydrothermal treatment*. Ultrasonikasi dilakukan untuk memberikan energi tambahan kepada katalis yang akan diolah pada tahap *hydrothermal treatment*, sehingga laju pembentukan fotokatalis TiO₂ *nanotube* dapat ditingkatkan, sedangkan *post hydrothermal treatment* pada suhu rendah dilakukan untuk mendapatkan fasa kristalin pada fotokatalis TiO₂ *nanotube*, serta didapatkan luas permukaan pori

yang optimal. Adapun skema tahapan sintesis fotokatalis dapat dilihat pada gambar 3.1.

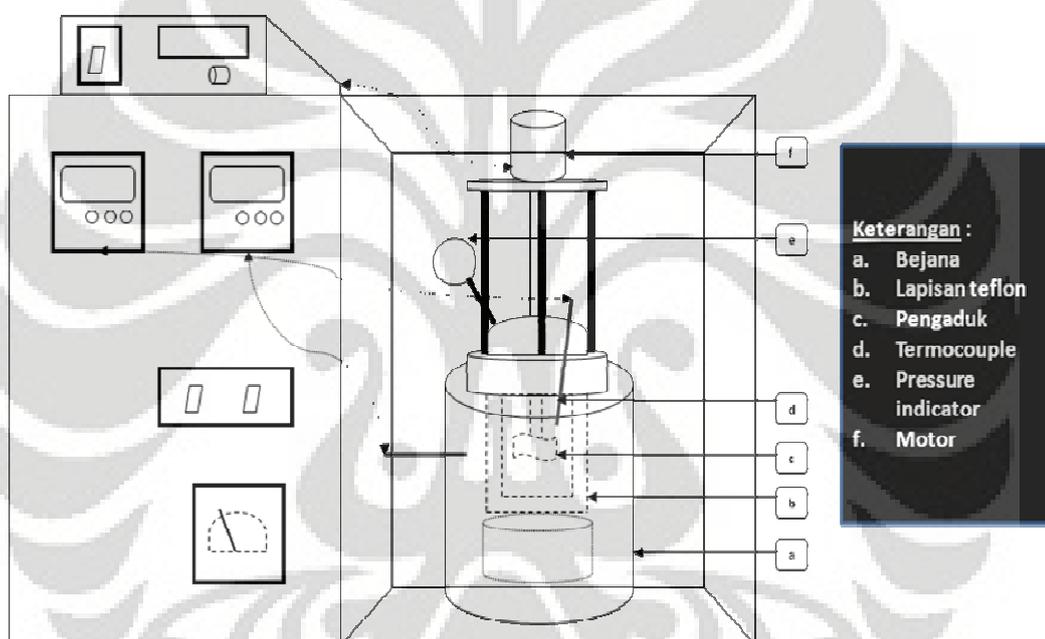


Gambar 3.1 Diagram Alir Tahap Sintesis Fotokatalis

Penjelasan dari gambar 3.1 adalah sebagai berikut:

1. 3 gram TiO_2 P-25 Degussa dicampur dengan larutan NaOH 10M sebanyak 150 ml dan diaduk rata.
2. Campuran disonikasi dengan *ultrasonic processor* selama 15 menit
3. Campuran yang telah mengalami sonikasi kemudian ditempatkan dalam bejana Teflon dan dimasukkan ke dalam *autoclave* untuk melangsungkan perlakuan hidrotermal pada suhu 130°C selama 12 jam (gambar *autoclave* dapat dilihat pada gambar 3.2 di bawah)
4. Sampel yang dihasilkan yang berupa *slurry* kemudian dicuci dengan larutan HCl 0.2M volume secukupnya hingga pH berkisar di angka 2.
5. Endapan dipisah dan dibilas dengan air demin hingga pH air demin
6. Endapan yang telah dibilas direndam pada larutan NH_3 0,5M selama 24 jam.

7. Selesai direndam, N-TiO₂ *nanotubes* dikalsinasi pada suhu 500°C.
8. Selesai dikalsinasi, fotokatalis N-TiO₂ didopan dengan logam Pt dengan metode *Photo-Assisted Deposition* (PAD). Metode ini dilaksanakan dengan mencampur fotokatalis N-TiO₂ dengan larutan H₂PtCl₆ dengan perbandingan Pt 1% berat fotokatalis serta penambahan *sacrificial agent* metanol sebanyak 10% volume larutan, lalu diikuti dengan radiasi sinar UV A dalam fotoreaktor selama 6 jam serta pengeringan dengan pada suhu 130°C
9. Selesai dikeringkan, fotokatalis yang telah dibentuk dihaluskan dan menjadi produk akhir Pt/N-TiO₂ *nanotube* yang siap diuji.



Gambar 3. 2 Skema Alat *Autoclave* untuk Proses *Hydrothermal* TiO₂

Autoclave yang digunakan terdiri dari bejana teflon yang akan beroperasi di dalam pemanas dan ditutup dengan penutup yang terhubung dengan pengaduk dan *pressure indicator*. Saat beroperasi, bejana *autoclave* dimasukkan dengan *termocouple* yang dihubungkan dengan *temperature controller* dan *temperature indicator*. Selain itu, pengaduk juga dihubungkan dengan motor untuk mengatur kecepatan pengadukan.

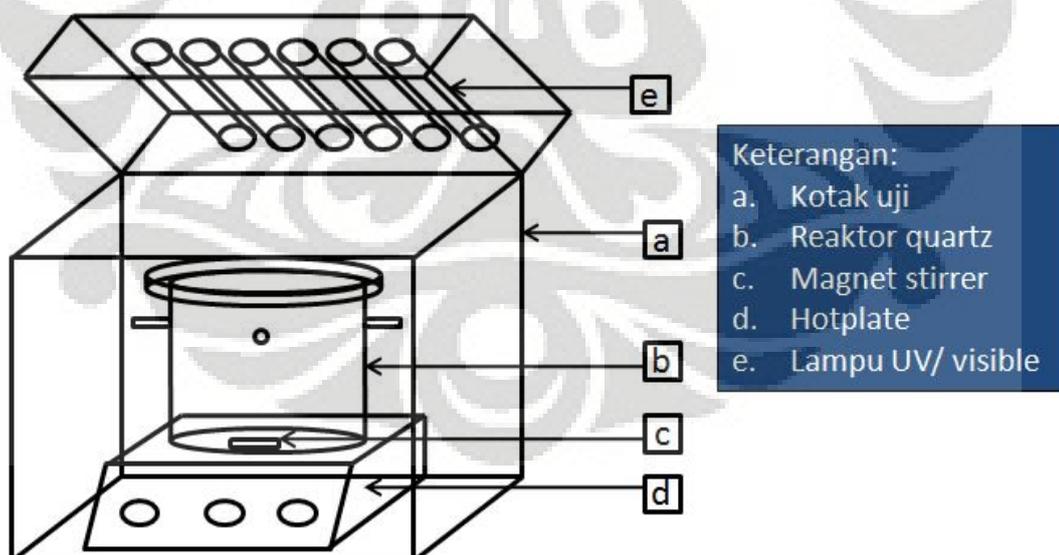
3.3.2. Karakterisasi Fotokatalis

Tahapan ini bertujuan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari material yang telah dipreparasi. Data hasil karakterisasi katalis dapat digunakan sebagai parameter keberhasilan sintesis fotokatalis dan sebagai bahan optimasi fotokatalis. Karakterisasi yang dilakukan terdiri dari:

- XRD untuk menentukan struktur dan komposisi kristal katalis
- SEM/ EDS untuk analisis morfologi permukaan katalis dan ukuran partikel serta komposisi dopan dalam fotokatalis
- DRS untuk mengetahui daya absorpsi katalis terhadap sinar dan menghitung *energi band* fotokatalis

3.3.3. Uji Kinerja Fotokatalis

Reaktor yang akan digunakan terdiri dari reaktor quartz yang dilengkapi dengan magnet stirrer dan *hotplate*. Reaktor berada di dalam kotak uji yang dilengkapi dengan fitting lampu yang merupakan tempat penyangga lampu yang digunakan sebagai sumber foton, baik lampu UV ataupun lampu sinar tampak (sesuai kebutuhan). Gambar reaktor dan kotak uji dapat dilihat pada gambar 3.3 berikut.



Gambar 3.3 Reaktor Quartz Serta Kotak Uji untuk Pengujian Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air secara Fotokatalitik

Sebelum dilakukan pengujian produksi hidrogen, akan dilakukan terlebih dahulu *purging* pada udara dalam kotak uji agar oksigen yang terkandung pada sistem uji hilang. *Purging* dilakukan dengan mensirkulasikan gas Argon dengan tekanan 35 Torr. Adapun tujuan dilakukan *purging* adalah membuang gas oksigen agar tidak terjadi reaksi balik antara O_2 dan H_2 yang terbentuk. Setelah itu, lampu sinar tampak dinyalakan sehingga aktifitas fotokatalisis dimulai. Lamanya waktu reaksi adalah 5 jam.

Pengukuran konsentrasi hidrogen dilakukan dengan menggunakan *Gas Chromatograph Thermal Conductivity Detector* (GC TCD) secara *offline*. Sampel gas diambil setiap selang waktu 1 jam dengan menggunakan syringe lalu komposisi tersebut dianalisa dengan *Gas Chromatograph*.

3.4. Variabel Penelitian

Adapun variabel yang terkait pada penelitian ini adalah adalah:

- Konsentrasi gliserol dalam sistem campuran gliserol dan air dengan besar persentase gliserol 10%, 15%, dan 20%. Adapun variabel terikat dari variasi konsentrasi gliserol ini adalah jumlah mol hidrogen yang terbentuk.
- Variasi bentuk fotokatalis TiO_2 , dengan membandingkan bentuk *nanotube* yang dibentuk dengan metode *hydrothermal* dengan fotokatalis TiO_2 degussa P25 yang berupa nanopartikel. Adapun variabel terikat dari variasi ini adalah jumlah mol hidrogen yang terbentuk
- Variasi pemberian dopan dalam fotokatalis, yaitu dopan nitrogen dan dopan platina. adapun variabel terikat dari variasi ini adalah panjang gelombang absorbansi serta jumlah mol hidrogen yang terbentuk.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dan pembahasan dalam penelitian ini diulas dalam empat subbab. Setiap subbab akan memberikan hasil pengolahan data-data pengujian produksi hidrogen untuk satu variasi. Penyajian hasil ditampilkan dalam bentuk grafik kartesian, dengan jumlah mol hidrogen yang terproduksi diwakili sumbu Y dan lamanya waktu pengujian diwakili oleh sumbu X.

Dalam suatu perbandingan, selain variabel yang diamati, semua variabel-variabel yang berpengaruh dalam sistem dibuat sama atau konstan. Berikut adalah Kode penamaan untuk setiap perbandingan yang dilakukan:

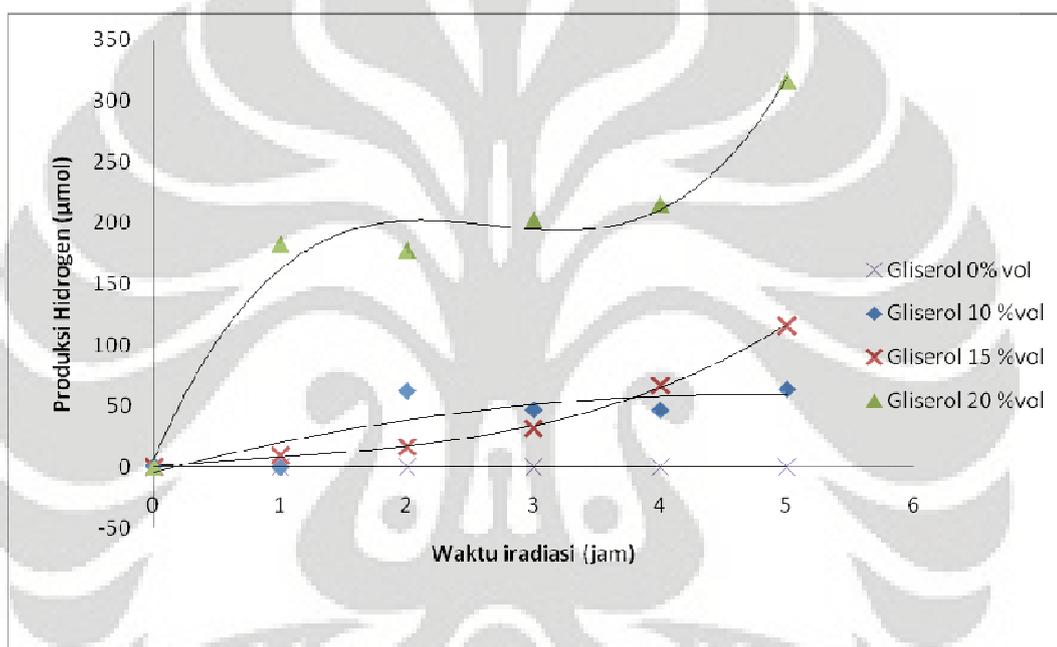
- TiO₂ P-25: fotokatalis TiO₂ Degussa P-25
- Gliserol 10%: variasi konsentrasi gliserol 10% volume
- Gliserol 15%: variasi konsentrasi gliserol 15% volume
- Gliserol 20%: variasi konsentrasi gliserol 20% volume
- TNT: fotokatalis TiO₂ nanotube
- N-TNT: fotokatalis N-TiO₂ nanotube
- Pt-N-TiO₂: fotokatalis Pt-N-TiO₂ nanotube
- Pt-N-TiO₂ UV: fotokatalis Pt-N TiOs dengan iradiasi sinar UV
- Pt-N-TiO₂ Vis: fotokatalis Pt-N-TiO₂ dengan iradiasi sinar tampak

4.1. Uji Blanko

Uji blanko dilakukan dengan menguji aktivitas fotokatalis TiO₂ degussa P25 dalam memproduksi hidrogen dengan menggunakan air saja. Volume air yang digunakan adalah 500 mL, massa fotokatalis yang digunakan sebanyak 0,5 gram dan sumber energi foton adalah sinar UV-A. Hasil uji blanko akan dibandingkan dengan jumlah hidrogen yang terproduksi pada variasi konsentrasi gliserol. Dalam perbandingan tersebut, uji blanko dapat disamakan dengan variasi konsentrasi gliserol 0% volume.

4.2. Pengaruh Konsentrasi Gliserol

Pengaruh konsentrasi gliserol diamati dari hasil pengujian produksi hidrogen dengan variasi konsentrasi gliserol dalam campuran air-gliserol sebesar 10%, 15% dan 20% volume. Volume campuran untuk setiap variasi adalah 500 mL dan katalis yang digunakan adalah 0,5 gram serta iradiasi menggunakan sinar UV-A. Pengujian ini menggunakan fotokatalis TiO₂ Degussa P-25 yang beredar di pasaran. Fotokatalis ini digunakan untuk mengetahui produktivitas TiO₂ Degussa P-25 dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air. Adapun hasil pengujian dapat dilihat pada gambar 4.1 berikut.



Gambar 4.1 Pengaruh Konsentrasi Gliserol dalam Campuran Terhadap Produksi Hidrogen (Vcampuran = 500 mL, Katalis = 0,5 gram TiO₂ P25, Sumber Foton: UV-A)

Berdasarkan gambar 4.1, dapat dilihat bahwa konsentrasi gliserol yang paling baik digunakan dalam produksi hidrogen adalah konsentrasi gliserol 20% volume. Kemudian disusul oleh konsentrasi gliserol 15% volume dan konsentrasi gliserol 10% volume. Setelah 5 jam reaksi, masing-masing konsentrasi dapat memproduksi hidrogen hingga 317 µmol, 116 µmol dan 64µmol. Dapat disimpulkan untuk rentang konsentrasi gliserol hingga 20% volume, jumlah hidrogen yang terbentuk sebanding dengan jumlah gliserol yang dicampur dalam reaktan.

Perlu diperhatikan bahwa terdapat kejanggalan dalam trend data produksi hidrogen untuk variasi konsentrasi gliserol 20%v, karena produksi hidrogen pada jam ke-2 turun. Hal ini disebabkan oleh kesalahan teknis yang tidak dapat dikendalikan saat percobaan, seperti kemungkinan posisi *syringe* yang salah dalam mengambil sampel gas, sehingga terjadi kebocoran pada reaktor. Namun secara keseluruhan, tren data memperlihatkan bahwa produksi hidrogen setiap jam terus meningkat.

Dari gambar tersebut, dapat dilihat pula bahwa untuk reaksi *water splitting* tanpa menggunakan *sacrificial agent* (konsentrasi gliserol 0%), tidak terbentuk hidrogen sama sekali. Hal ini disebabkan oleh terjadinya rekombinasi di permukaan fotokatalis antara elektron dan *hole* yang telah tereksitasi oleh energi foton.

Menurut Abe et al (2003), reaksi pembentukan hidrogen dengan TiO_2 dari air tanpa menggunakan *sacrificial agent* tidak dapat memisahkan air menjadi H_2 dan O_2 . Hal ini disebabkan oleh sebagian besar *hole* yang terbentuk dari eksitasi oleh energi foton akan bereaksi balik dengan elektron yang tereksitasi (reaksi rekombinasi) sehingga waktu keberadaan elektron pada permukaan katalis menjadi sangat pendek. Hal ini juga didukung dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Khan et al (2002) yang melakukan reaksi *water splitting* dengan menggunakan TiO_2 degussa P25 dan TiO_2 nanotube (TNT). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kedua fotokatalis tersebut tidak dapat menghasilkan hidrogen pada saat diuji pada air murni. Selanjutnya akan dibahas pengaruh penambahan gliserol dalam reaktan dalam memproduksi hidrogen secara fotokatalitik.

Peranan keberadaan gliserol dalam reaksi *water splitting* secara fotokatalitik dapat dilihat dalam dua aspek. Dalam satu sisi, gliserol merupakan reaktan yang bereaksi dengan air yang memberikan produk hidrogen dan karbon dioksida, seperti yang ada pada reaksi *steam reforming* pada umumnya. Di lain pihak, gliserol bertindak sebagai *sacrificial agent* dalam reaksi fotokatalitik *water splitting*.

Berdasarkan hasil pengujian yang dilakukan, didapatkan bahwa semakin besar konsentrasi gliserol dalam campuran, maka hidrogen yang terproduksi juga

semakin bertambah banyak. Hal ini dikarenakan di dalam campuran reaktan semakin banyak jumlah molekul gliserol yang dapat digunakan untuk bereaksi dengan air secara fotokatalitik. Selain itu dilihat fungsinya sebagai *sacrificial agent*, peningkatan konsentrasi gliserol akan menambah jumlah *elektron donor* yang dapat dioksidasi oleh *hole*.

Hole, yang bersama dengan elektron merupakan hasil eksitasi fotokatalis dari energi foton, akan terokupasi untuk mengoksidasi gliserol, dan elektron akan lebih bebas untuk mereduksi air. Kedua reaksi tersebut, baik reduksi maupun oksidasi, berkontribusi secara langsung dalam memproduksi hidrogen. Terokupasinya elektron dan *hole* untuk melakukan reaksi reduksi dan oksidasi ini akan memperkecil frekuensi terjadinya rekombinasi di permukaan antara elektron dan *hole*, sehingga reaksi rekombinasi antara *hole* dengan elektron dapat diminimalisasi.

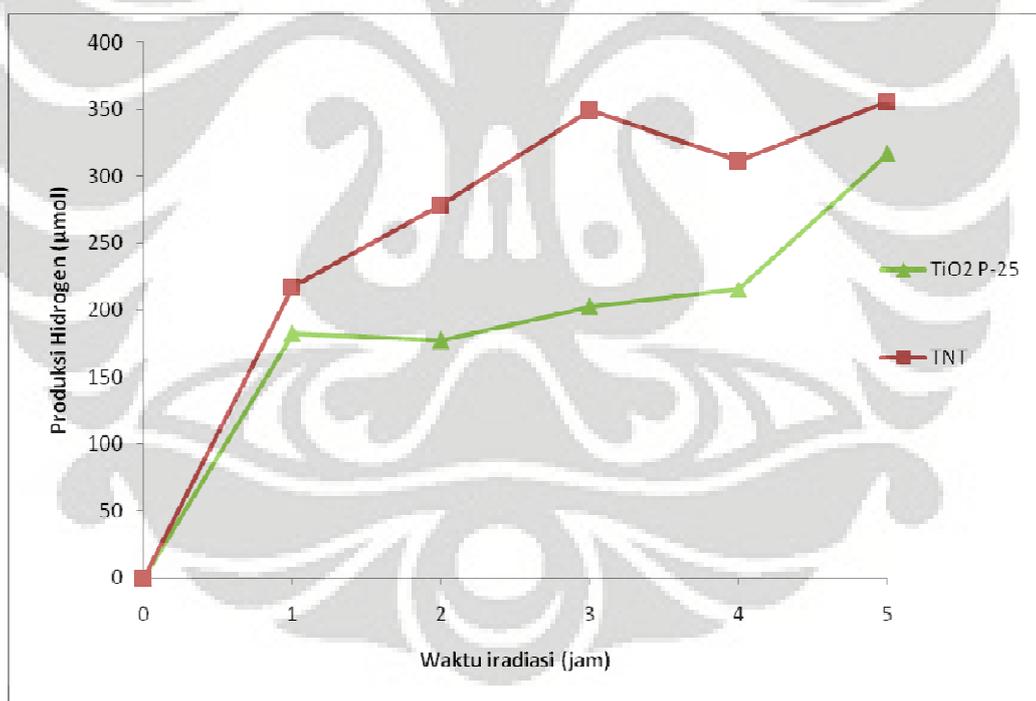
Ditinjau dari mekanisme reaksi fotokatalitik, seperti yang telah dijelaskan pada subbab 2.6, reaksi fotokatalitik antara gliserol dan air dapat menghasilkan hidrogen lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan air saja. Hal ini disebabkan oleh oksidasi gliserol oleh *hole* membentuk beberapa senyawa intermediet yang diikuti dengan pembentukan produk samping berupa gas hidrogen. Reaksi pembentukan intermediet yang juga menghasilkan produk samping berupa gas hidrogen dapat dilihat lebih jelas pada subbab 2.6. Adapun senyawa intermediet hasil oksidasi gliserol yang menghasilkan hidrogen adalah senyawa $\text{CH}_2\text{OHCHOHCHOH}$ (persamaan 2.17), $\text{CH}_2\text{OHCHOHCO}$ (persamaan 2.20), $\text{CH}_2\text{OHCHOHCOOH}$ (persamaan 2.21) dan CH_2OHCHOH .

Reaksi *water splitting* konvensional yang hanya menggunakan air tidak menghasilkan hidrogen dalam jumlah yang signifikan, bahkan cenderung tidak menghasilkan hidrogen sama sekali. Ditinjau dari mekanisme reaksi *water splitting* air saja, elektron yang tereksitasi hanya merubah ion H^+ , yang merupakan hasil hidrolisis air, menjadi gas hidrogen. Tidak adanya senyawa intermediet yang dapat memberikan tambahan reaksi yang menghasilkan hidrogen membuat jumlah hidrogen yang terbentuk pada *water splitting* konvensional tidak dapat bersaing dengan produksi hidrogen dari gliserol dan air.

Berdasarkan percobaan, konsentrasi gliserol yang paling baik untuk uji produksi hidrogen adalah sebesar 20% volume. Oleh karena itu, untuk selanjutnya nilai konsentrasi gliserol inilah yang akan digunakan dalam pengujian produksi hidrogen dari gliserol dan air lainnya.

4.3. Pengaruh Bentuk *Nanotube* pada TiO_2

Pengaruh pembentukan *nanotube* diamati dengan membandingkan hasil uji produksi hidrogen antara TiO_2 Degussa P-25 yang merupakan nanopartikel, dengan TiO_2 yang dibentuk menjadi *nanotube* dengan proses *hydrothermal* menggunakan *autoclave* selama 12 jam. Untuk setiap pengujian, Volume campuran gliserol-air adalah 500 mL dengan konsentrasi gliserol 20%. Massa fotokatalis yang digunakan adalah 0,5 gram, iradiasi menggunakan sinar UV-A dan waktu pengujian selama 5 jam. Perbandingan hasil pengujian untuk kedua fotokatalis dapat dilihat pada gambar 4.3 berikut.



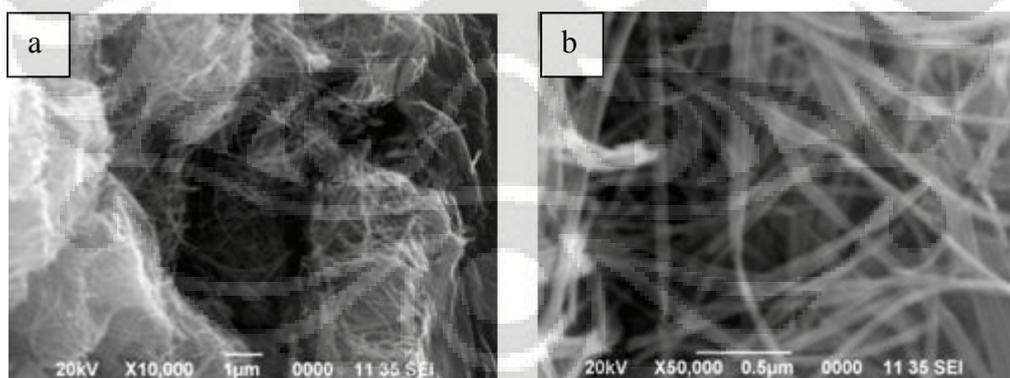
Gambar 4. 2 Pengaruh Bentuk *Nanotube* pada Aktivitas Fotokatalis TiO_2 dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air (Vcampuran = 500 mL, Massa Katalis = 0,5 gram, Sumber Foton: UV-A, Konsentrasi Gliserol 20%v)

Terlihat pada gambar 4.2 bahwa fotokatalis TiO_2 yang dibentuk menjadi *nanotube* memberikan performa fotokatalitik yang lebih unggul dalam

memproduksi hidrogen dari gliserol dan air, dibandingkan dengan TiO₂ Degussa P-25 yang hanya berupa nanopartikel. Setelah lima jam pengujian, fotokatalis TiO₂ *nanotube* dapat menghasilkan hidrogen hingga 356 μmol , sedangkan TiO₂ Degussa P-25 hanya sampai 316 μmol .

Pembentukan *nanotube* dilakukan dengan harapan dapat meningkatkan luas permukaan katalis. Luas permukaan spesifik dan rasio area per volum meningkat secara dramatis ketika ukuran dari material mengecil. Luas permukaan yang besar memberikan banyak keuntungan seperti memfasilitasi reaksi atau interaksi antara material dan media interaksinya, yang terjadi terutama di permukaan dan bergantung pada area permukaan dari material tersebut.

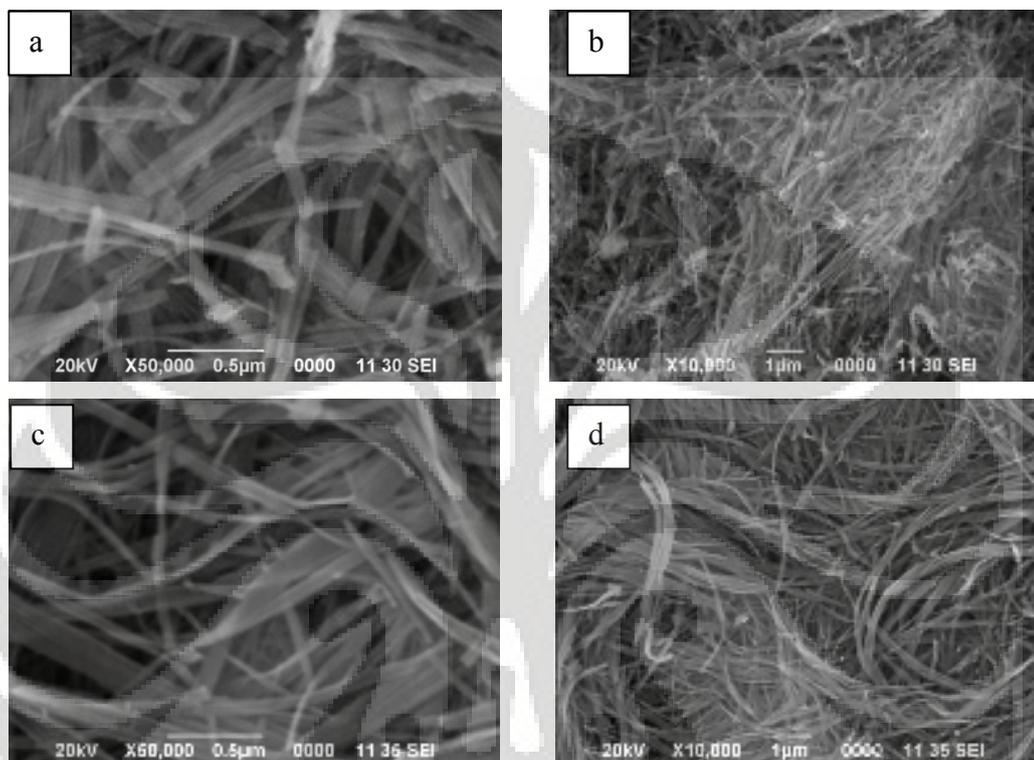
Widyanto (2009) telah membentuk TiO₂ *nanotube* dengan metode yang sama dengan metode yang dilakukan dalam penelitian ini, yakni *hydrothermal* pada suhu 130°C selama 12 jam yang didahului dengan ultrasonikasi selama 15 menit. Fotokatalis *nanotube* yang telah terbentuk kemudian dikalsinasi selama 1 jam pada suhu 500°C. Pembentukan *nanotube* pada TiO₂ memberikan luas permukaan spesifik sebesar 116,05 m²/g dan fase kristal anatases 100%. Luas permukaan produk yang terbentuk ini lebih besar dibandingkan fotokatalis TiO₂ Degussa P-25 yang hanya 53,6 m²/g. Adapun hasil karakterisasi SEM yang dilakukan dapat dilihat pada gambar 4.3 berikut



Gambar 4.3 Hasil SEM Proses Hidrotermal 130 °C; 12 jam; dengan Sonikasi 15 menit: (a) Perbesaran 10000 x dan (b) Perbesaran 50000 x.

Gambar 4.3 menunjukkan bahwa metode *hydrothermal* 130°C selama 12 jam dengan bantuan sonikasi 15 menit dapat membentuk TiO₂ *nanotube*, yang ditandai dengan adanya bentuk yang seperti benang, yang merupakan TiO₂ berbentuk tabung dengan ukuran 38 – 58 nm. Dalam penelitiannya, Widyanto

(2009) juga membandingkan produk yang mengalami proses sonikasi selama 15 menit terlebih dahulu sebelum proses *hydrothermal* 130°C 24 jam, dengan produk yang di-*hydrothermal* tanpa disonikasi terlebih dahulu. Hasil ditunjukkan dalam gambar karakterisasi SEM yang terlihat pada gambar 4.4 berikut.



Gambar 4.4 Hasil SEM Proses Hidrotermal 130 °C; 24 jam : (a) Tanpa Sonikasi Perbesaran 50000 x; (b) Tanpa Sonikasi Perbesaran 10000 x (c) Dengan Sonikasi 15 Menit Perbesaran 50000 x; dan (d) Dengan Sonikasi 15 Menit Perbesaran 10000 x.

Gambar 4.4 (a dan b) menunjukkan hasil SEM dari produk yang disintesis menggunakan proses *hydrothermal* tanpa ultrasonikasi dengan morfologi berupa *nanotubes* berukuran pendek dan tipis sedangkan pada Gambar 4.2 (c dan d) menunjukkan hasil SEM dari produk yang disintesis menggunakan kombinasi ultrasonikasi – *hydrothermal* dengan morfologi berupa *nanotubes* yang lebih tebal dengan ukuran yang jauh lebih panjang. Dapat disimpulkan bahwa penambahan proses ultrasonikasi sebelum dilakukan *hydrothermal* dapat meningkatkan mutu TiO_2 *nanotube* yang terbentuk.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Meskin et al (2009), proses ultrasonikasi memberikan pengaruh berupa pemecahan agregat-agregat yang ada

hingga tingkat molekular sehingga tidak ada partikel yang mengendap dan terdispersi merata. Selain itu, ultrasonikasi membantu dalam dengan pemutusan ikatan kimia TiO_2 di dalam suspensi akibat paparan gelombang ultrasonik yang mengakibatkan reaksi pembentukan *nanosheets* lebih mudah terjadi saat proses hidrotermal.

Reaksi pembentukan *nanosheets* dapat terjadi apabila ikatan kimia TiO_2 telah terputus kemudian bereaksi dengan NaOH . Dengan putusnya ikatan kimia TiO_2 (Ti-O-Ti) sebelum proses hidrotermal (pada proses sonikasi) maka akan menyediakan Ti-O dan Ti yang jauh lebih banyak untuk bereaksi dengan NaOH membentuk *nanosheets* (Kasuga et al, 1999). Proses ultrasonikasi menyebabkan terjadinya pemanasan lokal dan tekanan tinggi yang menghasilkan energi yang besar untuk membantu pemisahan ikatan kimia TiO_2 seperti yang telah dijelaskan di atas (Suslick & Crum 1997; Leighton 1994). Selain itu, adanya ultrasonikasi juga meningkatkan kecepatan pergerakan partikel yang berimbas pada peningkatan reaktivitas (Suslick et al. 1999).

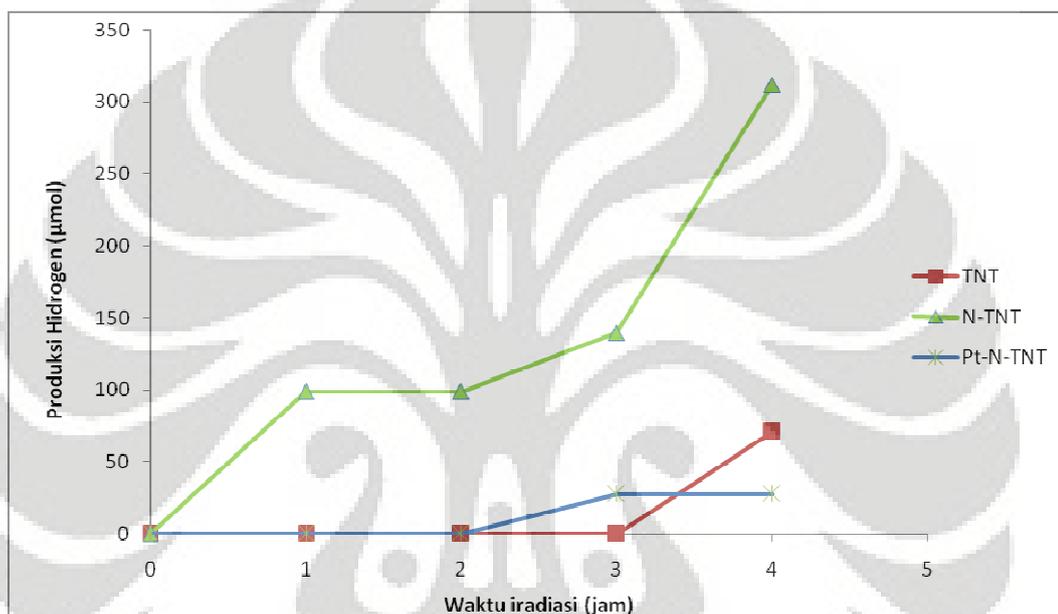
Bila dibandingkan dengan produk hasil sintesis menggunakan sonikasi, jumlah *nanotubes* yang disintesis tanpa sonikasi memiliki jumlah yang lebih sedikit dan ukuran yang lebih pendek karena pemutusan ikatan TiO_2 baru berlangsung setelah adanya tekanan dan suhu tinggi di dalam *autoclave* saat proses *hydrothermal* sehingga Ti-O dan Ti yang bereaksi dengan NaOH menjadi lebih sedikit.

4.4. Pengaruh Dopan Nitrogen pada Kinerja Fotokatalis TiO_2 *Nanotube*

Pemberian dopan Nitrogen dilakukan dengan cara perendaman fotokatalis TiO_2 *nanotube* di dalam larutan NH_3 0,05M selama 24 jam. Selama perendaman, ion NH_4^+ akan menempel di permukaan fotokatalis dan bereaksi membentuk kompleks ammonium titanat *nanotube*. Selesai direndam selama 24 jam, fotokatalis dikalsinasi selama 1 jam pada suhu 500°C . Proses kalsinasi ini akan merubah struktur kristal TiO_2 dari amorf menjadi anatase, serta mendekomposisi ikatan yang ada pada ion NH_4^+ sehingga atom N dapat terlepas dari senyawa tersebut. Atom N yang terlepas akan masuk ke dalam struktur kristal TiO_2 dan

mengambil posisi latis atom O dan berikatan dengan Ti membentuk ikatan kovalen (Nosaka et al, 2004).

Pengaruh keberadaan dopan Nitrogen dalam TiO_2 *nanotube* diamati dengan dengan membandingkan aktivitas fotokatalis N- TiO_2 *nanotube* dengan TiO_2 *nanotube* dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air menggunakan iradiasi sinar tampak. Massa fotokatalis yang digunakan masing-masing adalah 0,5 gram, volume campuran gliserol-air adalah 500 mL dengan konsentrasi gliserol 20%, serta waktu pengujian selama 5 jam.

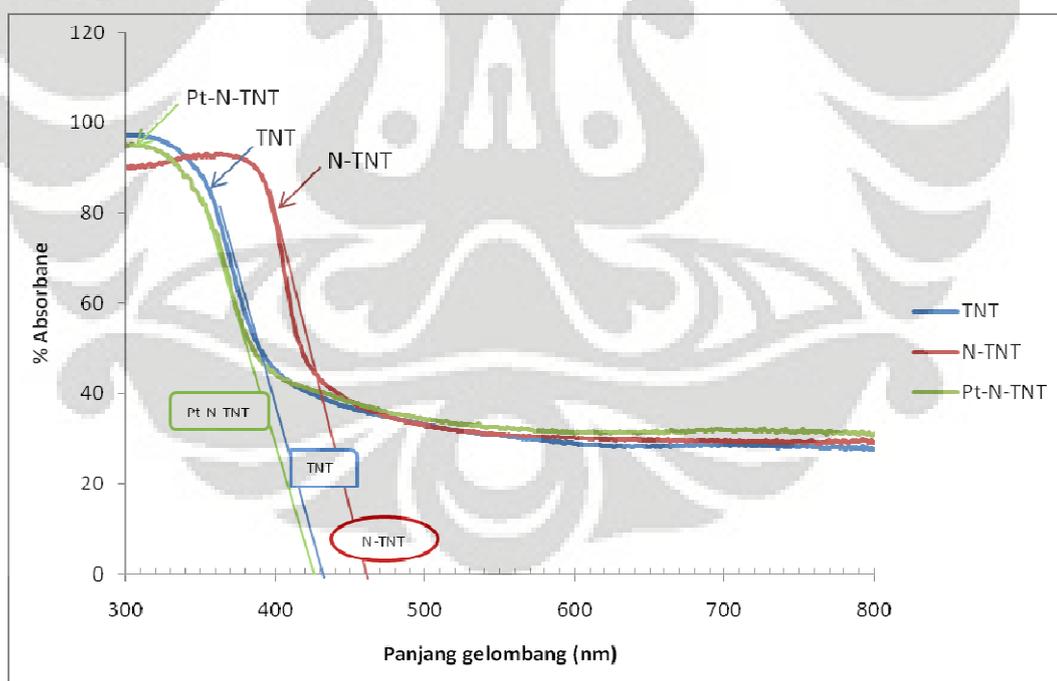


Gambar 4.5 Pengaruh Dopan Nitrogen terhadap Kinerja TiO_2 *Nanotube* dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air pada Sinar Tampak (Vcampuran = 500mL, Massa Fotokatalis = 0,5 gram, Sumber Foton = *Visible*, Konsentrasi Gliserol 20%)

Dapat dilihat dari gambar 4.5 bahwa keberadaan dopan nitrogen dalam fotokatalis TiO_2 *nanotube* memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitasnya di bawah sinar tampak. Dalam iradiasi sinar tampak, fotokatalis TiO_2 *nanotube* yang diberi dopan Nitrogen dapat memfasilitasi reaksi fotokatalis dalam memproduksi hidrogen hingga 312 μmol , TiO_2 *nanotube* hanya dapat memproduksi hidrogen hingga 71 μmol , sedangkan TiO_2 *nanotube* yang telah diberi dopan nitrogen dan platina hampir tidak aktif, dengan produksi hidrogen selama 4 jam reaksi hanyalah 27 μmol .

Semikonduktor TiO_2 dengan struktur anatase memiliki energi *band gap* yang lebar (3,2 eV) yang menyebabkan TiO_2 hanya aktif terhadap sinar dengan panjang gelombang lebih pendek atau setara dengan panjang gelombang sinar UV-A. Untuk dapat memproduksi hidrogen dengan energi yang murah maka diharapkan energi foton dapat digunakan dari sinar matahari yang sebagian besar terdiri dari sinar tampak. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Asahi et al (2001), pemberian nitrogen ke dalam TiO_2 dapat meningkatkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 pada sinar tampak.

Dopan nitrogen dapat membuat katalis lebih responsif terhadap sinar tampak oleh karena pencampuran *p states* dari N dengan *2p* dari O dapat menaikkan pita valensi untuk dapat memperkecil *band gap* dari TiO_2 , sementara posisi dari pita konduksi tetap (Asahi et al., 2001; Irie et al., 2003). Dengan mengecilnya *band gap*, maka respon terhadap sinar akan semakin melebar ke arah panjang gelombang sinar tampak. Hal ini dapat dilihat dari hasil karakterisasi DRS yang telah dilakukan.



Gambar 4.6 Hasil Spektro UV-Vis DRS Produk TNT, N-TNT dan Pt-N-TNT dengan Kalsinasi 500°C (Vcampuran = 500mL, Massa Fotokatalis = 0,5 gram, Konsentrasi Gliserol 20%v)

Pada Gambar 4.6, sumbu y memperlihatkan % absorpsi fotokatalis (diperoleh dari data % reflektansi yang terdapat pada lampiran) terhadap sinar dengan panjang gelombang dari 300-800 nm yang ditunjukkan oleh sumbu x. Dari hasil ekstrapolasi pada garis lurus ke arah sumbu x dari ketiga sampel dapat terlihat bahwa respon dari produk *N-doped nanotubes* (dikalsinasi pada 500 °C) terhadap sinar tampak adalah yang paling baik. Produk dengan dopan ini mampu merespon foton dari sinar dengan panjang gelombang hingga 470 nm, yang termasuk dalam jangkauan panjang gelombang sinar tampak. Oleh karena itu, produk N-TNT memberikan hasil uji aktivitas yang sangat baik dalam memproduksi hidrogen pada sinar tampak.

Dari karakterisasi DRS produk *nanotubes* tanpa dopan dan dengan tambahan dopan Pt, hasil ekstrapolasi garis absorpsi menunjukkan respon terhadap foton dari sinar dengan panjang gelombang pada 420 dan 415 nm. Walaupun nilai panjang gelombang kedua produk tersebut sudah termasuk daerah panjang gelombang sinar tampak, namun *energy band gap* kedua fotokatalis tersebut masih cukup besar, masing-masing sebesar 3,00 eV dan 2,95 eV. Tabel 4.1 menunjukkan *bandgap* setiap fotokatalis yang dihitung dari panjang gelombang absorpsinya masing-masing.

Tabel 4.1 Perbandingan Panjang Gelombang Absorbansi dan *Bandgap* untuk TNT, N-TNT, dan Pt-N-TNT

Fotokatalis	Degussa P25	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
Panjang gelombang absorpsi, nm	377	430	460	425
Bandgap, eV	3,28	2,88	2,69	2,91

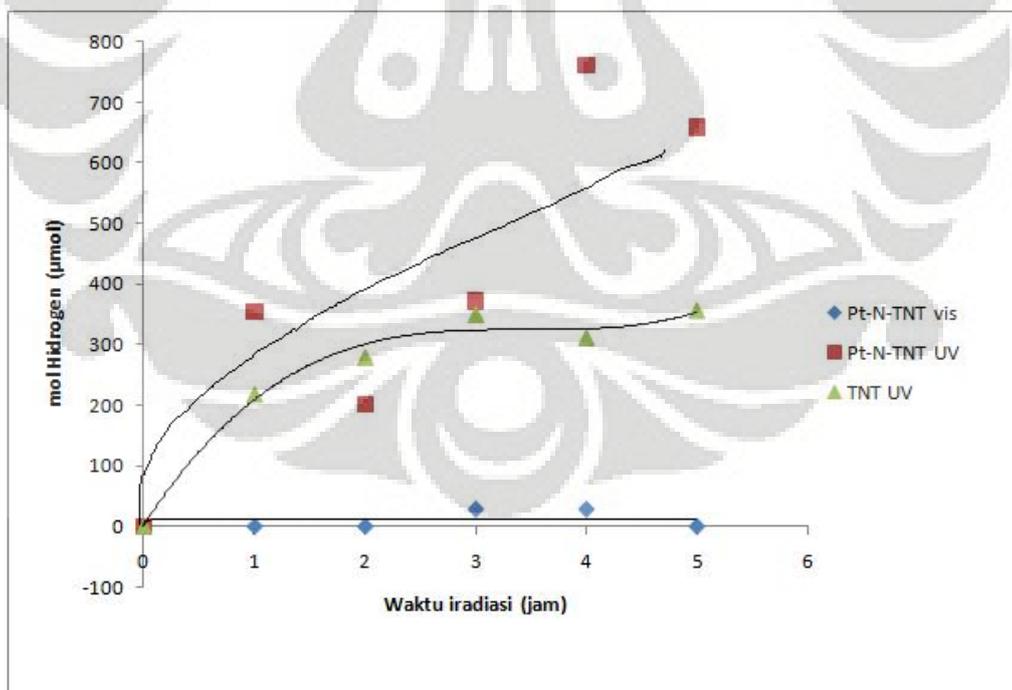
* Slamet, 2004

Berdasarkan tabel 4.1, dapat dilihat bahwa TiO_2 *nanotube* dapat meningkatkan respon fotokatalis terhadap sinar tampak, dilihat dari besar *energy bandgap* yang lebih kecil dibandingkan TiO_2 degussa P25. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Liu (2006), semakin kecil struktur partikel, maka semakin besar *energy bandgap* yang dimiliki. Hal ini dikarenakan rintangan sterik dalam struktur akan semakin besar seiring dengan mengecilnya ukuran struktur partikel. Karena Degussa P25 merupakan nanopartikel, maka ukuran strukturnya menjadi

lebih kecil dibandingkan *nanotube*. Oleh karena itu, *energy bandgap* TiO_2 *nanotube* menjadi lebih kecil dibandingkan dengan *energy bandgap* Degussa P25. Didapatkan pula bahwa *energy bandgap* TiO_2 *nanotube* yang diberi dopan N dapat meningkatkan respon fotokatalis pada sinar tampak. Hal ini didukung pula oleh uji kinerja fotokatalis tersebut yang dapat dilihat pada gambar 4.5. selain itu, *energy bandgap* Pt-N- TiO_2 yang hampir sama dengan *energy bandgap* TiO_2 *nanotube* menandakan kandungan N dalam Pt-N- TiO_2 menghilang setelah dilakukan doping Pt. Hal ini menjelaskan mengapa fotokatalis Pt-N- TiO_2 tidak aktif pada sinar tampak. Penjelasan lebih lanjut dapat dilihat pada subbab 4.5

4.5. Pengaruh Pemberian Dopan Platina

Pengaruh keberadaan dopan Platina dalam TiO_2 *nanotube* diamati dengan dengan membandingkan aktivitas fotokatalis Pt- TiO_2 *nanotube* dengan TiO_2 *nanotube* dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air. Massa fotokatalis yang digunakan masing-masing adalah 0,5 gram, volume campuran gliserol-air adalah 500 mL dengan konsentrasi gliserol 20%, serta waktu pengujian selama 5 jam.

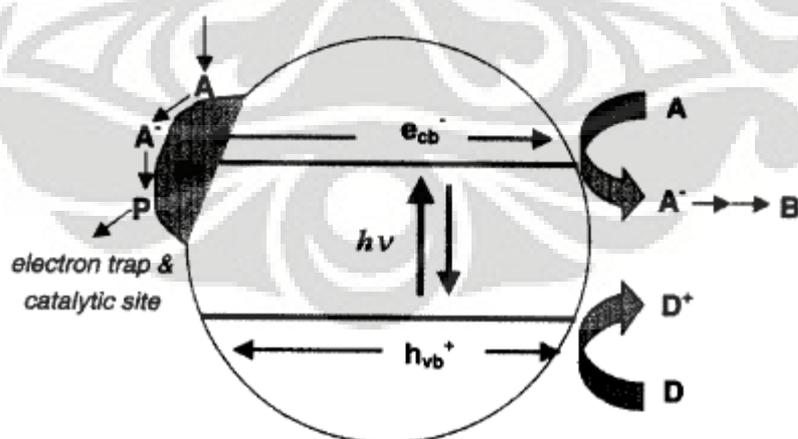


Gambar 4. 7 Pengaruh dopan Platina terhadap kinerja TiO_2 *Nanotube* dalam Memproduksi Hidrogen dari Gliserol dan Air (Vcamp = 500 mL, Massa Katalis = 0,5 gram, Konsentrasi Gliserol 20%)

Pada awalnya, pengujian dilakukan dengan menggunakan iradiasi sinar tampak, karena selain dengan Platina, katalis juga telah disintesis telah didopan dengan Nitrogen. Oleh karena itu, seharusnya katalis ini bisa teraktivasi dengan iradiasi sinar tampak, seperti yang telah dibahas pada subbab 4.3. Namun ternyata hasil pengujian produksi hidrogen tidak memberikan hasil yang bagus karena selama 5 jam pengujian, hampir tidak ada hidrogen yang terproduksi. Oleh karena itu, dilakukan pengujian fotokatalis yang telah disintesis dengan menggunakan iradiasi sinar UV-A.

Pengujian produksi hidrogen untuk Pt-TiO₂ *nanotube* dengan iradiasi sinar UV-A memberikan hasil yang jauh lebih baik, jika dibandingkan dengan menggunakan fotokatalis TiO₂ *nanotube* yang juga menggunakan iradiasi sinar UV-A. Uji produksi hidrogen dengan fotokatalis Pt-TiO₂ *nanotube* dapat menghasilkan produksi hingga 761,2 μmol , sedangkan produksi hidrogen dari TiO₂ *nanotube* 356 μmol . Dapat disimpulkan bahwa adanya Platina memberikan hasil yang jauh signifikan pada aktivitas fotokatalis TiO₂ dalam memproduksi hidrogen.

Menurut Choi et al (2002), keberadaan dopan Pt dalam TiO₂ dapat meningkatkan laju reaksi fotokatalitik melalui *Schottky-barrier electron trapping*, seperti yang terlihat pada gambar 4.5.



Gambar 4. 8 Skema Transfer Elektron karena Energi Foton pada Pt/TiO₂ (Choi et al, 2002)

Anpo dan Takeuchi (Anpo, 2003) menggunakan sinar *Electron Spin Resonance* (ESR) untuk menyelidiki transfer elektron dari TiO₂ menuju partikel

Pt. Ditemukan bahwa signal Ti^{3+} meningkat seiring waktu iradiasi dan penambahan dari Pt mereduksi jumlah dari Ti^{3+} . Pengamatan ini mengindikasikan kehadiran transfer elektron dari TiO_2 menuju partikel Pt. Saat elektron terakumulasi di partikel Pt, level fermi berpindah lebih dekat ke arah pita konduksi dari TiO_2 (Subramanian, 2004), yang mengakibatkan level energi yang lebih negatif. Hal ini merupakan sesuatu yang menguntungkan bagi produksi hidrogen. Lebih jauh, partikel logam yang lebih kecil yang terdeposit di permukaan TiO_2 menunjukkan fermi level bergeser ke arah yang lebih negatif. Elektron yang terakumulasi di partikel Pt kemudian dapat ditransfer menuju proton yang teradsorb di permukaan dan mereduksi proton menjadi molekul hidrogen. Oleh karena itu, keberadaan dopan Pt dapat meningkatkan transfer elektron, yang pada akhirnya berhasil meningkatkan aktivitas fotokatalitik.

Perbedaan hasil pengujian produksi hidrogen untuk fotokatalis TiO_2 *nanotube* yang didoping dengan platina pada iradiasi sinar tampak dan sinar UV-A menandakan bahwa pengaruh nitrogen tidak bekerja dalam aktivitas fotokatalis TiO_2 . Pemberian dopan nitrogen dilakukan sebelum pemberian dopan platina. Selain itu, dalam pemberian dopan platina terdapat tahap pembilasan fotokatalis yang telah didopan platina dengan air demin. Nitrogen yang telah didoping sebelumnya terlarut kembali ke air saat fotokatalis dibilas, sehingga kandungan dopan nitrogen dalam fotokatalis menjadi sangat kecil, bahkan hampir tidak ada. Hal inilah yang mengakibatkan fotokatalis Pt- TiO_2 *nanotube* yang telah disintesis tidak aktif dalam iradiasi sinar tampak. Oleh karena itu, diperlukan suatu perbaikan metode dalam pemberian dopan agar dapat dipertahankan kandungan nitrogen dan platina dengan komposisi yang optimal pada TiO_2 .

4.6. Prospek Produksi Hidrogen dari Gliserol dan Air Secara Fotokatalitik

Berdasarkan pembahasan yang telah dilakukan pada subbab-subbab sebelumnya, terlihat bahwa fotokatalis TiO_2 yang dimodifikasi dengan pembentukan *nanotube* serta pemberian dopan N dan Pt dapat memfasilitasi produksi hidrogen dari gliserol dan air pada sinar tampak dengan cukup baik hingga mencapai 761 μmol untuk penggunaan 100 mL gliserol. Melihat tren

produksi pada gambar 4.7, produksi hidrogen dan laju reaksinya akan terus meningkat seiring bertambahnya waktu reaksi.

Sekarang telah banyak dilakukan penelitian-penelitian yang berhubungan dengan fotokatalisis, baik tentang teknik pendopongan dopan N maupun Pt, teknik pembuatan TiO₂ nanotube, serta pengujian produksi hidrogen dari gliserol dan air. Li (2009) telah mencoba menguji produksi hidrogen dari gliserol dan air pada kondisi yang ada pada limbah gliserol, yang merupakan produk samping pembuatan biodiesel, seperti nilai pH, kandungan logam Cu, Fe, dll. Li mendapatkan bahwa kandungan logam pada limbah gliserol turut mendukung penambahan produksi hidrogen secara fotokatalitik.

Walaupun *yield* produksi hidrogen secara fotokatalitik terbilang rendah, yakni sekitar 0,01%, jika dibandingkan dengan metode produksi hidrogen secara *steam reforming*, namun kebutuhan panas reaksi secara fotokatalitik jauh lebih kecil karena hanya memanfaatkan energi foton. Bahkan dalam pengembangannya, produksi hidrogen secara fotokatalitik dapat dilakukan dengan memanfaatkan sinar tampak, yang merupakan komponen terbesar dalam sinar matahari. Oleh karena itu, biaya produksi menjadi jauh lebih rendah jika dibandingkan dengan metode *steam reforming*. Selain itu, melihat banyaknya penelitian yang dilakukan untuk memaksimalkan potensi produksi hidrogen secara fotokatalitik dari gliserol dan air, maka prospek aplikasi dalam skala besar dapat dikatakan potensial.

BAB 5

KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat ditarik dari penelitian ini di antaranya adalah:

1. Penggunaan gliserol dalam reaksi *water splitting* untuk memproduksi hidrogen dengan menggunakan fotokatalis TiO_2 dapat meningkatkan jumlah produk hidrogen secara signifikan dibandingkan dengan reaksi *water splitting* yang hanya menggunakan air saja.
2. Bentuk *nanotube* dalam fotokatalis TiO_2 terbukti dapat meningkatkan aktivitas fotokatalis sebesar 1,2x karena meningkatnya luas permukaan spesifik fotokatalis
3. Pemberian dopan nitrogen pada fotokatalis TiO_2 nanotube mampu menggeser panjang gelombang absorbansi secara cukup signifikan hingga fotokatalis mampu teraktivasi dalam sinar tampak.
4. Pemberian dopan platina pada fotokatalis TiO_2 nanotube mampu meningkatkan aktivitas dalam memproduksi hidrogen dari gliserol dan air hingga 2x, karena platina berfungsi sebagai pusat *electron trapper* dan
5. Produk fotokatalis Pt-N- TiO_2 *nanotube* seharusnya merupakan fotokatalis yang dapat aktif pada sinar tampak dan dapat menghasilkan produktivitas yang baik dalam reaksi pembentukan hidrogen dari gliserol dan air. Oleh karena itu diperlukan suatu perbaikan metode dalam pemberian dopan nitrogen dan platina pada fotokatalis TiO_2 .

DAFTAR PUSTAKA

- Anonym. *Autoclave* [Online]. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Autoclave>. [Accessed 25th May 2008]
- Anonym. *Data penduduk dunia 2008* [Online] Available from: <http://parkirjurnal.wordpress.com/2008/09/18/data-penduduk-dunia-2008/>. [Accessed 2nd March 2009]
- Anonym. *Glycerol* [Online]. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Glycerol>. [Accessed 2nd May 2009]
- Anonym. *Hydrothermal synthesis* [Online]. Available at: http://en.wikipedia.org/wiki/Hydrothermal_synthesis. [Accessed 25th May 2008]
- Anonym. *Nanotechnology and government strategies worldwide* [Online] 2003. Available at: <http://www.researchandmarkets.com/reports/37902>. [Accessed 22nd March 2008]
- Anonim. *Nanotechnology – The coming revolution* [Online], 2005. Available at: <http://www.researchandmarkets.com/reports/10810>. [Accessed 22nd March 2008]
- Anonim. *Sonication* [Online]. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Sonication>. [Accessed 2nd March 2009]
- Anonym. *Spectrum* [Online]. Available from: <http://www.yorku.ca/eye/spectru.htm>. [Accessed 20th April 2008]
- Aroutiounian VM, Arakelyan VM, Shahnazaryan GE. *Metal oxide photoelectrodes for hydrogen generation using solar radiation-driven water splitting*. *Solar Energy*. 2005;78;581–92.
- Asahi R, Morikawa T, Ohwaki T, Aoki K, Taga Y. *Visible-light photocatalysis in nitrogen-doped titanium oxides*. *Science*. 2001;293;269–71.
- Chang, Raymond. *Chemistry*. Ed. 5. Singapore: McGraw Hill, 1994.

- Clemens Burda, Yongbing Lou, Xiaobo Chen, Anna C. S. Samia, John Stout, and James L. Gole. *Enhanced Nitrogen Doping in TiO₂ Nanoparticles*. *Nano Letters*. 2003; Vol 3, No. 8; 1049 – 1051.
- Daenan M, de Fouw RD, Hamers B, Janssen PGA, Schouteden K, Veld MAJ, *Wondrous World of Carbon Nanotubes*, Eindhoven University of Technology; 2003.
- Fogler SH. *Elements of Chemical Engineering Third Edition*. New Jersey: Prentice Hall; 1999.
- Gong D, Grimes CA, Varghese OK, Hu W, Singh RS, Chen Z, Dickey EC. *Titanium oxide nanotubes arrays prepared by anodic oxidation*, *J Mater Res*. 2001;16;3331–4.
- Greenbaum E. *Process for photosynthetically splitting water*. United States Patent no. 4476105; 1984.
- Head J, Turner J, Analysis of The *Water splitting* Capabilities of Gallium Indium Phosphide Nitride (GaInPN). *U.S. Department of Energy Journal of Undergraduate Research*; 2004. Hoyer, P. Formation of titanium dioxide nanotubes array. *Langmuir*. 1996;12;1411–13.
- Park H, Chad D. Vecitis, Wonyong Choi, Oleh Weres, and Hoffmann MR. *Solar Powered Production of Molecular Hydrogen from Water*. *The Journal of Physical Chemistry C Letters*. 2008; 112; 885 – 889.
- K. Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology* (4th Edition ed., Vol. 24). (Kroschwitz, Ed.). U.S.A: John Wiley & Sons; 1997.
- Kasuga T, Hiramatsu M, Hoson A, Sekino T, Niihara K. *Formation of titanium oxide nanotubes*. *Langmuir*. 1998;14;3160–3.
- Kasuga T, Hiramatsu M, Hoson A, Sekino T, Niihara K. *Titania nanotubes prepared by chemical processing*. *Adv Mater*. 1999;11;1307–11.
- Khan M.A, Akhtar M.S, Woo SI, Yang OB. *Enhanced photoresponse under visible light in Pt ionized TiO₂ nanotube for the photocatalytic splitting of water*. *Catalysis Communications* 10 (2008) 1–5.

- Li YX, Lu GX, Li SB. *Photocatalytic production of hydrogen in single component and mixture systems of electron donors and monitoring adsorption of donors by in situ infrared spectroscopy*. *Chemosphere*. 2003;52(5);843–50.
- Li M, Li YX, Peng Shaoqin, Lu GX, Li S. *Photocatalytic hydrogen generation using glycerol wastewater over Pt/TiO₂*. *Front. Chem. China* 2009, 4(1): 32–38
- Licciulli A, Lisi D. *Self-Cleaning Glass*. Universita Degli Studio Di Lecce; 2002.
- Liu X, Yang J, Wang L, Yang X, Lu L, Wang X. *An Improvement on sol-gel method for preparing ultrafine and cristallized titania powder*. *J Catal A*. 2000;289.
- Liu ZJ, Zhang Q, Lu CQ. *Reduction in the electronic band gap of titanium oxide nanotubes*. North Carolina: Elsevier; 2004
- Mason T. *An Introduction to Sonochemistry*. [Online]. Available from: <http://www.sonochemistry.info/Research.htm>. [Accessed 18th June 2008]
- Matsuoka M, Kitano M, Takeuchi M, Tsujimaru K, Anpo M, Thomas JM. *Photocatalysis for new energy production: Recent advances in photocatalytic water splitting reactions for hydrogen production*. *Catal Today*. 2007;122;51–61.
- Mikrajuddin Abdullah, Yudistira Virgus, Nirmin, dan Khairurrijal. Review: *Sintesis Nanomaterial*. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. Vol. 1 no. 2; Juli 2008
- Ni M, Leung M, Leung D, Sumathy K. *A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO₂ for hydrogen production*. *Renewable and Sustainable Energy Rev*. 2007;11;401–25.
- Nosaka Y, Matsushita M, Nishino J, Nosaka A.Y. *Nitrogen-doped titanium dioxide photocatalysts for visible response prepared by using organic compounds*. Nagaoka: Elsevier; 2004.

- Ollis DF, Al-Ekabi H. *Photocatalytic purification and treatment of water and air*. Amsterdam: Elsevier; 1993.
- O'Donoghue, M. *A guide to Man-made Gemstones (in english)*. Great Britain: Van Nostrand Reinhold Company; 1983 hlm 40–44.
- Ou HH, Lo SL. *Review of titania nanotubes synthesized via the hydrothermal treatment: Fabrication, modification, and application*. *Sep Purif Technol*. 2007;58;179–191.
- Pachauri N, He B. *Value-added Utilization of Crude Glycerol from Biodiesel Production: A Survey of Current Research Activities. Written for presentation at the 2006 ASABE Annual International Meeting*. 2006: 066223
- Radecka M, Rekas M, Trenczek-Zajac A, Zakrzewsk K. *Importance of the band gap energy and flat band potential for application of modified TiO₂ photoanodes in water photolysis*. *J Power Sources*. 2008;181;46-55.
- Richardson JT, *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press; 1989.
- Su C, Hong BY, Tseng CM. *Sol-gel Preparation and Photocatalysis of Titanium Dioxide*. *Catal Today*. 2004;96;119-26.
- Suslick KS. *The Chemistry of Ultrasound*. [Online]. Available at URL: <http://www.scs.uiuc.edu/suslick/britannica.html> [Diakses pada 18 April 2007].
- Takenaka S, Ogihara H, Yamanaka H, Otsuka K. *Decomposition of methane over supported-Ni catalysts: effects of the supports on the catalytic lifetime*. *Appl'd Catal A*. 2001;217;101–110.
- Torres GR, Lindgren T, Lu J, Granqvist CG, Lindquist SE. *Photoelectrochemical study of nitrogen-doped titanium dioxide for water oxidation*. *J Phys Chem B*. 2004;108;5995–6003.
- Turner J. *Photoelectrochemical Water splitting*. DOE Hydrogen, Fuel Cells & Infrastructure Technologies Program Review; 2004.

- Tsai CC, Nian JN, Teng H. *Mesoporous nanotubes aggregates obtained from hydrothermally treating TiO₂ with NaOH. Appl Surf Sci.* 2006;253;1898–1902.
- Wang D, Zhou F, Liu Y, Liu W. *Synthesis and characterization of anatase TiO₂ nanotubes with uniform diameter from titanium powder. Mater Letters.* 2008;62;1819–22.
- Xu JH, Dai WL, Li J, Cao Y, Li H, He H, Fan K. *Simple fabrication of thermally stable apertured N-doped TiO₂ microtubes as a highly efficient photocatalyst under visible light irradiation. Catal Commun.* 2008;9;146–52.
- Yu J, Yu H, Cheng B, Zhao X, Zhang Q. *Preparation and photocatalytic activity of mesoporous anatase TiO₂ nanofibers by a hydrothermal method. J Photochem Photobiol A: Chem.* 2006;182;121–7.
- Yuan ZY, Su BL. *Titanium oxide nanotubes, nanofibers and nanowires. Colloids Surf A: Physicochem Eng Aspects.* 2004;241;173–83.
- Zhang D, Shi L, Fang J, Dai K, Li X. *Preparation and desalination performance of multiwall carbon nanotubes. Mater Chem Phys.* 2006;97;415–9.

LAMPIRAN

LAMPIRAN A. HASIL PENGUJIAN PRODUKSI HIDROGEN DENGAN GAS CHROMATOGRAPHY

A.1 Perhitungan mol hidrogen dari data peak area

$$\text{Volume hidrogen} = \frac{\text{Area}}{1960,9} \mu\text{L} \quad (\text{A.1})$$

$$PV = nRT$$

$$P = 1 \text{ atm}$$

$$R = 0,082 \text{ atm liter/ mol K}$$

$$T = 36,2 \text{ }^\circ\text{C} = 309,2 \text{ K}$$

$$V_{\text{gas}} = V_{\text{reaktor}} - V_{\text{larutan}} = (2500 - 500)\text{mL} = 2000\text{mL}$$

Volume sampel dengan syringe = 1 mL. Maka mol gas dalam reaktor:

$$1 \text{ mL} \times n = \left(\frac{PV}{RT} \right) \times 2000 \text{ mL}$$

$$n = \left(\frac{PV}{RT} \right) \times 2000$$

(A.2)

$$n = \left(\frac{1 \text{ atm} \times \frac{\text{Area}}{1960,9} \mu\text{L}}{0,082 \frac{\text{atm L}}{\text{mol K}} \times 309,2 \text{ K}} \right) \times 2000$$

$$n = \left(\frac{1 \text{ atm} \times \frac{\text{Area}}{1960,9} \mu\text{L}}{0,082 \frac{\text{atm L}}{\text{mol K}} \times 309,2 \text{ K}} \right) \times 2000$$

$$n = (0,0402 \times \text{Area}) \mu\text{mol}$$

(A.3)

A.2. Data peak area uji produksi hidrogen untuk berbagai variasi

Tabel A. 1 Tabel data uji produksi hidrogen untuk uji variasi konsentrasi gliserol 0% volume dengan fotokatalis TiO₂ degussa P-25 pada sinar UV-A

waktu (jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	0	0
5	0	0

Tabel A. 2 Tabel data uji produksi hidrogen untuk uji variasi konsentrasi gliserol 10% volume dengan fotokatalis TiO₂ degussa P-25 pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	0	0
2	1549	62,3121346
3	1168	46,9855218
4	1157	46,5430212
5	1482	63,6396365

Tabel A. 3 Tabel data uji produksi hidrogen untuk uji variasi konsentrasi gliserol 15% volume dengan fotokatalis TiO₂ degussa P-25 pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	243	9,77524126
2	413	16,6138874
3	798	32,1014096
4	1664	66,9382776
5	2884	116,015621

Tabel A. 4 Tabel data uji produksi hidrogen untuk uji variasi konsentrasi gliserol 20% volume dengan fotokatalis TiO₂ degussa P-25 pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	4541	182,6723
2	4414	177,5634
3	5033	202,4642
4	5359	215,5783
5	7880	316,9914

Tabel A. 5 Tabel data uji produksi hidrogen fotokatalis TiO₂ nanotube dengan konsentrasi gliserol 20% volume pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	5028	217,4575
2	6442	278,6174
3	8070	348,9821
4	7195	311,1742
5	8231	355,963

Tabel A. 6 Tabel data uji produksi hidrogen fotokatalis TiO₂ nanotube dengan konsentrasi gliserol 20% volume pada sinar tampak

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	3140	71

Tabel A. 7 Tabel data uji produksi hidrogen fotokatalis N-TiO₂ nanotube dengan konsentrasi gliserol 20% volume pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	2461	98,99946
2	2462	99,03969
3	3471	139,6291
4	7752	311,8423
5	8137	327,3298

Tabel A. 8 Tabel data uji produksi hidrogen fotokatalis Pt-N-TiO₂ nanotube dengan konsentrasi gliserol 20% volume pada sinar UV-A

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	3916	354,443
2	2224	201,2976
3	4110	372,0022
4	8410	761,2017
5	7282	659,1047

Tabel A. 9 Tabel data uji produksi hidrogen fotokatalis Pt-N-TiO₂ nanotube dengan konsentrasi gliserol 20% volume pada sinar tampak

Waktu (Jam)	Area	Mol H ₂ (μmol)
0	0	0
1	0	0
2	0	0
3	691	27,7970852
4	690	27,79

LAMPIRAN B. DATA KARAKTERISASI UV-VIS DRS**Tabel B. 1** Data karakterisasi UV-Vis DRS untuk TiO₂ nanotube (TNT), N-TiO₂ nanotube (N-TNT) dan Pt-N-TiO₂ nanotube (Pt-N-TiO₂)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
300	2,699	9,68	4,803	97,301	90,32	95,197
301	2,725	9,641	4,9	97,275	90,359	95,1
302	2,736	9,889	5,083	97,264	90,111	94,917
303	2,754	9,561	4,808	97,246	90,439	95,192
304	2,762	9,877	4,649	97,238	90,123	95,351
305	2,701	9,531	4,832	97,299	90,469	95,168
306	2,751	9,846	4,997	97,249	90,154	95,003
307	2,843	9,618	5,148	97,157	90,382	94,852
308	2,832	9,55	4,919	97,168	90,45	95,081
309	2,907	9,612	4,851	97,093	90,388	95,149
310	2,925	9,729	5,121	97,075	90,271	94,879
311	2,806	9,334	5,009	97,194	90,666	94,991
312	2,884	9,483	5,116	97,116	90,517	94,884
313	2,995	9,726	5,124	97,005	90,274	94,876
314	3,166	9,608	5,69	96,834	90,392	94,31
315	3,108	9,225	5,206	96,892	90,775	94,794
316	3,116	9,088	5,47	96,884	90,912	94,53
317	3,189	9,445	5,649	96,811	90,555	94,351
318	3,278	9,254	5,606	96,722	90,746	94,394
319	3,369	9,381	5,582	96,631	90,619	94,418
320	3,401	9,224	6,013	96,599	90,776	93,987
321	3,465	9,265	6,264	96,535	90,735	93,736
322	3,638	8,977	6,47	96,362	91,023	93,53
323	3,862	8,766	6,429	96,138	91,234	93,571
324	3,958	9,274	6,541	96,042	90,726	93,459

(lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
325	4,015	8,852	6,94	95,985	91,148	93,06
326	4,182	8,817	6,975	95,818	91,183	93,025
327	4,303	8,742	7,236	95,697	91,258	92,764
328	4,527	8,62	7,098	95,473	91,38	92,902
329	4,694	8,566	7,88	95,306	91,434	92,12
330	4,872	8,395	7,719	95,128	91,605	92,281
331	5,063	8,418	7,941	94,937	91,582	92,059
332	5,368	8,414	8,575	94,632	91,586	91,425
333	5,544	8,353	9,216	94,456	91,647	90,784
334	5,743	8,18	9,094	94,257	91,82	90,906
335	6,001	7,751	9,569	93,999	92,249	90,431
336	6,296	7,976	9,854	93,704	92,024	90,146
337	6,526	8,069	10,358	93,474	91,931	89,642
338	6,848	7,542	10,732	93,152	92,458	89,268
339	7,159	7,597	11,964	92,841	92,403	88,036
340	7,469	7,346	11,81	92,531	92,654	88,19
341	7,764	7,532	11,804	92,236	92,468	88,196
342	8,09	7,361	12,216	91,91	92,639	87,784
343	8,421	7,465	12,442	91,579	92,535	87,558
344	8,708	7,692	12,921	91,292	92,308	87,079
345	9,227	7,367	14,427	90,773	92,633	85,573
346	9,789	7,198	14,653	90,211	92,802	85,347
347	9,926	7,712	14,922	90,074	92,288	85,078
348	10,321	7,08	15,521	89,679	92,92	84,479
349	10,841	7,034	16,272	89,159	92,966	83,728
350	11,49	7,329	17,126	88,51	92,671	82,874
351	11,801	7,672	17,409	88,199	92,328	82,591

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
352	12,213	7,285	18,065	87,787	92,715	81,935
353	13,126	6,97	18,163	86,874	93,03	81,837
354	13,747	7,556	19,576	86,253	92,444	80,424
355	14,25	6,873	19,8	85,75	93,127	80,2
356	14,993	7,3	21,411	85,007	92,7	78,589
357	15,846	7,607	21,988	84,154	92,393	78,012
358	16,621	7,346	23,228	83,379	92,654	76,772
359	17,651	7,623	24,413	82,349	92,377	75,587
360	18,336	6,924	23,929	81,664	93,076	76,071
361	20,207	6,888	24,777	79,793	93,112	75,223
362	21,207	7,013	26,147	78,793	92,987	73,853
363	22,179	6,821	27,269	77,821	93,179	72,731
364	23,236	6,911	28,677	76,764	93,089	71,323
365	24,442	7,079	29,692	75,558	92,921	70,308
366	25,446	7,076	30,76	74,554	92,924	69,24
367	26,878	7,162	32,14	73,122	92,838	67,86
368	28,252	7,045	33,479	71,748	92,955	66,521
369	29,373	7,228	34,621	70,627	92,772	65,379
370	30,705	7,23	36,443	69,295	92,77	63,557
371	31,973	7,33	37,648	68,027	92,67	62,352
372	33,18	7,471	39,102	66,82	92,529	60,898
373	34,454	7,524	40,134	65,546	92,476	59,866
374	35,666	7,414	41,048	64,334	92,586	58,952
375	36,87	7,605	42,043	63,13	92,395	57,957
376	38,181	7,652	43,752	61,819	92,348	56,248
377	39,227	7,79	44,012	60,773	92,21	55,988
378	40,292	7,909	45,168	59,708	92,091	54,832

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
379	41,336	8,037	45,926	58,664	91,963	54,074
380	42,41	8,212	46,461	57,59	91,788	53,539
381	43,336	8,411	47,58	56,664	91,589	52,42
382	44,231	8,643	48,053	55,769	91,357	51,947
383	45,178	8,702	48,749	54,822	91,298	51,251
384	46,115	8,978	49,274	53,885	91,022	50,726
385	46,661	9,273	50,255	53,339	90,727	49,745
386	47,42	9,511	50,436	52,58	90,489	49,564
387	48,215	9,952	51,279	51,785	90,048	48,721
388	49,037	10,275	51,688	50,963	89,725	48,312
389	49,666	10,69	52,147	50,334	89,31	47,853
390	50,215	11,266	52,434	49,785	88,734	47,566
391	50,703	11,861	52,834	49,297	88,139	47,166
392	51,413	12,558	53,424	48,587	87,442	46,576
393	51,859	13,388	53,702	48,141	86,612	46,298
394	52,242	14,178	54,01	47,758	85,822	45,99
395	52,553	15,218	54,225	47,447	84,782	45,775
396	53,151	16,219	54,881	46,849	83,781	45,119
397	53,612	17,442	55,215	46,388	82,558	44,785
398	54,086	18,6	54,965	45,914	81,4	45,035
399	54,411	20,284	55,295	45,589	79,716	44,705
400	54,936	21,619	55,638	45,064	78,381	44,362
401	55,011	23,151	55,948	44,989	76,849	44,052
402	55,528	24,854	56,252	44,472	75,146	43,748
403	55,809	26,645	56,34	44,191	73,355	43,66
404	55,876	28,517	56,691	44,124	71,483	43,309
405	56,255	30,51	56,808	43,745	69,49	43,192

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
406	56,522	32,712	56,831	43,478	67,288	43,169
407	56,9	34,737	57,082	43,1	65,263	42,918
408	56,87	36,528	57,109	43,13	63,472	42,891
409	57,224	38,597	57,399	42,776	61,403	42,601
410	57,404	40,41	57,35	42,596	59,59	42,65
411	57,701	42,154	57,841	42,299	57,846	42,159
412	58,028	43,907	57,761	41,972	56,093	42,239
413	58,159	45,337	57,858	41,841	54,663	42,142
414	58,409	46,758	57,771	41,591	53,242	42,229
415	58,394	47,856	58,203	41,606	52,144	41,797
416	58,661	49,028	57,945	41,339	50,972	42,055
417	58,943	49,739	58,221	41,057	50,261	41,779
418	59,131	50,714	58,357	40,869	49,286	41,643
419	59,27	51,563	58,546	40,73	48,437	41,454
420	59,445	52,084	58,78	40,555	47,916	41,22
421	59,47	52,704	58,511	40,53	47,296	41,489
422	59,656	53,346	58,766	40,344	46,654	41,234
423	59,891	53,951	58,998	40,109	46,049	41,002
424	60,103	54,364	59,222	39,897	45,636	40,778
425	60,039	54,855	59,273	39,961	45,145	40,727
426	60,252	55,328	59,514	39,748	44,672	40,486
427	60,358	55,603	59,433	39,642	44,397	40,567
428	60,599	55,814	59,521	39,401	44,186	40,479
429	60,667	56,314	59,756	39,333	43,686	40,244
430	60,788	56,758	59,689	39,212	43,242	40,311
431	60,814	56,99	59,682	39,186	43,01	40,318
432	61,143	57,497	59,769	38,857	42,503	40,231

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
433	61,217	57,666	59,943	38,783	42,334	40,057
434	61,292	57,986	60,101	38,708	42,014	39,899
435	61,394	58,284	60,184	38,606	41,716	39,816
436	61,58	58,553	60,222	38,42	41,447	39,778
437	61,658	58,896	60,255	38,342	41,104	39,745
438	61,874	58,94	60,442	38,126	41,06	39,558
439	61,771	59,218	60,564	38,229	40,782	39,436
440	62,016	59,377	60,965	37,984	40,623	39,035
441	62,158	59,805	60,922	37,842	40,195	39,078
442	62,263	59,973	60,974	37,737	40,027	39,026
443	62,479	60,121	61,044	37,521	39,879	38,956
444	62,573	60,448	60,951	37,427	39,552	39,049
445	62,607	60,629	61,275	37,393	39,371	38,725
446	62,704	60,852	61,417	37,296	39,148	38,583
447	62,752	61,13	61,671	37,248	38,87	38,329
448	62,747	61,324	61,768	37,253	38,676	38,232
449	63,052	61,473	61,65	36,948	38,527	38,35
450	63,069	61,574	61,632	36,931	38,426	38,368
451	63,083	61,862	61,948	36,917	38,138	38,052
452	63,38	61,856	62,013	36,62	38,144	37,987
453	63,437	62,195	62,03	36,563	37,805	37,97
454	63,417	62,25	62,019	36,583	37,75	37,981
455	63,608	62,756	62,057	36,392	37,244	37,943
456	63,612	62,663	62,291	36,388	37,337	37,709
457	63,783	62,935	62,553	36,217	37,065	37,447
458	63,791	63,104	62,604	36,209	36,896	37,396
459	64,024	63,071	62,556	35,976	36,929	37,444

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
460	64,035	63,298	62,737	35,965	36,702	37,263
461	64,282	63,368	62,787	35,718	36,632	37,213
462	64,342	63,582	62,914	35,658	36,418	37,086
463	64,362	63,809	62,823	35,638	36,191	37,177
464	64,357	63,94	62,926	35,643	36,06	37,074
465	64,406	63,907	63,077	35,594	36,093	36,923
466	64,6	64,192	63,208	35,4	35,808	36,792
467	64,709	64,188	63,445	35,291	35,812	36,555
468	64,641	64,278	63,321	35,359	35,722	36,679
469	64,803	64,456	63,371	35,197	35,544	36,629
470	64,755	64,394	63,522	35,245	35,606	36,478
471	64,857	64,659	63,638	35,143	35,341	36,362
472	65,083	64,827	63,759	34,917	35,173	36,241
473	65,105	64,87	63,776	34,895	35,13	36,224
474	65,06	65,132	63,991	34,94	34,868	36,009
475	65,103	65,027	64,061	34,897	34,973	35,939
476	65,184	65,134	64,204	34,816	34,866	35,796
477	65,244	65,247	64,334	34,756	34,753	35,666
478	65,352	65,448	64,297	34,648	34,552	35,703
479	65,289	65,46	64,4	34,711	34,54	35,6
480	65,535	65,614	64,406	34,465	34,386	35,594
481	65,532	65,55	64,513	34,468	34,45	35,487
482	65,68	65,611	64,543	34,32	34,389	35,457
483	65,829	65,813	64,42	34,171	34,187	35,58
484	65,923	65,831	64,653	34,077	34,169	35,347
485	65,868	65,965	64,59	34,132	34,035	35,41
486	65,894	66,161	64,674	34,106	33,839	35,326

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
487	65,851	66,37	65,033	34,149	33,63	34,967
488	66,043	66,173	65,039	33,957	33,827	34,961
489	66,161	66,255	64,993	33,839	33,745	35,007
490	66,272	66,331	65,109	33,728	33,669	34,891
491	66,135	66,353	65,259	33,865	33,647	34,741
492	66,356	66,628	65,248	33,644	33,372	34,752
493	66,475	66,579	65,277	33,525	33,421	34,723
494	66,432	66,675	65,3	33,568	33,325	34,7
495	66,483	66,655	65,421	33,517	33,345	34,579
496	66,565	66,878	65,321	33,435	33,122	34,679
497	66,664	66,608	65,295	33,336	33,392	34,705
498	66,733	66,707	65,569	33,267	33,293	34,431
499	66,759	66,963	65,657	33,241	33,037	34,343
500	66,872	67,165	65,762	33,128	32,835	34,238
501	66,959	67,236	65,852	33,041	32,764	34,148
502	67,061	67,188	65,788	32,939	32,812	34,212
503	67,14	67,227	65,694	32,86	32,773	34,306
504	67,186	66,974	65,794	32,814	33,026	34,206
505	67,223	67,229	65,932	32,777	32,771	34,068
506	67,165	67,343	65,971	32,835	32,657	34,029
507	67,271	67,534	65,932	32,729	32,466	34,068
508	67,448	67,438	66,188	32,552	32,562	33,812
509	67,459	67,574	66,103	32,541	32,426	33,897
510	67,479	67,613	66,234	32,521	32,387	33,766
511	67,529	67,599	66,219	32,471	32,401	33,781
512	67,592	67,7	66,409	32,408	32,3	33,591
513	67,638	67,599	66,231	32,362	32,401	33,769

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
514	67,824	67,815	66,202	32,176	32,185	33,798
515	67,711	67,853	66,241	32,289	32,147	33,759
516	67,816	68,025	66,365	32,184	31,975	33,635
517	67,937	67,984	66,559	32,063	32,016	33,441
518	67,96	67,947	66,554	32,04	32,053	33,446
519	68,04	68,037	66,617	31,96	31,963	33,383
520	68,112	67,931	66,512	31,888	32,069	33,488
521	67,993	68,077	66,576	32,007	31,923	33,424
522	68,002	68,292	66,826	31,998	31,708	33,174
523	68,195	68,239	66,859	31,805	31,761	33,141
524	68,21	68,233	66,682	31,79	31,767	33,318
525	68,375	68,311	66,771	31,625	31,689	33,229
526	68,309	68,196	66,76	31,691	31,804	33,24
527	68,346	68,321	66,8	31,654	31,679	33,2
528	68,347	68,379	66,782	31,653	31,621	33,218
529	68,489	68,303	66,942	31,511	31,697	33,058
530	68,481	68,253	66,855	31,519	31,747	33,145
531	68,52	68,419	67,134	31,48	31,581	32,866
532	68,539	68,359	67,041	31,461	31,641	32,959
533	68,501	68,385	67,12	31,499	31,615	32,88
534	68,668	68,59	67,085	31,332	31,41	32,915
535	68,779	68,579	67,043	31,221	31,421	32,957
536	68,709	68,527	66,711	31,291	31,473	33,289
537	68,872	68,782	67,168	31,128	31,218	32,832
538	68,954	68,799	67,3	31,046	31,201	32,7
539	68,936	68,721	67,348	31,064	31,279	32,652
540	68,97	68,813	67,331	31,03	31,187	32,669

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
541	69,023	68,9	67,447	30,977	31,1	32,553
542	68,99	68,848	67,267	31,01	31,152	32,733
543	69,083	68,912	67,4	30,917	31,088	32,6
544	69,034	68,829	67,413	30,966	31,171	32,587
545	69,177	68,819	67,297	30,823	31,181	32,703
546	69,221	68,997	67,403	30,779	31,003	32,597
547	69,183	69,043	67,38	30,817	30,957	32,62
548	69,174	69,049	67,397	30,826	30,951	32,603
549	69,173	69,016	67,381	30,827	30,984	32,619
550	69,342	68,982	67,691	30,658	31,018	32,309
551	69,368	69,019	67,651	30,632	30,981	32,349
552	69,38	69,041	67,537	30,62	30,959	32,463
553	69,466	69,11	67,758	30,534	30,89	32,242
554	69,446	69,209	67,7	30,554	30,791	32,3
555	69,56	69,212	67,435	30,44	30,788	32,565
556	69,608	69,116	67,503	30,392	30,884	32,497
557	69,664	69,165	67,549	30,336	30,835	32,451
558	69,629	69,128	67,79	30,371	30,872	32,21
559	69,597	69,179	67,589	30,403	30,821	32,411
560	69,746	69,189	67,792	30,254	30,811	32,208
561	69,737	69,189	67,773	30,263	30,811	32,227
562	69,839	69,153	67,784	30,161	30,847	32,216
563	69,788	69,325	67,947	30,212	30,675	32,053
564	69,847	69,408	67,632	30,153	30,592	32,368
565	70,073	69,333	67,813	29,927	30,667	32,187
566	69,978	69,266	67,776	30,022	30,734	32,224
567	69,936	69,37	67,896	30,064	30,63	32,104

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
568	70,093	69,392	67,822	29,907	30,608	32,178
569	70,058	69,249	67,844	29,942	30,751	32,156
570	70,041	69,292	68,085	29,959	30,708	31,915
571	70,116	69,408	67,949	29,884	30,592	32,051
572	70,154	69,554	68,074	29,846	30,446	31,926
573	70,119	69,44	68,175	29,881	30,56	31,825
574	70,145	69,516	68,199	29,855	30,484	31,801
575	70,221	69,496	68,163	29,779	30,504	31,837
576	70,27	69,565	68,045	29,73	30,435	31,955
577	70,351	69,475	68,231	29,649	30,525	31,769
578	70,473	69,484	68,21	29,527	30,516	31,79
579	70,395	69,479	68,127	29,605	30,521	31,873
580	70,337	69,527	68,202	29,663	30,473	31,798
581	70,514	69,623	68,21	29,486	30,377	31,79
582	70,486	69,484	68,263	29,514	30,516	31,737
583	70,485	69,682	68,243	29,515	30,318	31,757
584	70,558	69,626	68,307	29,442	30,374	31,693
585	70,714	69,522	68,098	29,286	30,478	31,902
586	70,77	69,518	68,246	29,23	30,482	31,754
587	70,57	69,64	68,195	29,43	30,36	31,805
588	70,763	69,49	68,243	29,237	30,51	31,757
589	70,77	69,49	68,414	29,23	30,51	31,586
590	70,787	69,675	68,442	29,213	30,325	31,558
591	70,885	69,678	68,498	29,115	30,322	31,502
592	70,946	69,722	68,323	29,054	30,278	31,677
593	71,057	69,719	68,456	28,943	30,281	31,544
594	70,927	69,904	68,503	29,073	30,096	31,497

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
595	70,869	69,754	68,251	29,131	30,246	31,749
596	70,909	69,797	68,468	29,091	30,203	31,532
597	70,998	69,656	68,578	29,002	30,344	31,422
598	70,898	69,81	68,564	29,102	30,19	31,436
599	71,077	69,756	68,547	28,923	30,244	31,453
600	71,188	69,817	68,692	28,812	30,183	31,308
601	71,259	69,916	68,433	28,741	30,084	31,567
602	71,191	69,896	68,401	28,809	30,104	31,599
603	71,318	69,818	68,494	28,682	30,182	31,506
604	71,24	69,878	68,486	28,76	30,122	31,514
605	71,327	69,783	68,51	28,673	30,217	31,49
606	71,431	69,847	68,471	28,569	30,153	31,529
607	71,313	69,87	68,477	28,687	30,13	31,523
608	71,405	70,047	68,549	28,595	29,953	31,451
609	71,432	70,007	68,404	28,568	29,993	31,596
610	71,388	70,068	68,507	28,612	29,932	31,493
611	71,472	69,945	68,533	28,528	30,055	31,467
612	71,413	70,081	68,361	28,587	29,919	31,639
613	71,423	70,001	68,443	28,577	29,999	31,557
614	71,393	70,012	68,477	28,607	29,988	31,523
615	71,419	69,984	68,501	28,581	30,016	31,499
616	71,428	70,023	68,588	28,572	29,977	31,412
617	71,41	70,186	68,648	28,59	29,814	31,352
618	71,512	70,081	68,591	28,488	29,919	31,409
619	71,521	70,099	68,588	28,479	29,901	31,412
620	71,585	70,125	68,408	28,415	29,875	31,592
621	71,515	70,206	68,419	28,485	29,794	31,581

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
622	71,602	70,11	68,512	28,398	29,89	31,488
623	71,613	70,082	68,488	28,387	29,918	31,512
624	71,576	70,047	68,642	28,424	29,953	31,358
625	71,687	70,041	68,448	28,313	29,959	31,552
626	71,747	70,09	68,559	28,253	29,91	31,441
627	71,68	70,392	68,629	28,32	29,608	31,371
628	71,599	70,174	68,588	28,401	29,826	31,412
629	71,669	70,273	68,521	28,331	29,727	31,479
630	71,719	70,235	68,373	28,281	29,765	31,627
631	71,638	70,264	68,559	28,362	29,736	31,441
632	71,623	70,235	68,43	28,377	29,765	31,57
633	71,762	70,308	68,497	28,238	29,692	31,503
634	71,704	70,268	68,617	28,296	29,732	31,383
635	71,738	70,309	68,561	28,262	29,691	31,439
636	71,68	70,267	68,623	28,32	29,733	31,377
637	71,713	70,221	68,477	28,287	29,779	31,523
638	71,783	70,226	68,498	28,217	29,774	31,502
639	71,777	70,164	68,594	28,223	29,836	31,406
640	71,71	70,193	68,483	28,29	29,807	31,517
641	71,732	70,255	68,61	28,268	29,745	31,39
642	71,634	70,276	68,642	28,366	29,724	31,358
643	71,533	70,343	68,533	28,467	29,657	31,467
644	71,625	70,302	68,555	28,375	29,698	31,445
645	71,709	70,453	68,491	28,291	29,547	31,509
646	71,729	70,323	68,352	28,271	29,677	31,648
647	71,748	70,375	68,336	28,252	29,625	31,664
648	71,709	70,427	68,491	28,291	29,573	31,509

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
649	71,773	70,264	68,524	28,227	29,736	31,476
650	71,863	70,395	68,628	28,137	29,605	31,372
651	71,721	70,296	68,477	28,279	29,704	31,523
652	71,701	70,381	68,298	28,299	29,619	31,702
653	71,7	70,328	68,524	28,3	29,672	31,476
654	71,738	70,439	68,332	28,262	29,561	31,668
655	71,625	70,277	68,179	28,375	29,723	31,821
656	71,713	70,309	68,608	28,287	29,691	31,392
657	71,79	70,361	68,556	28,21	29,639	31,444
658	71,677	70,378	68,44	28,323	29,622	31,56
659	71,678	70,456	68,544	28,322	29,544	31,456
660	71,619	70,398	68,619	28,381	29,602	31,381
661	71,631	70,424	68,341	28,369	29,576	31,659
662	71,558	70,277	68,597	28,442	29,723	31,403
663	71,695	70,451	68,562	28,305	29,549	31,438
664	71,806	70,7	68,159	28,194	29,3	31,841
665	71,704	70,366	68,141	28,296	29,634	31,859
666	71,727	70,399	68,243	28,273	29,601	31,757
667	71,617	70,41	68,404	28,383	29,59	31,596
668	71,46	70,445	68,364	28,54	29,555	31,636
669	71,599	70,36	68,495	28,401	29,64	31,505
670	71,623	70,467	68,495	28,377	29,533	31,505
671	71,567	70,494	68,318	28,433	29,506	31,682
672	71,527	70,506	68,398	28,473	29,494	31,602
673	71,512	70,535	68,214	28,488	29,465	31,786
674	71,428	70,689	68,417	28,572	29,311	31,583
675	71,484	70,491	68,202	28,516	29,509	31,798

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
676	71,577	70,555	68,138	28,423	29,445	31,862
677	71,622	70,517	68,362	28,378	29,483	31,638
678	71,455	70,461	68,248	28,545	29,539	31,752
679	71,606	70,372	68,24	28,394	29,628	31,76
680	71,637	70,576	68,216	28,363	29,424	31,784
681	71,49	70,558	68,126	28,51	29,442	31,874
682	71,477	70,485	67,979	28,523	29,515	32,021
683	71,381	70,471	68,121	28,619	29,529	31,879
684	71,509	70,496	67,975	28,491	29,504	32,025
685	71,448	70,403	68,019	28,552	29,597	31,981
686	71,474	70,534	68,034	28,526	29,466	31,966
687	71,478	70,502	68,185	28,522	29,498	31,815
688	71,404	70,718	68,178	28,596	29,282	31,822
689	71,399	70,7	68,044	28,601	29,3	31,956
690	71,41	70,508	67,973	28,59	29,492	32,027
691	71,519	70,348	67,914	28,481	29,652	32,086
692	71,469	70,453	68,172	28,531	29,547	31,828
693	71,376	70,45	68,021	28,624	29,55	31,979
694	71,306	70,711	67,908	28,694	29,289	32,092
695	71,501	70,525	67,813	28,499	29,475	32,187
696	71,576	70,483	67,886	28,424	29,517	32,114
697	71,31	70,561	68,082	28,69	29,439	31,918
698	71,284	70,633	67,886	28,716	29,367	32,114
699	71,234	70,578	68,074	28,766	29,422	31,926
700	71,362	70,503	68,005	28,638	29,497	31,995
701	71,277	70,537	67,96	28,723	29,463	32,04
702	71,402	70,576	67,94	28,598	29,424	32,06

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
703	71,495	70,642	67,999	28,505	29,358	32,001
704	71,538	70,505	68,118	28,462	29,495	31,882
705	71,349	70,602	68,001	28,651	29,398	31,999
706	71,284	70,592	68,3	28,716	29,408	31,7
707	71,355	70,724	68,25	28,645	29,276	31,75
708	71,368	70,688	67,963	28,632	29,312	32,037
709	71,46	70,772	68,005	28,54	29,228	31,995
710	71,494	70,535	68,102	28,506	29,465	31,898
711	71,28	70,604	67,949	28,72	29,396	32,051
712	71,249	70,63	67,981	28,751	29,37	32,019
713	71,368	70,763	67,978	28,632	29,237	32,022
714	71,51	70,891	67,868	28,49	29,109	32,132
715	71,298	70,705	68,086	28,702	29,295	31,914
716	71,248	70,659	68,143	28,752	29,341	31,857
717	71,278	70,744	68,019	28,722	29,256	31,981
718	71,632	70,567	68,027	28,368	29,433	31,973
719	71,619	70,728	68,143	28,381	29,272	31,857
720	71,521	70,634	68,393	28,479	29,366	31,607
721	71,501	70,602	68,163	28,499	29,398	31,837
722	71,519	70,642	68,21	28,481	29,358	31,79
723	71,42	70,79	67,944	28,58	29,21	32,056
724	71,428	70,776	67,882	28,572	29,224	32,118
725	71,535	70,769	68,254	28,465	29,231	31,746
726	71,333	70,755	67,766	28,667	29,245	32,234
727	71,561	70,686	67,758	28,439	29,314	32,242
728	71,64	70,432	68,161	28,36	29,568	31,839
729	71,483	70,671	68,228	28,517	29,329	31,772

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
730	71,536	70,808	68,336	28,464	29,192	31,664
731	71,658	70,738	68,132	28,342	29,262	31,868
732	71,51	70,882	68,002	28,49	29,118	31,998
733	71,698	70,645	68,124	28,302	29,355	31,876
734	71,693	70,647	68,399	28,307	29,353	31,601
735	71,716	70,444	68,433	28,284	29,556	31,567
736	72,02	70,88	68,335	27,98	29,12	31,665
737	71,6	70,813	68,195	28,4	29,187	31,805
738	71,465	70,572	68,028	28,535	29,428	31,972
739	71,709	70,715	68,056	28,291	29,285	31,944
740	71,831	70,804	68,169	28,169	29,196	31,831
741	71,927	70,905	67,909	28,073	29,095	32,091
742	71,93	70,798	68,242	28,07	29,202	31,758
743	71,719	71,017	68,204	28,281	28,983	31,796
744	71,814	70,795	68,468	28,186	29,205	31,532
745	71,596	70,885	68,324	28,404	29,115	31,676
746	71,501	70,578	68,26	28,499	29,422	31,74
747	71,735	70,782	68,486	28,265	29,218	31,514
748	71,8	70,724	68,266	28,2	29,276	31,734
749	71,646	70,668	68,291	28,354	29,332	31,709
750	71,754	70,723	68,21	28,246	29,277	31,79
751	71,709	70,709	68,253	28,291	29,291	31,747
752	71,562	70,872	67,905	28,438	29,128	32,095
753	71,576	70,952	68,41	28,424	29,048	31,59
754	71,539	70,914	68,344	28,461	29,086	31,656
755	71,823	70,857	68,214	28,177	29,143	31,786
756	71,706	70,781	68,443	28,294	29,219	31,557

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
757	71,721	70,557	68,219	28,279	29,443	31,781
758	71,632	70,393	68,275	28,368	29,607	31,725
759	71,79	70,731	68,344	28,21	29,269	31,656
760	71,953	70,949	68,26	28,047	29,051	31,74
761	71,646	70,886	68,419	28,354	29,114	31,581
762	71,815	71,089	68,327	28,185	28,911	31,673
763	71,57	70,88	68,388	28,43	29,12	31,612
764	71,988	71,181	68,292	28,012	28,819	31,708
765	71,916	70,912	68,315	28,084	29,088	31,685
766	72,04	70,796	68,42	27,96	29,204	31,58
767	72,026	70,929	68,567	27,974	29,071	31,433
768	71,951	70,723	68,9	28,049	29,277	31,1
769	72,052	70,905	68,259	27,948	29,095	31,741
770	72,07	70,502	68,361	27,93	29,498	31,639
771	71,982	70,844	68,373	28,018	29,156	31,627
772	71,751	70,686	68,633	28,249	29,314	31,367
773	71,57	70,901	68,793	28,43	29,099	31,207
774	71,802	70,522	68,486	28,198	29,478	31,514
775	71,767	70,572	68,427	28,233	29,428	31,573
776	71,861	70,712	68,542	28,139	29,288	31,458
777	72,13	70,929	68,719	27,87	29,071	31,281
778	71,944	71,121	68,716	28,056	28,879	31,284
779	71,935	70,532	68,698	28,065	29,468	31,302
780	72,153	70,628	68,398	27,847	29,372	31,602
781	72,318	70,558	68,404	27,682	29,442	31,596
782	71,912	70,831	68,454	28,088	29,169	31,546
783	71,591	70,862	68,739	28,409	29,138	31,261

(Lanjutan)

Panjang gelombang (nm)	% Reflektansi			% Absorbansi		
	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT	TNT	N-TNT	Pt-N-TNT
784	72,154	70,744	68,697	27,846	29,256	31,303
785	72,052	70,688	68,633	27,948	29,312	31,367
786	71,964	70,491	68,521	28,036	29,509	31,479
787	72,005	70,621	68,636	27,995	29,379	31,364
788	71,976	70,415	68,561	28,024	29,585	31,439
789	72,049	70,732	68,896	27,951	29,268	31,104
790	72,197	70,656	68,919	27,803	29,344	31,081
791	72,127	70,442	68,492	27,873	29,558	31,508
792	71,628	70,227	68,419	28,372	29,773	31,581
793	72,299	70,457	68,715	27,701	29,543	31,285
794	72,057	70,509	68,723	27,943	29,491	31,277
795	71,895	70,441	68,91	28,105	29,559	31,09
796	72,099	70,813	68,806	27,901	29,187	31,194
797	72,307	70,894	68,604	27,693	29,106	31,396
798	71,994	70,499	69,13	28,006	29,501	30,87
799	72,301	70,842	69,347	27,699	29,158	30,653
800	72,331	70,795	68,649	27,669	29,205	31,351

LAMPIRAN C. FOTO PERALATAN UTAMA

Gambar C. 1 Autoclave untuk Proses *Hydrothermal*



Gambar C. 2 Reaktor quartz untuk pengujian produksi hidrogen