



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI PREPARASI DAN KARAKTERISASI N,Ni-
*CODOPED*TiO₂**

SKRIPSI

**SITI MASTANAH R
030503059x**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
NOVEMBER 2010**

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Siti Mastanah R
NPM : 030503059x
Program Studi : Sarjana
Judul Skripsi : Studi Preparasi dan Karakterisasi N,Ni-codopedTiO₂

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Program Studi S1, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr.Jarnuzi Gunlazuardi ()
Pembimbing : Dr. Yuni Krisyuningsing K ()
Penguji : Dr. Riwandi Sihombing ()
Penguji : Drs. Sunardi,.M.Si ()
Penguji : Dr. Yoki Yulizar ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 04 Januari 2011

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Siti Mastanah R

NPM : 030503059x

Tanda Tangan : ...

Tanggal : ...

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

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

Nama : Siti Mastanah R
NPM : 030503059x
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
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 :

Studi Preparasi dan Karakterisasi N,Ni-codoped TiO₂

Beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan mempublikasikan 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 :
Pada tanggal :

Yang menyatakan

(.....)

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur saya panjatkan kepada Allah SWT karena atas rahmat, kasih sayang, dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul **Studi Preparasi dan karakterisasi N,Ni-codopedTiO₂** sesuai dengan waktu yang ditargetkan. Shalawat serta salam semoga selalu terlimpahkan kepada Rasulullah Muhammad SAW dan keluarganya yang merupakan suri tauladan bagi alam semesta. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Sience Jurusan Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan, semangat, dan doa sehingga penulis dapat bertahan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.
- (2) Kepada Dr. Jarnuzi Gunlazuardi dan Dr. Yuni K Krisnandi selaku pembimbing yang telah memberikan semangat, motivasi, saran dan ilmu yang sangat berarti bagi penulis.
- (3) Kepada Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI.
- (4) Kepada Ibu Ir. Widyastuti Samadi selaku koordinator akademik dan ibu Dra. Tresye Utari, M.Si selaku koordinator penelitian.
- (5) Seluruh dosen yang telah banyak memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
- (6) Grup meeting mingguan Pak Hedi, Pak Anthony, Pak Hendra dan Pak Nirwan atas diskusi dan masukannya yang sangat bermanfaat bagi penelitian penulis.
- (7) pihak-pihak yang telah membantu proses penelitian: tim afiliasi (kak Arya, kak Puji, Alfin, kak Ijul, kak Rasyid, Novi), pak Sutrisno 'Babeh', pak Hedi, mbak Ina, mbak Cucu, pak Sholeh, pak Marji, dan semua karyawan

Departemen Kimia FMIPA UI;

(8) Saudaraku M. Fachrulrozi dan Siti Annisa atas pengertian dan semangatnya.

(9) Kepada sahabat – sahabatku Ageng, Seffy, Cerry, Santi, Ronggo, Ana, Danil, Eli, Mutya dan Destya atas doa dan bantuannya.

(10) Teman – teman penelitian atas bantuan dan kerjasamanya: Omi, Nadiroh, Diana, Nining, Yudha, Arif, Nita, Helen, Intan, Yuli, Andrianto, Wiwit, Nadia, Destya, Rustika, Desi, Putu dan Feri.

(11) Teman – teman 2005 : Dian, Danang, Golda, Iren, Susi, Alti, Dita, Meta, Cici, Hani, Sepit dan teman – teman lainnya yang tidak bisa disebutkan satu persatu atas semangat dan doanya.

(12) Semua kerabat keluarga dan sahabat yang tidak dapat disebutkan satu-persatu.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2011

ABSTRAK

Nama : Siti Mastanah R
Program Studi : Kimia
Judul : Studi Preparasi dan Karakterisasi N,Ni-codoped TiO₂

TiO₂ merupakan semikonduktor yang memiliki energi celah sebanding dengan energi yang dipancarkan oleh cahaya UV (panjang gelombang: 320-400 nm), sehingga kurang berperan dalam kondisi lingkungan dimana sumber cahaya berasal dari matahari yang lebih banyak memiliki spektrum cahaya tampak (panjang gelombang: 400-650 nm). Nikel sulfat dan diethylamine digunakan sebagai sumber dopan logam dan non logam yang akan disisipkan pada struktur TiO₂ melalui metode sol-gel untuk meningkatkan fotokatalitik pada spektrum cahaya tampak. fotokatalis yang terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, *X-ray diffraction (XRD)*, *diffusi reflaction UV-Vis (DRS)*. Fotokatalis N,Ni-TiO₂ yang terbentuk menunjukkan terdapatnya serapan pada cahaya visible dan memiliki kemampuan mendegradasi senyawa organik *Congo Red* dibawah iridiasi cahaya tampak. Pada penelitian ini diselidiki efek penambahan doping logam dan non logam pada sifat fotokatalitik TiO₂. Hasil menunjukkan terdapatnya peningkatan fotokatalitik sebanding dengan penambahan dopan nikel pada konsentrasi tertentu. Setelah konsentrasi berlebih, hal tersebut mengurangi sifat fotokatalitik dari TiO₂.

Kata Kunci : TiO₂, nitrogen, nikel, sol-gel, dopan katalis, congo red
xiv+60 halaman : 29 gambar; 11 tabel
Daftar Pustaka : 33 (19-2010)

ABSTRACT

Name : Siti Mastanah R
Program Study : Chemistry
Title : Study of Preparation and Characterization of N, Ni-
codoped TiO₂

TiO₂ is a semiconductor which has band gap energy equal to the energy emitted by UV light (wavelength: 320-400 nm), therefore can not be operated properly under visible light (e.g Solar ray) that reach atmosphere (wavelength: 400 - 650 nm). Nickel sulfate and diethylamine are used as a source of metal and non metal dopant to be incorporated to the structure of TiO₂ by sol gel method to improve the photocatalytic in the visible spectrum. The photocatalyst was characterized by X-Ray Diffraction (XRD), UV- Vis Diffusive Reflectance Spectroscopy (DRS), Scanning Electron Microscopy (SEM). The prepared N, Ni-*codoped*TiO₂ photocatalyst showed optical absorption in the visible light region and exhibited excellent photocatalytic activity for the degradation of organic compounds (Congo Red) under visible light irradiation. The effects of adding metal and non metal doping on the photocatalytic properties of TiO₂ are investigated. The result showed that the increased photocatalytic activity observed upon addition of nikel, however excessive addition of nikel reduces the photocatalytic activity of TiO₂.

Key Words : TiO₂, nitrogen, nikel, sol-gel, dopant catalyst, congo red
xiii+60 pages : 17 pictures; 5 tables
Bibliography : 14 (2001-2009)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN	iv
KATA PENGANTAR.....	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vii
ABSTRAK	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Hipotesis	3
1.4 Tujuan Penelitian	3
2. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Semikonduktor.....	4
2.2 Semikonduktor TiO ₂	6
2.3 Dopan Katalis.....	7
2.4 Fotokatalis.....	8
2.4.1 Definisi Fotokatalis.....	8
2.4.2 Mekanisme Fotokatalisis Semikonduktor.....	9
2.4.3 Mekanisme Degradasi fotokatalitik Senyawa Organik dalam Air.....	11
2.5 Zat warna Diazo <i>Congo Red</i>	12
3. METODE PENELITIAN	14
3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian.....	14
3.1.1 Bahan.....	14
3.1.2 Peralatan	14
3.2 Prosedur Kerja.....	15
3.2.1 Pembuatan TiO ₂ , N-TiO ₂ dan N,Ni-TiO ₂	15
3.2.2 Karakterisasi Katalis TiO ₂ , N-TiO ₂ dan N,Ni-TiO ₂	16
3.2.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik.....	16
4. PEMBAHASAN.....	18
4.1 Sintesis TiO ₂ , N-TiO ₂ , dan N,Ni-TiO ₂	18
4.2 Karakterisasi TiO ₂ , N-TiO ₂ dan N,Ni-TiO ₂	19
4.2.1 Karakterisasi dengan spektrometri <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	19
4.2.2 Karakterisasi dengan <i>Diffuse Reflectance</i> UV-VIS.....	20
4.2.3 Karakterisasi dengan Xray Difraktometer (XRD).....	22

4.2.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX.....	24
4.3 Uji Aktivitas Fotokatalitik.....	26
4.3.1 Kinetika Reaksi Degradasi Fotokatalisis <i>Congo Red</i>	29
5. KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan.....	31
5.2 Saran.....	31
DAFTAR REFERENSI	32



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Bagan Kerja.....	34
Lampiran 2	Skema Sintesis TiO ₂	35
Lampiran 3	Skema Sintesis N-TiO ₂	36
Lampiran 4	Skema Sintesis N,Ni-TiO ₂	37
Lampiran 5	Perhitungan celah band-gap pada TiO ₂ , N-TiO ₂ dan N,Ni-TiO ₂ ..	38
Lampiran 6	Perhitungan Ukuran Kristal TiO ₂ , N-TiO ₂ dan N,Ni-TiO ₂ ...	41
Lampiran 7	Perhitungan Kadar Degradasi Congo Red.....	42
Lampiran 8	Kurva perhitungan tetapan kinetika orde pertama degradasi <i>Congo Red</i>	49



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Titanium dioksida merupakan fotokatalis yang efektif dan telah terbukti berpotensi dalam pemurnian limbah udara dan air. Akan tetapi, dengan celah energi (bandgap) yang lebar pada TiO_2 dengan struktur rutile sekitar 3.0 eV dan anatase yaitu sekitar 3.2 eV, setara dengan cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm, membatasi aplikasi fotokatalitiknya hanya pada daerah UV. Disamping itu, tingginya derajat rekombinasi pasangan hole dan electron yang dihasilkan merupakan salah satu faktor pembatas utama aplikasinya dalam skala besar. Dalam rangka meningkatkan kinerja fotokatalis TiO_2 , sejumlah studi yang bertujuan memodifikasi TiO_2 telah dilakukan melalui beberapa strategi, termasuk menambahkan doping logam mulia, doping dengan logam dan non logam.

Doping dengan logam dan doping non logam adalah metode yang paling layak untuk meningkatkan kinerja fotokatalitik dari TiO_2 . Ketika pasangan elektron hole bermigrasi dari bagian dalam fotokatalis ke permukaan, dopan atom logam dapat menekan rekombinasi hole dan pasangan fotoelektron, sehingga dapat meningkatkan efisiensi foto kuantum (Choi,1994). Di sisi lain, doping non logam dapat dimasukkan ke dalam struktur kisi TiO_2 , mengurangi kesenjangan celah energi, sehingga dapat merespon terhadap iluminasi cahaya tampak (Asahi, 2001).

Pada 2003, Sakatani *et al* (2003) melaporkan bahwa N dan La co-doped TiO_2 fotokatalis, yang dibuat dengan cara metode polimerisasi, dapat mendegradasi asetaldehida di bawah iradiasi cahaya tampak . Pada tahun yang sama, Zhao *et al* melaporkan bahwa perbaikan di kedua respon spektra dan efisiensi fotokatalitik dicapai melalui pendekatan gabungan doping dengan bukan logam boron dan oksida logam Ni. Mereka menunjukkan bahwa TiO_2 yang didoping oleh B (Boron) bisa memperpanjang respon spektra untuk daerah tampak dan aktivitas fotokatalitiknya sangat meningkat ketika disisipi dengan Ni. Begitupun pada 2007, Wei Wei *et al* melaporkan persiapan, karakterisasi dan

fotokatalitik boron dan cerium co-doped TiO₂ dan menunjukkan bahwa aktivitas fotokatalitik B Ce-co-TiO₂ jauh lebih tinggi daripada TiO₂ Degussa P25.

Berbagai macam metode telah dilakukan untuk mensintesis fotokatalis TiO₂ yang di dopan, seperti sputtering (Asahi, 2001), implantasi ion (Batzill, 2007; Diwald, 2004), sintering TiO₂ pada dopan suhu tinggi (Nakamura, 2004), sol-gel (Burda, 2003; Gole, 2004; Satnish, 2005; Jagadale, 2005), atau oksidasi Titanium nitrit (Morikawa, 2001), dan lain-lain. Metode Sol-gel merupakan cara yang paling sering digunakan dalam pembuatan TiO₂ nanopartikel yang didoping karena kondisi reaksi yang mudah dikontrol seperti pH, temperatur, dan laju hidrolisis. Selain itu peralatan yang dibutuhkan sederhana, biaya murah dan mudah untuk mengubah sifat fisik dari TiO₂. Dimana senyawa prekursor dilarutkan dalam pelarut organik membentuk sol, kemudian di doping dengan penambahan sumber dopan yang selanjutnya dihidrolisis perlahan untuk memperoleh gel.

Dalam skripsi ini dilaporkan hasil-hasil penelitian preparasi TiO₂ yang di doping dengan gabungan dopan nitrogen dan nikel (N,Ni-TiO₂), karakterisasi, dan uji awal kinerja fotokatalisisnya.

1.2 Perumusan Masalah

Semikonduktor memiliki energi celah, bilamana dikenai cahaya yang memiliki energi setara atau lebih besar daripada energi celahnya, menghasilkan pasangan *hole* dan electron yang dapat menginisiasi reaksi kimiawi (fotokatalitik). TiO₂ merupakan semikonduktor yang memiliki energi celah sebanding dengan energi yang dipancarkan oleh cahaya UV (panjang gelombang: 320-400 nm), sehingga kurang berperan dalam kondisi lingkungan dimana sumber cahaya berasal dari matahari yang lebih banyak memiliki spektrum cahaya tampak (panjang gelombang: 400-650 nm). Pada penelitian ini dilakukan usaha memperbaiki kinerja fotokatalis, menggunakan metode co-doping yaitu gabungan dopan logam dengan non logam untuk memperkecil energi celah dan meningkatkan sifat fotokatalitiknya. Untuk menguji peningkatan sifat fotokatalik produk yang dihasilkan maka dilakukan uji degradasi zat perwarna Congo Red dengan bantuan cahaya UV dan cahaya tampak.

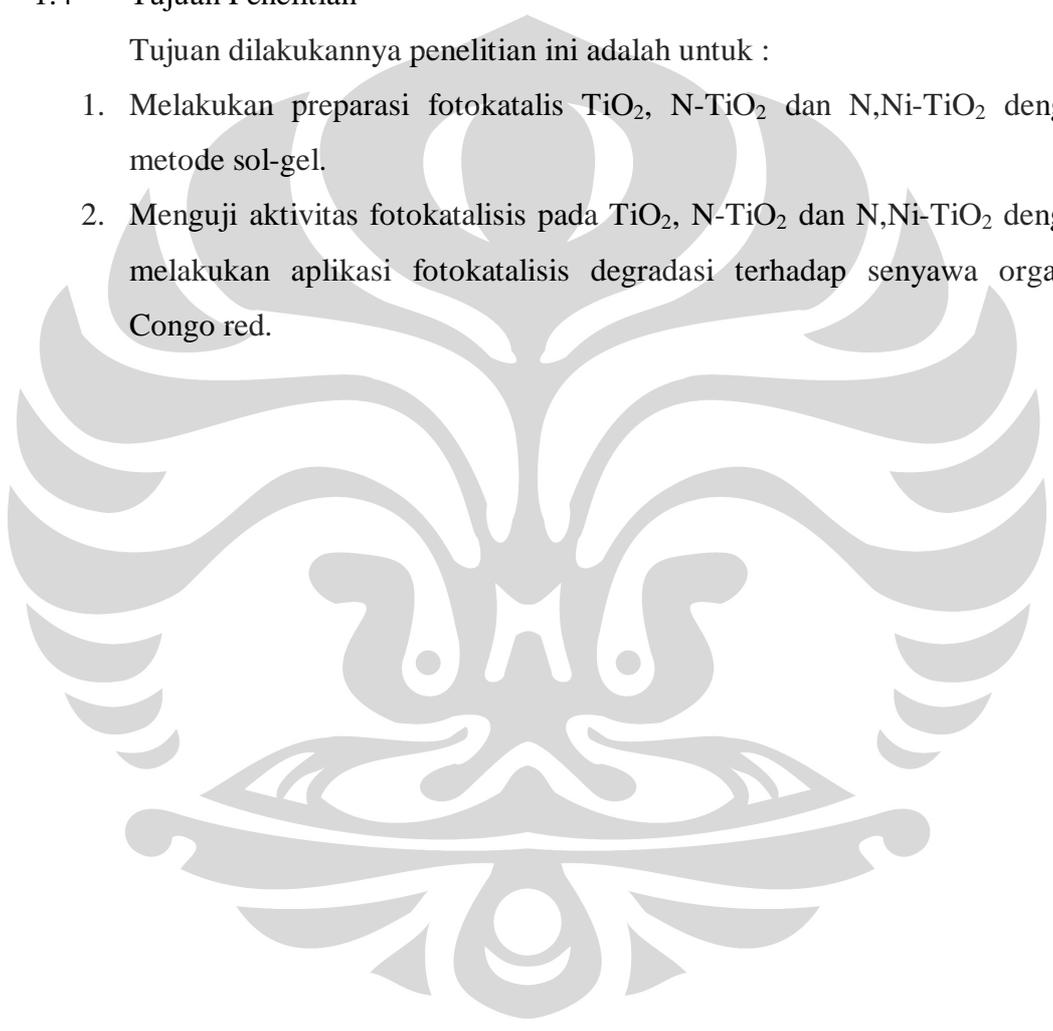
1.3 Hipotesis

Fotokatalisis TiO_2 dapat disintesis dan didoping dengan dopan gabungan logam dan non logam yaitu nitrogen dan nikel menggunakan metode sol-gel. Katalis TiO_2 yang telah didoping mempunyai aktivitas fotokatalisis yang cukup baik pada reaksi degradasi senyawa organik yaitu zat warna congo red.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk :

1. Melakukan preparasi fotokatalis TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 dengan metode sol-gel.
2. Menguji aktivitas fotokatalisis pada TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 dengan melakukan aplikasi fotokatalisis degradasi terhadap senyawa organik Congo red.

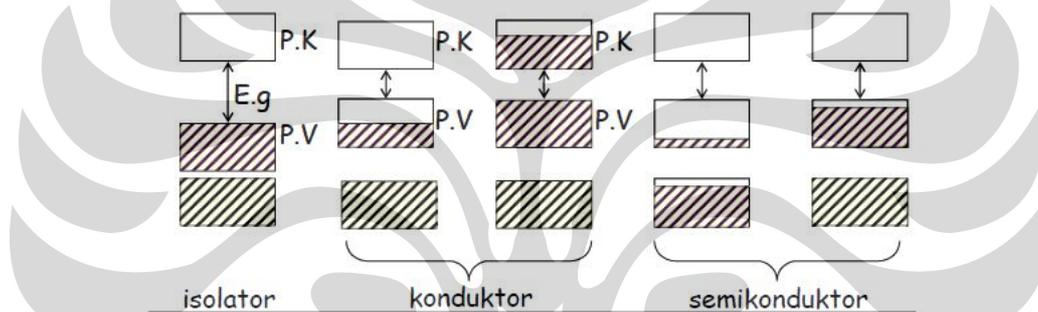


BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Semikonduktor

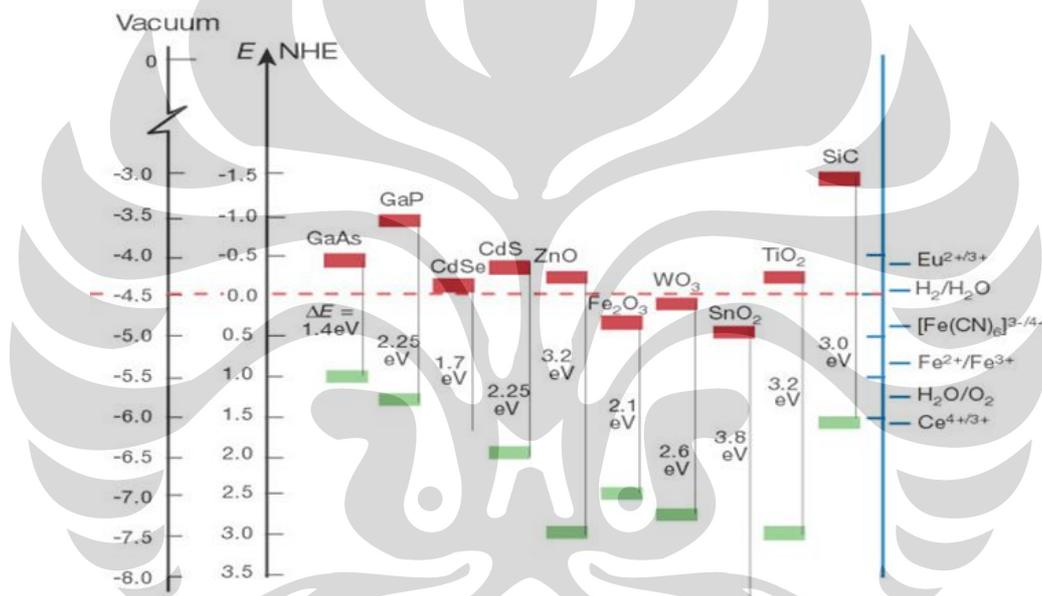
Hal yang penting untuk daya hantar listrik adalah respon elektron jika berada pada medan listrik. Dapat terlihat bahwa elektron pada kristal menyusun pita energi (gambar 2.1) yang dipisahkan oleh daerah energi dimana orbital elektron itu berada yang disebut celah energi atau celah pita yang merupakan hasil interaksi gelombang elektron konduksi dengan inti ion dari kristal.



Gambar 2.1. Skema pita energi untuk isolator, logam, dan semikonduktor. Pita yang diarsir berarti terisi elektron.

Ikatan dan distribusi elektron pada material padatan sering dideskripsikan melalui teori pita. Semikonduktor dapat dikarakterisasi melalui dua tipe pita energi, yaitu pita valensi dan pita konduksi. Di antara dua pita, terdapat band gap. Semikonduktor adalah bahan yang memiliki energi celah ($E.g$) antara 0.5-5.0 eV. Bahan dengan energi celah di atas kisaran celah energi semikonduktor adalah bahan isolator. Iluminasi cahaya pada semikonduktor menyebabkan promosi elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Keberadaan band gap pada semikonduktor mencegah penggabungan kembali electron-hole sehingga waktu hidup pasangan electron-hole menjadi lebih panjang untuk melakukan transfer elektron antar muka. Semikonduktor dapat menyerap cahaya dengan energi lebih tinggi dari band gapnya ($E.g$). Ketika foton diserap, photoelectron dan photohole

terbentuk. *Photoelectrone* dan *photohole* ini dapat dikelola untuk menjalankan reaksi redoks. Secara termodinamik, tingkat energi pada sisi pita konduksi merupakan ukuran kekuatan reduksi dari elektron, sedangkan energi pada sisi pita valensi menunjukkan kekuatan hole untuk melakukan oksidasi. Makin negatif nilai potensial sisi ini makin besar daya oksidasi hole. Oksida logam dan sulfida mewakili sebagian besar kelompok semikonduktor yang sesuai untuk reaksi fotokatalisis. Pada Gambar 2.2 ditampilkan beberapa macam bahan semikonduktor beserta band gapnya yang memberikan gambaran wilayah reaksi fotokatalisis yang dapat diakomodirnya.



Gambar 2.2 Energi pita beberapa fotokatalis

Pada umumnya, bahan semikonduktor peka terhadap suhu, karena itu suhu kerja alat sangat perlu diperhatikan. Pembawa muatan mayoritas di dalam semikonduktor tipe-p dan tipe-n, berturut-turut, adalah lubang (hole) dan elektron. Sesungguhnya pembawa muatan di dalam semikonduktor tipe-p bukan hanya lubang saja tetapi juga sejumlah kecil elektron. Sebaliknya, di dalam semikonduktor tipe-n juga terdapat sejumlah kecil lubang sebagai pembawa muatan. Pembawa muatan yang berjumlah besar dinamakan pembawa muatan mayoritas dan yang berjumlah kecil dinamakan pembawa muatan minoritas. Karena merupakan pasangan, maka konsentrasi lubang dan elektron sama besar.

Semikonduktor yang demikian itu dinamakan semikonduktor intrinsik dan konsentrasi pembawa muatannya dinamakan konsentrasi intrinsik.

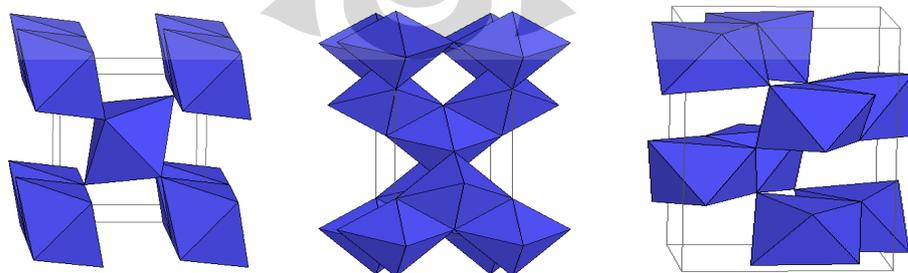
2.2. Semikonduktor TiO_2

Titanium merupakan logam transisi yang berwarna perak keabu-abuan dengan nomor atom = 22, Ar = 47,9 dan densitas = $4,507 \text{ g/cm}^3$. Titanium memiliki berat jenis rendah (ringan), kekuatan yang bagus, mudah dibentuk, tahan terhadap suhu tinggi dan memiliki resistansi korosi yang baik. Karena keunggulan sifat-sifatnya itu, logam titanium digunakan untuk berbagai aplikasi seperti menjadi campuran logam (*alloy*) yang kuat dan ringan, mesin turbin, industri pesawat terbang dan peralatan kelautan.

Salah satu senyawa titanium yang paling penting adalah titanium dioksida (TiO_2) yang merupakan material semikonduktor. Material semikonduktor TiO_2 ini sering digunakan untuk aplikasi fotokatalis. Hal ini karena TiO_2 mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan seperti bersifat lembam (inert) secara biologi dan kimia, stabil terhadap korosi akibat foton, stabil terhadap korosi akibat kimia, tidak beracun dan harganya relatif murah.

Titanium dioksida (TiO_2) berdasarkan struktur kristalnya dibagi menjadi tiga jenis, yaitu:

- Rutile*: energi celah = 3,0 eV, stabil pada suhu tinggi, bentuk kristalnya tetragonal, dan terdapat pada batuan beku.
- Anatase*: energi celah = 3,2 eV, stabil pada suhu rendah, bentuk kristalnya tetragonal.
- Brookite*: hanya terdapat pada mineral dengan struktur kristal orthorombik.



Gambar 2.3 Struktur kristal TiO_2 (kiri ke kanan): *rutile*, *anatase*, dan *brookite*.

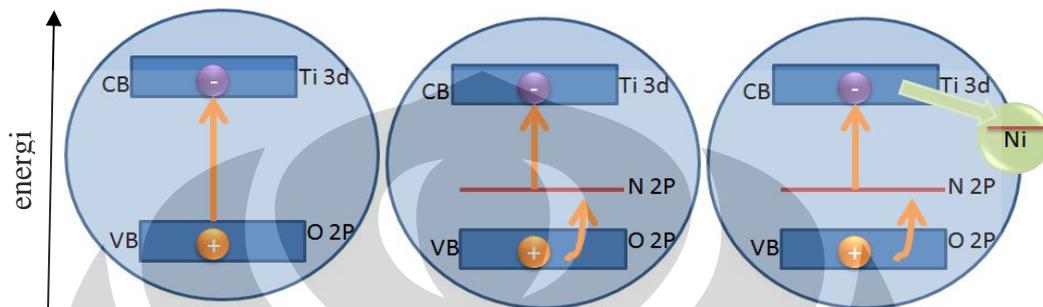
Dari ketiga struktur kristal TiO_2 di atas, yang biasa digunakan untuk aplikasi fotokatalis adalah TiO_2 dengan struktur kristal rutile dan anatase. TiO_2 jenis rutile memiliki bentuk yang stabil secara termodinamika dan lebih stabil daripada anatase dan brookite. Jenis anatase umumnya menunjukkan sifat fotoaktivasi yang lebih tinggi dibandingkan jenis rutile. Hal ini karena TiO_2 jenis anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar daripada jenis rutile. Alasan lainnya adalah perbedaan besarnya energi celah antara jenis anatase dan rutile. TiO_2 jenis anatase mempunyai energi celah 3,2 eV yang sebanding dengan cahaya UV dengan $\lambda = 388$ nm sedangkan energi celah untuk TiO_2 jenis rutile adalah 3,0 eV yang sebanding dengan cahaya UV dengan $\lambda = 413$ nm.

2.3. Dopan Katalis

Doping merupakan suatu proses memasukkan atom lain (dopan) yang bertujuan untuk memperbaiki sifat-sifat bahan sesuai peruntukannya, diantaranya meningkatkan konduktivitas semikonduktor, memperoleh semikonduktor dengan hanya satu pembawa muatan (electron atau hole) saja, atau mendapatkan semikonduktor yang memiliki energi celah lebih rendah dari asalnya. Atom-atom dopan pada semikonduktor tipe-N adalah atom-atom pentavalen dan dinamakan atom donor, sedangkan pada semikonduktor tipe-P trivalen dan dinamakan atom akseptor. Akibat doping ini maka hambatan jenis konduktor mengalami penurunan. Dengan menyisipkan dopan pada semikonduktor dapat digunakan untuk menghindari rekombinasi muatan photohole dan photoelectron, sehingga akan dihasilkannya quantum yield yang baik dan efisiensi reaksi fotokatalitik yang besar.

Dalam kasus kebutuhan menurunkan energi celah pada semikonduktor TiO_2 , dopan nitrogen lebih menarik dibanding dopan-dopan lain karena ukuran atom yang mirip dengan oksigen, energi ionisasi kecil, dan stabilitas yang baik. Selain itu dopan nitrogen dapat mempersempit band gap. Yaitu dimana nitrogen menempati orbital antara pita valensi dan pita konduksi. Orbital N-2p ini berfungsi seperti tangga untuk elektron yang berada di orbital O-2p, sehingga memudahkan elektron mencapai pita konduksi.

Sedangkan dopan nikel disisipkan dengan tujuan mencegah rekombinan terjadi. Dimana nikel memiliki fermi level atau daerah penerima elektron pada energi dibawah energi pita konduksi. Setelah iluminasi oleh cahaya dan terjadi pemisahan muatan, elektron yang berada di pita konduksi dapat ditangkap oleh nikel, sehingga menghalangi terjadinya rekombinasi.



Gambar 2.4 Skema doping N dan doping Ni

2.4. Fotokatalis

2.4.1 Definisi Fotokatalisis

Fotokatalis merupakan kombinasi dari reaksi fotokimia dan katalisis. Katalisis merupakan suatu proses yang dipercepat dengan penambahan suatu substansi (katalis). Jadi, reaksi fotokatalisis adalah suatu reaksi yang dipengaruhi oleh cahaya dan katalis secara bersama-sama. Katalis yang digunakan dalam proses ini biasa disebut fotokatalis dan memiliki kemampuan untuk mengabsorpsi foton.

Secara umum, fotokatalis dibagi menjadi dua macam, yaitu:

1. Fotokatalisis Homogen

Fotokatalisis homogen adalah proses fotokatalisis dimana katalis, medium, dan reaktan berada dalam fasa yang sama. Sehingga dalam kasus ini, interaksi antara foton dengan spesi pengabsorpsi (senyawa koordinasi dari logam transisi, zat warna organik), substrat (kontaminan) dan cahaya akan menyebabkan terjadinya modifikasi (perubahan) substrat. Proses

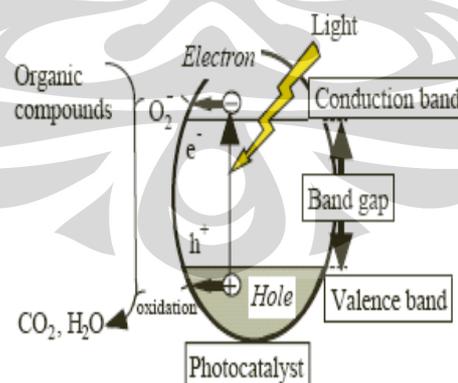
fotokatalisis ini terjadi dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon dan hidrogen peroksida.

2. Fotokatalisis Heterogen

Pada proses fotokatalisis heterogen, katalis tidak berada satu fasa dengan medium reaktan. Konsep degradasi fotokatalisis heterogen ini cukup sederhana, yaitu iradiasi padatan semikonduktor yang stabil untuk menstimulasi reaksi antar fasa permukaan padat atau larutan. Sesuai dengan definisi ini, maka zat padatnya tidak berubah dan dapat diambil lagi setelah beberapa kali siklus reaksi redoks.

2.4.2 Mekanisme Fotokatalisis Semikonduktor TiO_2

Proses awal fotokatalisis heterogen pada semikonduktor adalah terbentuknya pasangan elektron-hole dalam partikel semikonduktor. Jika suatu semikonduktor menyerap energi yang sebanding atau lebih besar dari energi celahnya, maka elektron (e^-) pada pita valensi (valence band, vb) akan tereksitasi ke pita konduksi (conduction band, cb) dengan meninggalkan lubang positif (hole, h^+). Reaksi awal pada proses fotokatalisis:



Gambar 2.5 Skema proses fotokatalisis pada permukaan semikonduktor.

Elektron pada pita konduksi akan mereduksi oksidan sedangkan hole pada pita valensi akan terjadi reaksi oksidasi. Selain itu, dapat juga terjadi rekombinasi

yaitu elektron dan lubang positif yang terbentuk tidak saling bereaksi dengan spesi lain tetapi bergabung kembali. Proses ini dapat terjadi di dalam semikonduktor dengan melepaskan panas.

Tahapan proses fotokatalisis dapat dijelaskan sebagai berikut:

- a. Reaksi pembentukan elektron konduksi dan hole valensi sebagai pembawa muatan (e^-_{CB} , h^+_{VB}) oleh foton.



- b. Penangkapan pembawa muatan.

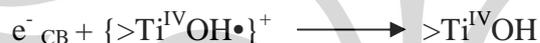
- Hole pada pita valensi terjebak dalam gugus titanol.



- Elektron pada pita konduksi terjebak pada permukaan metastabil.



- c. Rekombinasi pembawa muatan disertai pembebasan energi dalam bentuk panas.



- d. Transfer muatan antarmuka.

- Reaksi oksidasi oleh hole pada pita valensi.



- Reaksi reduksi oleh elektron pada pita konduksi.



Keterangan:

$>\text{TiOH}$: permukaan TiO_2 dalam keadaan terhidrat.

e^-_{CB} : elektron pada pita konduksi.

h^+_{VB} : hole pada pita valensi.

$\{>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}\cdot\}^+$: hole yang terjebak di permukaan.

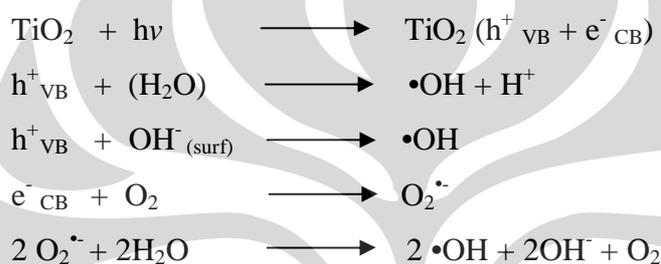
$\{>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH}\}$: elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan.

Red : reduktor, donor elektron.

Oks : oksidator, akseptor elektron.

Lubang positif (hole) pada pita valensi mempunyai sifat pengoksidasi yang sangat kuat (+1,0 sampai +3,5 V, relatif terhadap elektroda hidrogen Nerst). Elektron pada pita konduksi juga mempunyai sifat pereduksi yang sangat kuat (+0,5 sampai -1,5 V, relatif terhadap elektroda hidrogen Nerst).

Reaksi degradasi fotokatalisis senyawa organik dapat terjadi langsung oleh hole maupun secara tidak langsung oleh radikal hidroksil. Radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) dihasilkan akibat interaksi hole dengan air (H_2O) atau dengan ion hidroksil (OH^-). Radikal hidroksil juga dapat terbentuk melalui reaksi reduksi molekul oksigen oleh elektron pada pita konduksi. Reaksi pembentukan radikal hidroksil dapat dituliskan sebagai berikut:



Radikal hidroksil merupakan oksidator yang cukup kuat dan sangat reaktif dalam menyerang senyawa-senyawa organik sehingga senyawa organik dapat terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O , NH_3 dan ion-ion halida bagi senyawa yang mempunyai kandungan ion halida.

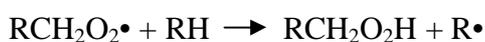
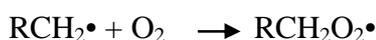
2.4.3 Mekanisme Degradasi Fotokatalitik Senyawa Organik dalam Air

Senyawa organik dalam air, dapat terdegradasi baik melalui mekanisme langsung oleh *hole* maupun secara tidak langsung oleh radikal hidroksil. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi berantai, sehingga zat organik terdegradasi sempurna menjadi CO_2 dan H_2O . Mekanisme yang terjadi adalah sebagai berikut:

Reaksi Inisiasi



Reaksi Propagasi





Pemutusan ikatan C-C (Pembentukan CO_2)

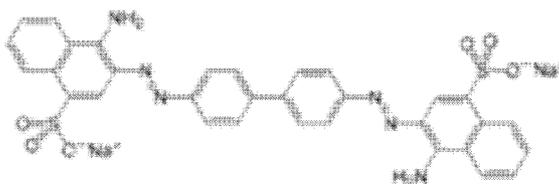


2.5 Zat Warna Diazo *Congo Red*

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan auksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Zat warna sintesis umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya yang merupakan gugus benzena. Diketahui bahwa gugus benzena sangat sulit didegradasi sehingga dibutuhkan waktu yang lama. Senyawa azo memiliki struktur umum $\text{R}-\text{N}=\text{N}-\text{R}'$, gugus $-\text{N}=\text{N}-$ ini dinamakan struktur azo. Senyawa azo dapat berupa senyawa aromatik atau alifatik. Senyawa azo aromatik bersifat stabil dan mempunyai warna menyala.

Congo Red merupakan bahan kimia yang memiliki potensi bahaya terhadap kesehatan tubuh manusia, diantaranya bila tertelan dapat mengakibatkan rasa mual pada lambung, muntah dan diare. Bahan ini juga bila terkena mata dan teradsorpsi pada kulit dapat menyebabkan iritasi, dapat mengakibatkan kerusakan sistem pernapasan, menyebabkan kanker serta menyebabkan gangguan reproduksi dan janin.

Congo Red yang memiliki rumus molekul $\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_6\text{S}_2\text{Na}_2$ juga dikenal dengan nama natrium difenil-bis-alfa-naftilamin sulfonat. Rumus struktur *Congo Red* dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 2.6 Struktur *Congo Red*

Congo Red berbentuk bubuk berwarna merah kecoklatan, di dalam air akan berwarna merah kekuningan, sedangkan jika dilarutkan dalam etanol berwarna orange. Kelarutannya dalam air adalah sebesar 25 g/L, dan pHnya sekitar 6,7 pada temperatur 20°C. Selain dapat larut dalam air *Congo Red* juga dapat larut dalam alkohol dan sedikit larut dalam aseton namun tidak larut dalam eter. *Congo Red* selain sering digunakan sebagai zat warna atau pencelup juga biasa digunakan sebagai indikator, zat warna biologis dan bahkan untuk keperluan diagnostik.

Penelitian ini menggunakan *Congo Red* sebagai zat pewarna yang diadsorpsi dikarenakan *Congo Red* mempunyai struktur di-azo dengan rantai panjang dan penggunaannya yang luas. *Congo Red* termasuk limbah yang berbahaya bila terdapat dalam ekosistem. Adapun persamaan reaksinya adalah sebagai berikut (Lachheb, 2002) :



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- Titanium Tetraisopropoksida/ TTIP (Aldrich)
- Asam Nitrat (Merck)
- Isopropil alkohol (Merck)
- Diethylamine (Merck)
- Nikel Sulfat (Merck)
- Zat warna Azo Congo Red (Merck)
- Air Destilasi

3.1.2 Peralatan

Peralatan dan instrumen yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

- Lampu UV
- Lampu visible (lampu wolfram)
- Komputer, software Power suite
- Furnace (Thermolyne)
- Spektrofotometer UV-Vis
- Fourier Transform Infra Red (FTIR)
- Scanning Electron Microscopy (SEM)
- Difraktometer sinar X (XRD)
- Peralatan-peralatan gelas

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂

3.2.1.1 Pembuatan TiO₂

Larutan koloid TiO₂ disiapkan dengan hidrolisis terkontrol dari Titanium(IV) tetraisipropoksida dalam air. Sebanyak 5 ml TTIP (97%,Aldrich) dalam isopropil alkohol (1:19) diteteskan 1ml/menit ke dalam 900 ml air distilasi pada pH 2 (dengan HNO₃). Campuran diaduk selama 12 jam. Larutan ini stabil untuk beberapa waktu.

Sol-gel yang telah terbentuk kemudian dikalsinasi menggunakan tanur dari suhu 150°C dinaikan 4°C/menit hingga mencapai 600°C, setelah itu suhu ditahan hingga 2 jam.

3.2.1.2 Pembuatan N-TiO₂

Untuk mendoping dengan nitrogen, sol TiO₂ yang sama kemudian diaduk menggunakan magnetik strirrer yang diikuti dengan penambahan larutan diethylamine (Merck) (C₄H₁₁N, 99.0%, Merck) dengan perbandingan volume sol TiO₂ terhadap volume larutan diethylamine adalah 1:1 untuk menghasilkan sol TiO₂ yang mengandung nitrogen.

Sol-gel yang telah terbentuk kemudian dikalsinasi menggunakan tanur dari suhu 150°C dinaikan 4°C/menit hingga mencapai 600°C, setelah itu suhu ditahan hingga 2 jam.

3.2.1.3 Pembuatan N,Ni-TiO₂

Untuk mendoping dengan Nikel, Nikel sulfat (NiSO₄) dilarutkan kedalam 180 ml air distilasi pH 2 (dengan HNO₃). Kemudian diaduk menggunakan magnetik stirrer yang diikuti dengan penambahan larutan diethylamine dan dilanjutkan dengan menambahkan TTIP dalam isopropil alkohol (1:19). Campuran diaduk selama 12 jam. Dilakukan variasi mol Ni terhadap TiO₂ yaitu 1%, 3%, 5% dan 10%.

Sol-gel yang telah terbentuk kemudian dikalsinasi menggunakan tanur dari suhu 150°C dinaikan 4°C/menit hingga mencapai 600°C, setelah itu suhu ditahan hingga 2 jam.

3.2.2 Karakterisasi Katalis TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂

Katalis TiO₂, N-TiO₂, dan N,Ni-TiO₂ dianalisis dengan *Diffuse Reflectance UV-Vis* untuk mengetahui energi celah kedua katalis tersebut. Pengukuran dengan alat SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan katalis TiO₂, N-TiO₂, dan N,Ni-TiO₂ serta komposisi unsur yang terkandung dalam kedua katalis tersebut. Pengukuran dengan FTIR digunakan untuk mengetahui adanya indikasi pembentukan ikatan Ti dengan Nitrogen. Pengamatan dengan alat XRD untuk mendapatkan informasi struktur kristal TiO₂, N-TiO₂, dan N,Ni-TiO₂ hasil sintesis.

3.2.3 Pengujian Aktivitas Fotokatalitik

3.2.3.1 Pembuatan Larutan Uji

Larutan induk *Congo Red* 1000 ppm dibuat dengan cara melarutkan 1 gram serbuk *Congo red* dalam 1 liter akuabides. Konsentrasi *congo red* yang digunakan untuk pengukuran adalah 1, 2, 3, 4, 5 ppm. Untuk membuat larutan tersebut, dari larutan induk dibuat larutan intermediet 100 ppm dengan cara memipet 25 ml larutan induk *congo red* ke dalam labu ukur 250 ml yang selanjutnya dari larutan intermediet tersebut dipipet 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5 ml ke dalam labu ukur 50 ml.

3.2.3.2 Proses degradasi Larutan Uji Congo Red

Larutan Congo Red sebanyak 20 ml dengan konsentrasi 4 ppm ditempatkan dalam beaker glass dengan perlakuan:

- Kontrol 1 (larutan zat congo red)
- Fotolisis (congo red + irradiasi UV black light)
- Fotolisis (congo red + irradiasi cahaya tampak)
- Katalisis (congo red + katalis TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂)

- Fotokatalisis (congo red + katalis TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 + irradiasi UV black light)
- Fotokatalisis (congo red + katalis TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 + irradiasi cahaya tampak)

Larutan sampel dilakukan pengukuran dengan spektrofotometer UV-Vis pada 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 menit.



BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis TiO₂, N-TiO₂, dan N,Ni-TiO₂

Metode yang digunakan untuk mensintesis TiO₂, N-TiO₂, dan N,Ni-TiO₂ adalah metode sol-gel yaitu pengubahan sol menjadi gel dengan menghilangkan pelarutnya. Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “wet method” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai media. Pada proses sol-gel, terjadi perubahan fase dari larutan menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) karena dihilangkannya pelarut.

Pada penelitian ini digunakan Titanium isopropoksida (TTIP) sebagai prekursor yang mengalami hidrolisis, polimerisasi membentuk rantai-rantai yang saling berikatan silang dalam pembentukan jejaring TiO₂, berikut adalah rangkain reaksi yang terjadi (Gunlazuardi, 2003):

Tahap 1: Hidrolisis



Tahap 2 : Polimerisasi Kondensasi



Untuk menambahkan doping nitrogen, pada sol TiO₂ yang telah terbentuk ditambahkan diethylamine sebagai sumber nitrogen, nitrogen yang ditambahkan akan menggantikan beberapa posisi atom oksigen pada TiO₂. Doping ini dilakukan untuk menurunkan energi celah dari semikonduktor TiO₂ tersebut. Dan untuk menambahkan doping dengan nikel ditambahkan nikel sulfat sebagai sumber nikel, doping ini bertujuan untuk menurunkan tingkat rekombinan.

Selanjutnya dari sol-gel yang telah terbentuk, dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 2 jam yaitu dengan menaikkan suhu secara bertahap dari 150°C-600°C untuk memperoleh kristal katalis yang sempurna.

Kalsinasi adalah proses pemberian panas (*thermal treatment*) terhadap suatu material padatan sehingga terjadinya dekomposisi termal, transisi fasa atau penghilangan fraksi-fraksi yang volatil. Oleh karena itu kalsinasi dilakukan dibawah titik leleh produk yang diinginkan agar tidak rusak atau hilang.

Tujuan dilakukannya proses kalsinasi pada temperatur 600°C adalah untuk memperoleh fasa kristal anatase katalis TiO₂, N-TiO₂, N,Ni-TiO₂. Suhu kalsinasi 600°C merupakan suhu optimum pembentukan kristal jenis anatase (Zhang, 2008). Kemudian kristal katalis yang didapat dikarakterisasi dan diuji sifat fotokatalitiknya dalam mendegradasi zat warna *Congo Red*.

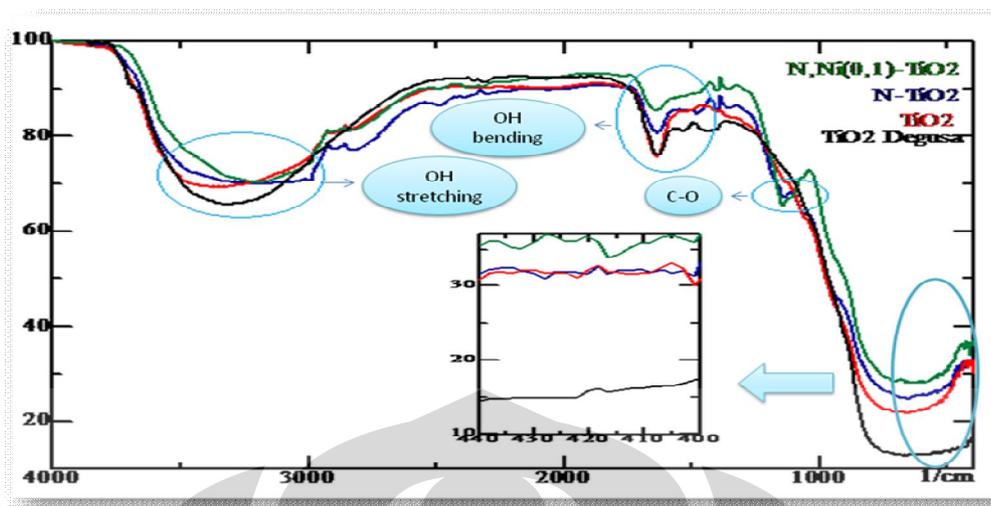
4.2 Karakterisasi TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂

4.2.1 Karakterisasi dengan spektrometri *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengukuran dengan FTIR ini bertujuan untuk mengidentifikasi indikasi keberadaan ikatan antara Ti-O- , kehadiran nitrogen atau Ni dalam matrik TiO₂ hasil sintesis.

Pada Gambar 4.1 dapat diamati karakteristik dari ikatan O-Ti-O yang muncul pada daerah bilangan gelombang 400–1250 cm⁻¹ (Jagadale, 2008; Wang, 2007). Terdapat pula puncak serapan pada 3300-2500 cm⁻¹ yang merupakan karakteristik dari vibrasi ulur OH dan 1625-1650 cm⁻¹ menandakan puncak vibrasi tekuk OH yang berasal dari pelarut yang terperangkap dalam struktur kristal TiO₂, atau gugus titanol dan 1000–1300 cm⁻¹ merupakan puncak serapan untuk vibrasi ulur C-O yang berasal dari pembakaran yang kurang sempurna.

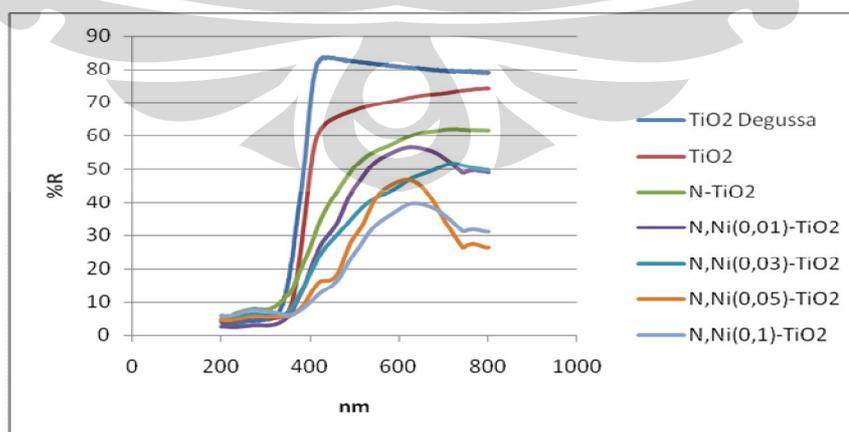
J.Sabataityté *et al* (2006) melaporkan absorpsi ikatan pada Ti-O-Ti berada pada 440 cm⁻¹. Pada daerah tersebut ditinjau juga pada kristal yang terbentuk, didapat bahwa profil puncak serapan yang dihasilkan dari TiO₂ hasil sintesis mirip dengan profil dari TiO₂ Degussa P25, namun ada beberapa perbedaan pada puncak serapan N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂ yaitu pada daerah serapan 430 cm⁻¹ yang menandakan adanya peranan N dan Ni pada ikatan Ti.



Gambar 4.1 Spektrum *Diffuse Reflectance* FTIR TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂

4.2.2 Karakterisasi dengan Diffuse Reflectance UV-VIS

Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance UV-Vis* ini bertujuan untuk mengetahui karakter serapan pada daerah panjang gelombang UV dan Visible yaitu pada panjang gelombang 200-600 nm. Pada Gambar 4.3 dapat diamati bahwa untuk TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂ dengan variasi penambahan jumlah dopan nikel memiliki serapan yang berbeda yang berbeda. Profil spektrum reflektan tersebut menunjukkan bahwa katalis TiO₂ yang telah disisipi dopan memiliki wilayah serapan didaerah sinar tampak ($\lambda > 400$ nm).



Gambar 4.2 Spektrum Diffuse Reflectance TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂(Reflektan vs Panjang Gelombang)

Berdasarkan spektrum yang diperoleh, celah energi ditentukan dengan menggunakan persamaan:

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

Dimana: $F(R)$ = Faktor Kubelka-Munk

K = Koefisien Absorpsi

S = Koefisien Scattering

R = Nilai Reflektan yang diukur

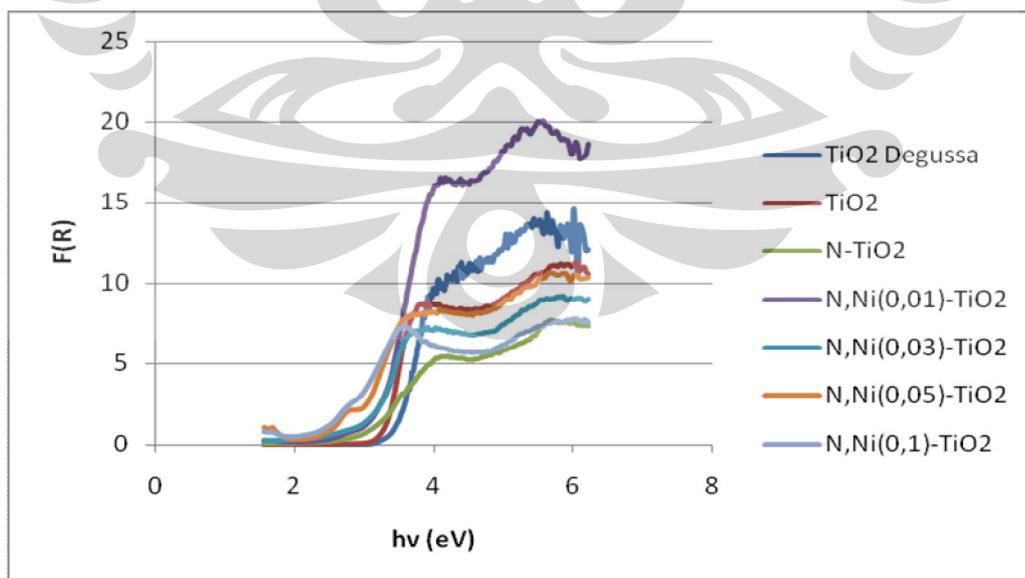
$$F(R) = A(h\nu - E_g)^{m^2}$$

Dimana: A = Konstanta Proporsional

E_g = Energi Gap (Energi celah)

$m = 1$ untuk transisi langsung yang diperbolehkan

Dengan memplotkan $F(R)$ terhadap $h\nu$ dan ekstrapolasi daerah liniernya maka dapat ditentukan nilai $h\nu$ pada $F(R) = 0$, yaitu nilai energi celah dari spesi pengabsorpsi. Dengan pendekatan tersebut energi celah fotokatalis TiO_2 maupun TiO_2 yang telah di doping dapat ditentukan.



Gambar 4.3 Spektrum Diffuse Reflectance TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 (Faktor kubelka Munk vs $h\nu$)

Dari persamaan di atas didapat nilai energi celah yang berbeda-beda untuk setiap sampel, nilai energi celah terdapat pada Tabel 4.1. pada tabel tersebut terlihat perbedaan antara TiO_2 yang belum didoping dengan yang sudah didoping, yaitu terjadinya penurunan nilai band-gap. Hal ini dibuktikan pada TiO_2 yang telah disisipi dopan memberi serapan pada panjang gelombang daerah cahaya tampak. Selain itu terlihat bahwa semakin banyak sumber nikel maka nilai band gap memiliki kenderungan semakin rendah.

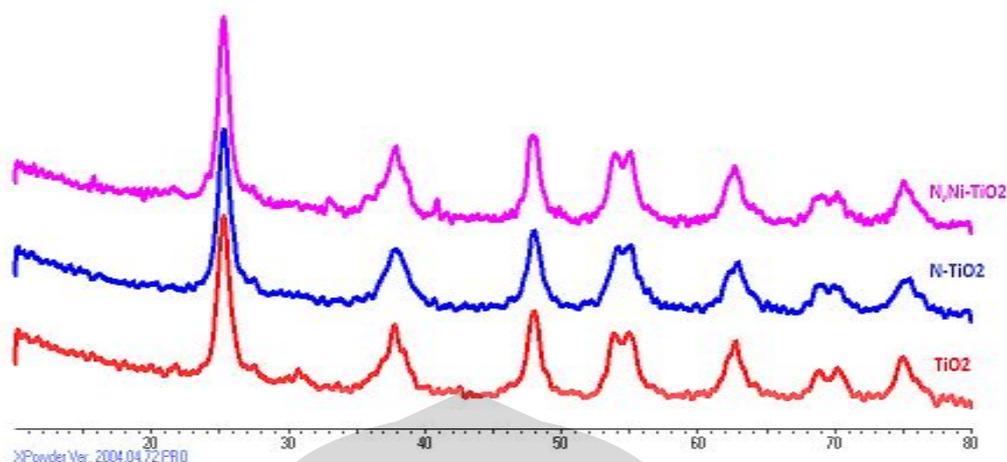
Dari nilai band gap yang dihasilkan terlihat bahwa dopan Nitrogen memiliki peranan yang besar dalam penurunan nilai band-gap kemudian band-gap semakin turun sebanding dengan banyaknya nikel yang ditambahkan.

Tabel 4.1 Nilai Band Gap TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2

Kode Sampel	Band Gap (eV)
TiO_2 Degusa	3,44
TiO_2 sintesis	3,29
N-TiO_2	2,96
N,Ni(0,01)-TiO_2	3,19
N,Ni(0,03)-TiO_2	3,02
N,Ni(0,05)-TiO_2	2,84
N,Ni(0,1)-TiO_2	2,62

4.2.3 Karakterisasi dengan Xray Difraktometer (XRD)

Sol-gel yang terbentuk mengalami penghilangan larutan yang kemudian dikalsinasi pada suhu tinggi untuk mendapatkan fasa kristalnya. Kristal yang terbentuk kemudian diukur menggunakan alat Xray Difraktometer (XRD) untuk mendapatkan informasi struktur kristal yang telah dibuat. Berikut adalah perbedaan puncak serapan antara kristal TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2 .



Gambar 4.4 Hasil analisis XRD pada katalis TiO_2 , N-TiO_2 dan N,Ni-TiO_2

Hasil analisis XRD memperlihatkan adanya puncak $2\theta = 25,3^\circ$ yang merupakan puncak dari anatase. Dan tidak terdapatnya puncak $2\theta = 27,4^\circ$ yang menandai kristal jenis rutil, sehingga dapat disimpulkan kristal yang terbentuk merupakan kristal jenis anatase. Selain itu, bentuk kristal dapat diketahui dengan membandingkan nilai 2θ atau $d(A)$ hasil pengukuran dengan kartu interpretasi data kristal TiO_2 standar. Berikut Nilai $d(A)$ hasil pengukuran dan kartu interpretasi data dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

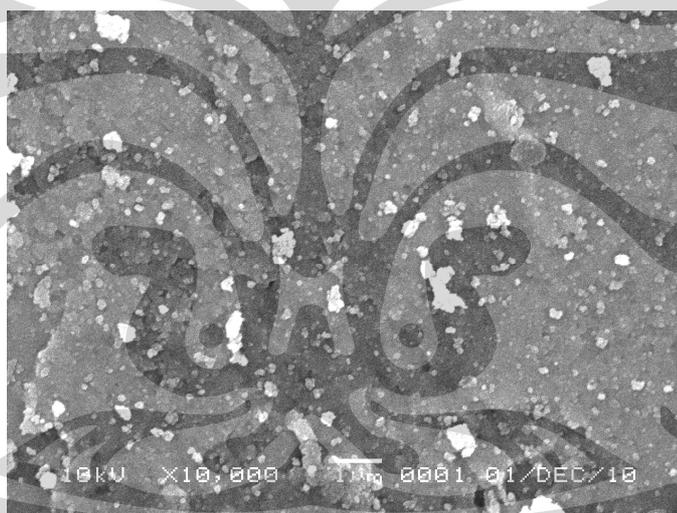
Tabel 4.2 Kartu Interpretasi Data $d(A)$

Kartu interpretasi data $d(A)$		Pengukuran $d(A)$ hasil sintesis			Keterangan
Anatase	Rutile	TiO_2	N-TiO_2	N,Ni-TiO_2	
3,520	3,240	3,521	3,512	3,521	Anatase
2,378	2,487	2,388	2,370	2,366	Anatase
1,892	2,188	1,890	1,887	1,897	Anatase
1,699	2,054	1,703	1,700	1,700	Anatase
1,666	1,687	1,669	1,669	1,669	Anatase
1,481	1,623	1,478	1,481	1,481	Anatase
1,364	1,479	1,365	1,361	1,359	Anatase
1,338	1,359	1,338	1,337	1,340	Anatase
1,265	1,346	1,265	1,261	1,266	Anatase

Dari puncak difraktogram yang diperoleh dan dengan bantuan persamaan Scherrer (data perhitungan ukuran kristalit terdapat pada Lampiran 6), dapat diprediksi ukuran kristalit masing-masing kristalnya, yaitu 9,7996 nm untuk katalis TiO₂, 8,7278 nm untuk katalis N-TiO₂ dan 10.3274 nm untuk katalis N,Ni-TiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa kisi kristal meningkat setelah didoping nikel. Alasannya mungkin bahwa sel TiO₂ diperluas karena ion Ti sebagian digantikan oleh ion nikel. Hal ini dikarenakan jari - jari ion nikel dan Ti⁴⁺ serupa. Selain itu, tidak ada difraksi jelas puncak nikel dalam pola XRD, yang membuktikan nikel masuk kedalam struktur TiO₂ anatase tanpa merusak struktur kristal TiO₂.

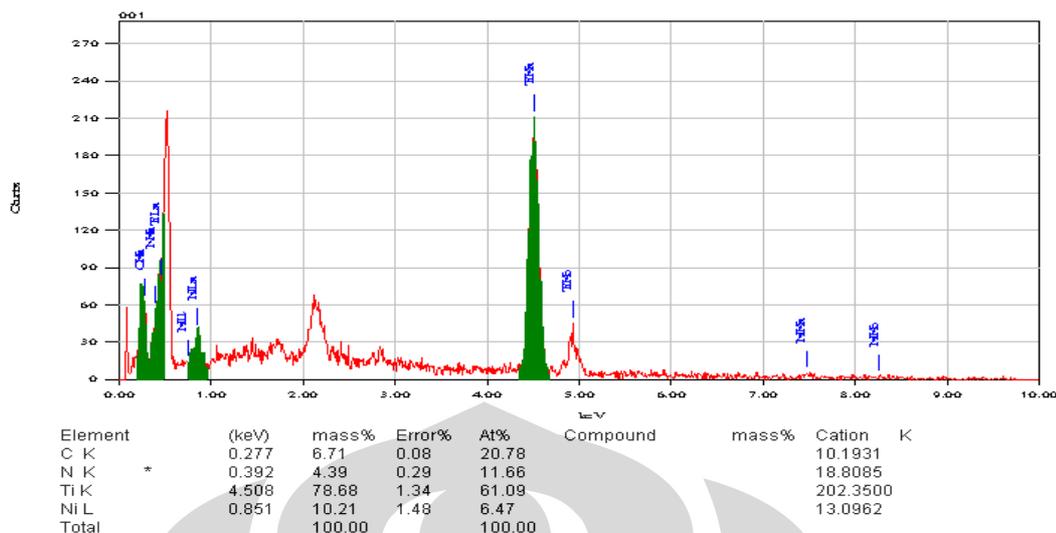
4.2.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX

Hasil pengukuran SEM-EDX memberi informasi tentang topografi permukaan dan unsur-unsur penyusun pada permukaan suatu kristal.



Gambar 4.5 Foto SEM N,Ni-TiO₂

Pada hasil foto tersebut kristal memiliki ukuran yang sangat kecil dan tersebar merata. walaupun masih terdapat beberapa gumpalan-gumpalan besar yang dapat disebabkan karena adanya pelarut yang terperangkap pada struktur kristal. Ukuran kristal yang kecil ini mempengaruhi aktivitas katalis. Hal ini dikarenakan, proses fotokatalis berlangsung pada permukaan katalis, semakin kecil ukuran partikel maka semakin luas permukaan yang aktif bertumbukan dengan substrat sehingga mempercepat reaksi fotokatalisis. Komposisi yang terdapat dalam permukaan katalis tersebut dapat diketahui dengan EDX (*Energy Dispersive Xray*).



Gambar 4.6 Hasil analisa komposisi permukaan katalis N,Ni-TiO₂ dengan SEM-EDX

Pada gambar tersebut menunjukkan kandungan unsur yang terdapat pada permukaan katalis. Sumbu x merupakan energi dari tiap unsur, sedangkan sumbu y merupakan intensitasnya. Dari spektra tersebut dapat dikonfirmasi adanya puncak N pada 0,392 KeV sebagai indikasi keberadaan elemen nitrogen dan Ni 0,851 KeV pada N,Ni-TiO₂ hasil preparasi, yang menandakan keberhasilan doping unsur nitrogen dan nikel kedalam matrik TiO₂. Kemunculan sinyal puncak C mengindikasikan adanya sisa karbon dari bahan organik prekursor yang digunakan.

Tabel 4.3 Kadar Unsur Penyusun Katalis N,Ni-TiO₂

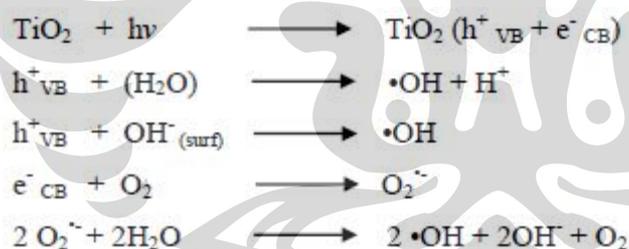
Unsur	Posisi Puncak (KeV)	Komposisi Unsur dalam N,Ni-TiO ₂ (%)
Ti	4,508	78,68
N	0,392	4,39
Ni	0,851	10,21
C	0,277	6,71

Dari hasil karakterisasi kristal TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂ terlihat perbedaan dari setiap pengukuran yang dilakukan. Pada spektra FTIR muncul

serapan baru pada daerah profil ikatan Ti-O-Ti yang menandakan bahwa terdapat peranan dopan dalam ikatan TiO₂. Pada spektra Diffuse Reflectance UV-VIS terlihat penurunan band-gap yang signifikan setelah penambahan dopan dilakukan. Begitu juga yang terlihat pada hasil pengukuran XRD terdapat puncak baru yang diperkirakan merupakan pengaruh dopan terhadap kristal TiO₂. Selain itu diinformasikan bahwa kristal yang terbentuk merupakan jenis anatase yang memiliki respon fotokatalitik yang lebih bagus dibanding rutil karena memiliki luas permukaan yang lebih luas. Oleh karena itu, untuk melihat pengaruh dari dopan logam dan non logam ini dilakukan uji fotokatalitik terhadap zat warna *Congo Red*.

4.3 Uji Aktivitas Fotokatalitik

Fotokatalis yang telah dibuat diuji sifat fotokatalitiknya dalam mendegradasi zat organik yaitu zat warna diazo *Congo Red*. Disini *Congo Red* akan terurai menjadi CO₂ dan H₂O dimulai dengan terbentuknya photohole yang akan menghasilkan oksidator kuat dan sangat reaktif terhadap senyawa organik yaitu radikal hidroksil (OH[•]), berikut mekanismenya:

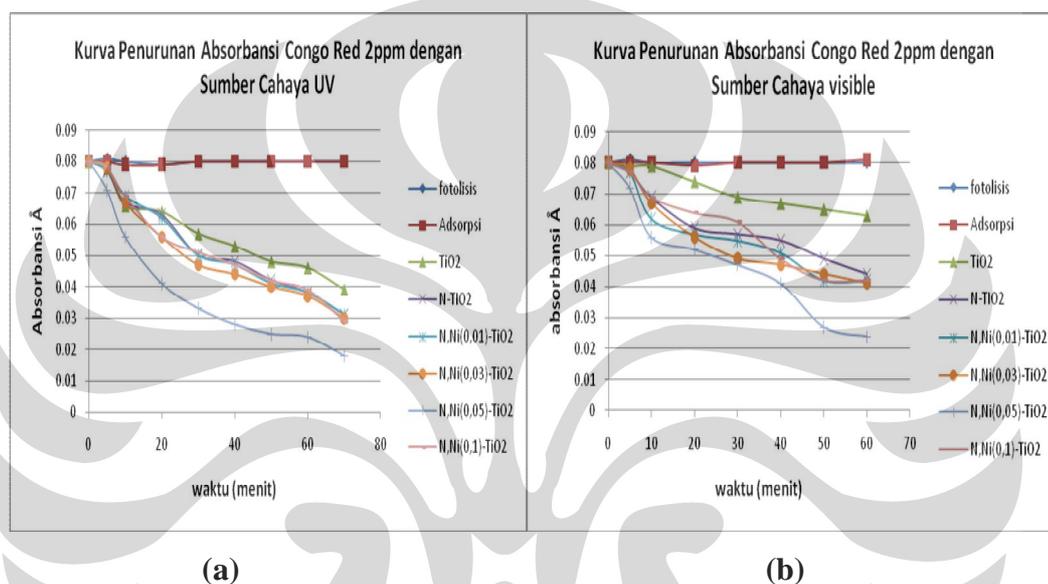


Untuk membuktikan bahwa reaksi yang terjadi merupakan reaksi fotokatalisis maka dibuat kontrol fotolisis dimana larutan *Congo Red* disinari UV dan sinar tampak tanpa diberi fotokatalis, selain itu dibuat kontrol lainnya untuk adsorpsi yaitu apakah reaksi yang terjadi merupakan degradasi dengan bantuan sinar cahaya atau karena teradsorpsi oleh katalis. Untuk kontrol adsorpsi, larutan *Congo Red* diberi katalis dan diletakan ditempat gelap tanpa pencahayaan.

Selanjutnya untuk pengujian sifat fotokatalitik itu sendiri pada masing-masing larutan *Congo Red* dengan volume dan konsentrasi yang sama diberi bubuk katalis dengan berat yang sama. Kemudian dilihat penurunan konsentrasi

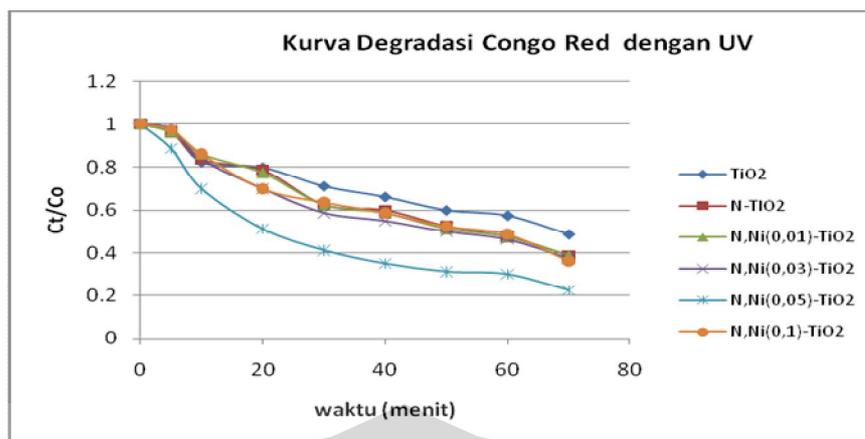
Congo Red pada $\lambda_{\max} = 500$ nm setelah diberi sinar UV maupun visible pada waktu ke waktu.

Pada kurva penurunan absorbansi *Congo Red* menggunakan visible maupun UV tidak terdapat penurunan absorbansi yang berarti pada kontrol fotolisis maupun adsorpsi. Hal ini menandakan bahwa degradasi bukan diakibatkan oleh fotolisis maupun adsorpsi melainkan fotokatalisis, dibuktikan dengan menurunnya nilai absorbansi setelah diberi fotokatalis dan diberi sinar UV atau sinar tampak.



Gambar 4.7 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo Red* 2 ppm dengan Sumber Cahaya UV(a) dan Visible (b)

Pada sumber cahaya UV semua fotokatalisis dapat mendegradasi zat warna *Congo Red* dengan nilai absorbansi akhir yang tidak terlalu jauh. Sedangkan pada sumber cahaya tampak, fotokatalis TiO₂ mengalami kesusahan untuk mendegradasi senyawa organik tersebut. Hal ini dikarenakan nilai band-gap yang terlalu besar namun masih bisa aktif dalam cahaya tampak. Hal ini sesuai dengan data yang didapat pada analisis celah band-gap menggunakan Diffuse Reflectance UV-VIS, yaitu TiO₂ yang telah didoping memiliki nilai band-gap yang lebih sempit dibandingkan dengan yang tidak didoping. Berikut adalah perbandingan relatif konsentrasi akhir dan konsentrasi awal yang menggambarkan fraksi-fraksi *Congo Red* dalam larutan.



Gambar 4.8 Kurva Degradasi Congo Red dengan UV

Tabel 4.4 % Congo Red dalam larutan

waktu (menit)	% Congo Red dalam larutan											
	TiO ₂		N-TiO ₂		N,Ni(0,01)-TiO ₂		N,Ni(0,03)-TiO ₂		N,Ni(0,05)-TiO ₂		N,Ni(0,1)-TiO ₂	
	visible	UV	visible	UV	visible	UV	Visible	UV	Visible	UV	Visible	UV
0	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
5	98.75	97.5	96.25	96.25	96.25	96.25	97.5	97.5	90	88.75	96.25	97.5
10	98.75	82.5	86.25	83.75	77.5	86.25	83.75	83.75	70	70	86.25	86.25
20	92.5	80	73.75	78.75	71.25	77.5	70	70	65	51.25	80	70
30	86.25	71.25	71.25	62.5	68.75	62.5	61.25	58.75	58.75	41.25	76.25	63.75
40	83.75	66.25	68.75	60	63.75	58.75	58.75	55	51.25	35	61.25	58.75
50	81.25	60	61.25	52.5	52.5	51.25	55	50	33.75	31.25	52.5	52.5
60	78.75	57.5	55	47.5	52.5	47.5	51.25	46.25	30	30	52.5	48.75

Dari tabel dan gambar diatas terlihat penurunan konsentrasi relatif besar pada TiO₂ yang didoping dengan dopan gabungan yaitu nitrogen dan nikel dimana mempunyai kemampuan mendegradasi zat organik lebih baik dibanding TiO₂ dengan perbandingan mol Ni terhadap mol TiO₂, 0.05 mol: 1 mol. Terlihat bahwa penambahan Ni yang terlalu banyak membuat turunya sifat fototalitiknya. Hal ini dapat terjadi karena:

- Terlalu banyak cakupan katalis TiO₂ menghalangi sejumlah energi cahaya masuk ke permukaan TiO₂, menurunkan eksitasi pasangan elektron hole sehingga menurunkan sifat katalitiknya (Carp *et al.*, 2004).
- Logam yang terlalu banyak dapat menempati sisi aktif dari permukaan TiO₂, sehingga TiO₂ kehilangan aktivitasnya (Coleman *et al.*, 2005).

- Perubahan muatan Ni menjadi negatif dapat menyerang hole sehingga menyebabkan rekombinan, dimana logam yang berlebih menjadi pusat rekombinasi (Carp *et al.*, 2004).
- Probabilitas penangkapan hole oleh partikel nikel meningkat pada muatan nikel yang penuh. (Carp *et al.*, 2004).
- Dengan muatan yang penuh, nikel dapat menangkap hole sehingga mengurangi kesempatan hole bereaksi dengan substrat pada permukaan TiO₂ (Sobana *et al.*, 2006).

4.3.1 Kinetika Reaksi Degradasi Fotokatalisis *Congo Red*

Tetapan laju degradasi *congo red* dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan kinetika Langmuir-Hinshelwood.

$$r = \frac{dC}{dt} = kr\theta = \frac{krKCo}{(1+Kco)}$$

Dimana : dC/dt = Laju degradasi *Congo Red*

K_r = tetapan laju reaksi

θ = fraksi pelingkupan katalis oleh reaktan

K = tetapan absorpsi reaktan

C_o = konsentrasi awal *congo red*

Kemudian persamaan tersebut diintegrasikan menjadi:

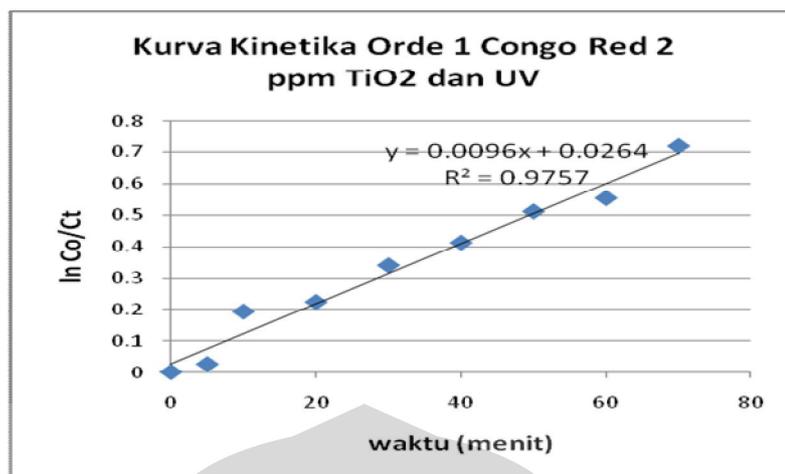
$$\ln \frac{C_o}{C} + \frac{k}{1+K_s C_s} (C_o - C) = \frac{krK}{1+K_s C_s} t$$

$$\ln \frac{C_o}{C} + k (C_o - C) = krKt$$

Jika konsentrasi awal (C_o) mempunyai nilai yang sangat rendah ($C_o \ll 1$), maka persamaan kedua akan mengikuti persamaan laju reaksi orde satu.

$$\ln \frac{C_o}{C} + k = k' t$$

Plot antara menghasilkan kurva garis lurus dengan slope k' . Berikut salah satu hasil plot antara $\ln C_o/C_t$ terhadap waktu irradiasi (t).



Gambar 4.9 Kinetika Orde 1 Congo Red 2 ppm pada TiO₂ UV

Berikut tabel hasil perhitungan kinetika orde 1 Congo Red 2 ppm untuk setiap variabel.

Tabel 4.5 Hasil perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi Congo Red

Variable	K' (ppm/menit)	
	UV	Visible
TiO ₂	0.0096	0,0043
N-TiO ₂	0.0130	0,0095
N,Ni(0,01)-TiO ₂	0.0132	0,0107
N,Ni(0,03)-TiO ₂	0,0135	0.0115
N,Ni(0,05)-TiO ₂	0,0202	0.0192
N,Ni(0,10)-TiO ₂	0,0133	0.0116

Pada tabel ini terlihat tetapan laju reaksi pada cahaya UV dan Visible tidak memiliki perbedaan yang signifikan pada TiO₂ yang telah didoping dan mengalami peningkatan setelah disisipi dopan gabungan, sehingga dapat dikatakan dopan gabungan antara logam dengan non logam ini berhasil meningkatkan sifat fotokatalitik dari TiO₂.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa :

1. Telah berhasil disintesis TiO_2 dengan penambahan dopan logam (Ni) dengan non logam (N) melalui metode sol-gel
2. Penambahan doping gabungan logam (Ni) dengan non logam (N) dapat meningkatkan sifat fotokatalik dari TiO_2 sehingga dapat aktif pada daerah cahaya visible.
3. Penambahan doping logam yang terlalu banyak dapat menurunkan sifat fotokataliknya karena dapat merubah muatan logam menjadi negatif sehingga mengganggu photohole yang terbentuk.

5.2 Saran

Saran yang bisa disampaikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Mencari aplikasi untuk menguji sifat fotokatalitik yang mempunyai sifat yang berbeda sehingga fotokatalisis ini dapat digunakan secara luas.
2. mencari konsentrasi maksimum penambahan dopan non logam dimana tidak mengganggu sifat fotokatalik dari TiO_2

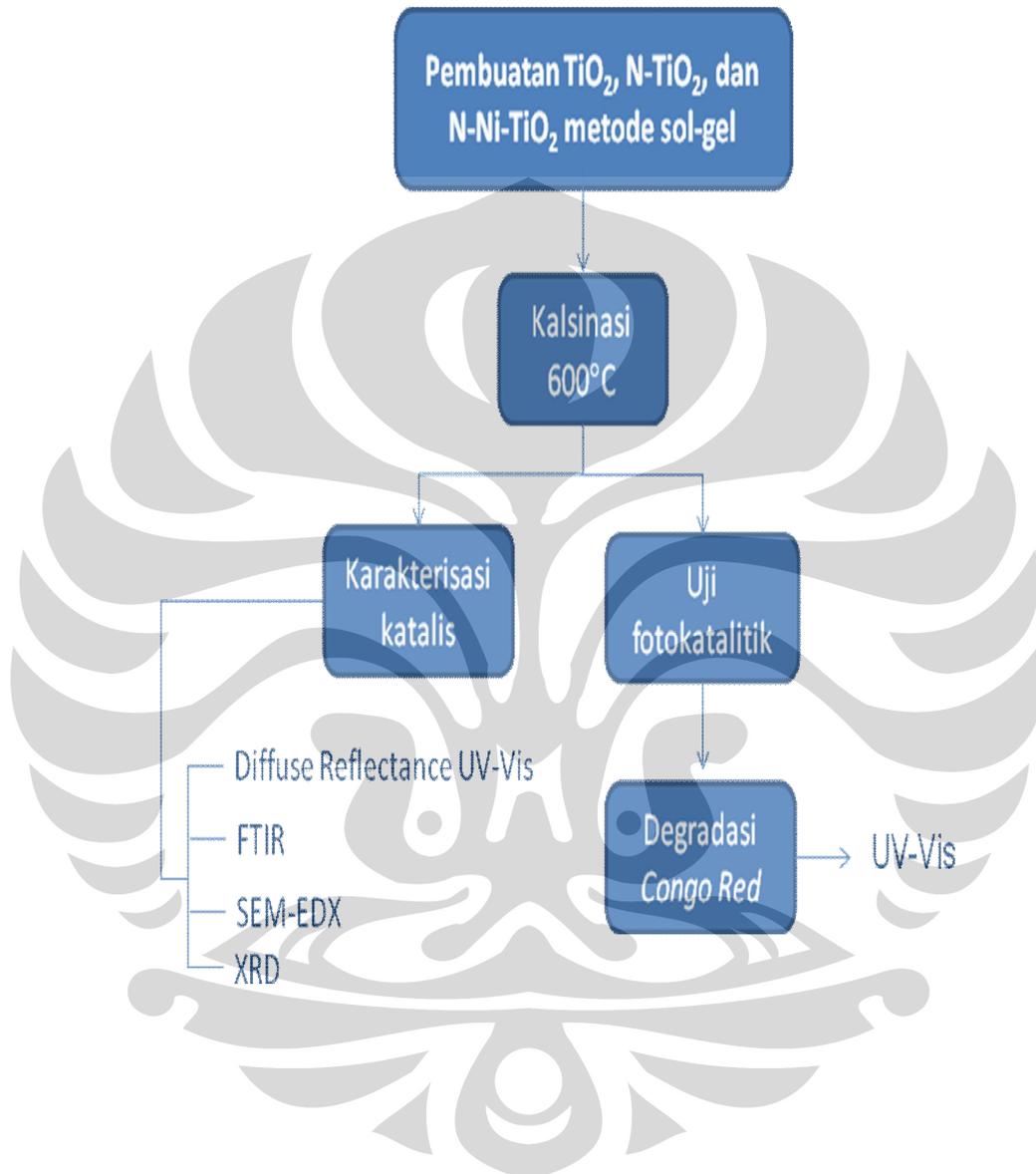
DAFTAR REFERENSI

- Aplesiasfika, Haqiki. *Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi TiO₂@Au Nanopartikel dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC)*. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI, Depok. 2007.
- Behnajady M.A., Modirshahla N., Daneshvar N. and Rabbani M. (2007) *Photocatalytic degradation of C.I. Acid Red 27 by immobilized ZnO on glass plates in continuous-mode*, J Hazard. Mater. B, 140, 257-263.
- Carp O., Huisman C.L. and Reller A. (2004) *Photoinduced reactivity of titanium dioxide*, Prog.Solid State Chem., 32, 33-177.
- Coleman H.M., Chiang K. and Amal R. (2005) *Effects of Ag and Pt on photocatalytic degradation of endocrine disrupting chemicals in water*, Chem. Eng. J, 113, 65-72.
- Cotton, F. Albert, dan Geoffrey Wilkinson. *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta: UI Press. 1989.
- Day, R.A; Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Di Paola *et al.* *Preparation of Polycrystalline TiO₂ Photocatalysts Impregnated with Various Transition Metal Ions: Characterization and Photocatalytic Activity for the Degradation of 4-Nitrophenol*. J. Phys. Chem. B (2002), 106, 637-645.
- Gunadi, Natalia. *Degradasi Fotokatalitik Remazol dalam System TiO₂ Suspensi*. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI, Depok. 2008.
- Gunlazuardi, Jarnuzi. 2003. *Bahan Kuliah Fotokatalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Ikeda, Shigeru *et al.* *Photocatalytic Activity of Transition-Metal-Loaded Titanium (IV) Oxide Powders Suspended in Aqueous Solution: Correlation with Electron-Hole Recombination Kinetics*. J. Phys. Chem, (2001), 3, 267-273.
- Lestari, Dian Novita. *Studi Preparasi dan Karakterisasi N-Doped TiO₂ dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Iso Propoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA)*. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI, Depok. 2009.
- Lachheb, H., Puzenat, E., Houas, A., Khisbi, M., Elaloui, E., Guillard, C., and Hermann, J.M. 2002. *Photocatalytic Degradation of Various Types of Dyes (Congo Red, Crocein Orange G, Methyl Red, Methylene Blue) in Water by UV-Irradiated Titania*. Appl. Catal. B. Environ. 39, 15-90.

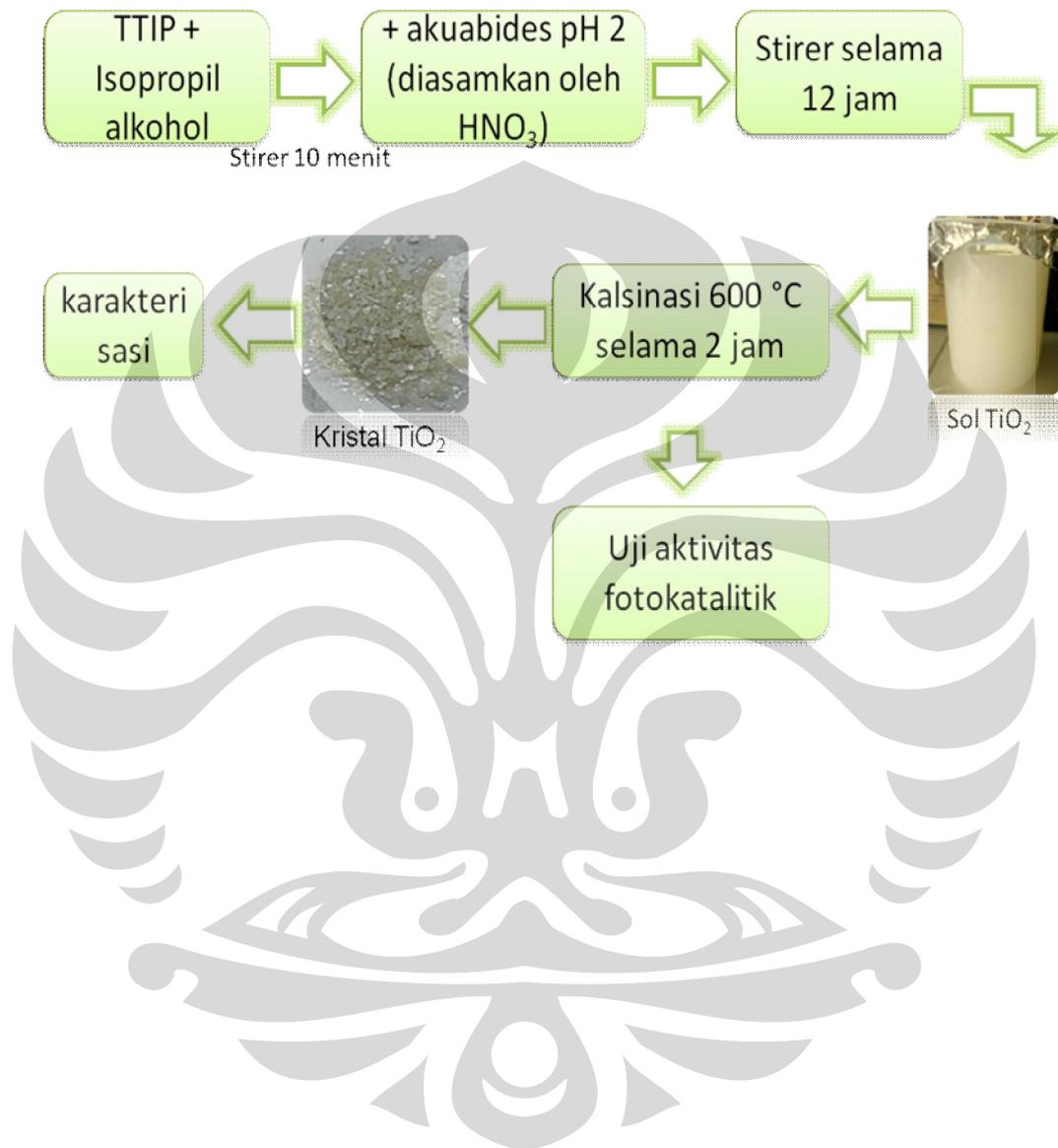
Subramanian, Vaidyanathan., Eduardo E. Wolf., dan Prashant V. Kamat. *Semiconductor-Metal Composite Nanostructures. To what Extent Do Metal Nanoparticles Improve the Photocatalytic Activity of TiO₂ Film.* J. Phys. Chem. B, (2001), 105, 11439-11446.

Sobana N., Muruganadham M. and Swaminathan M. (2006) *Nano-Ag particles doped TiO₂ for efficient photodegradation of Direct azo dyes,* J Mol. Catal. A, 258, 124-132.

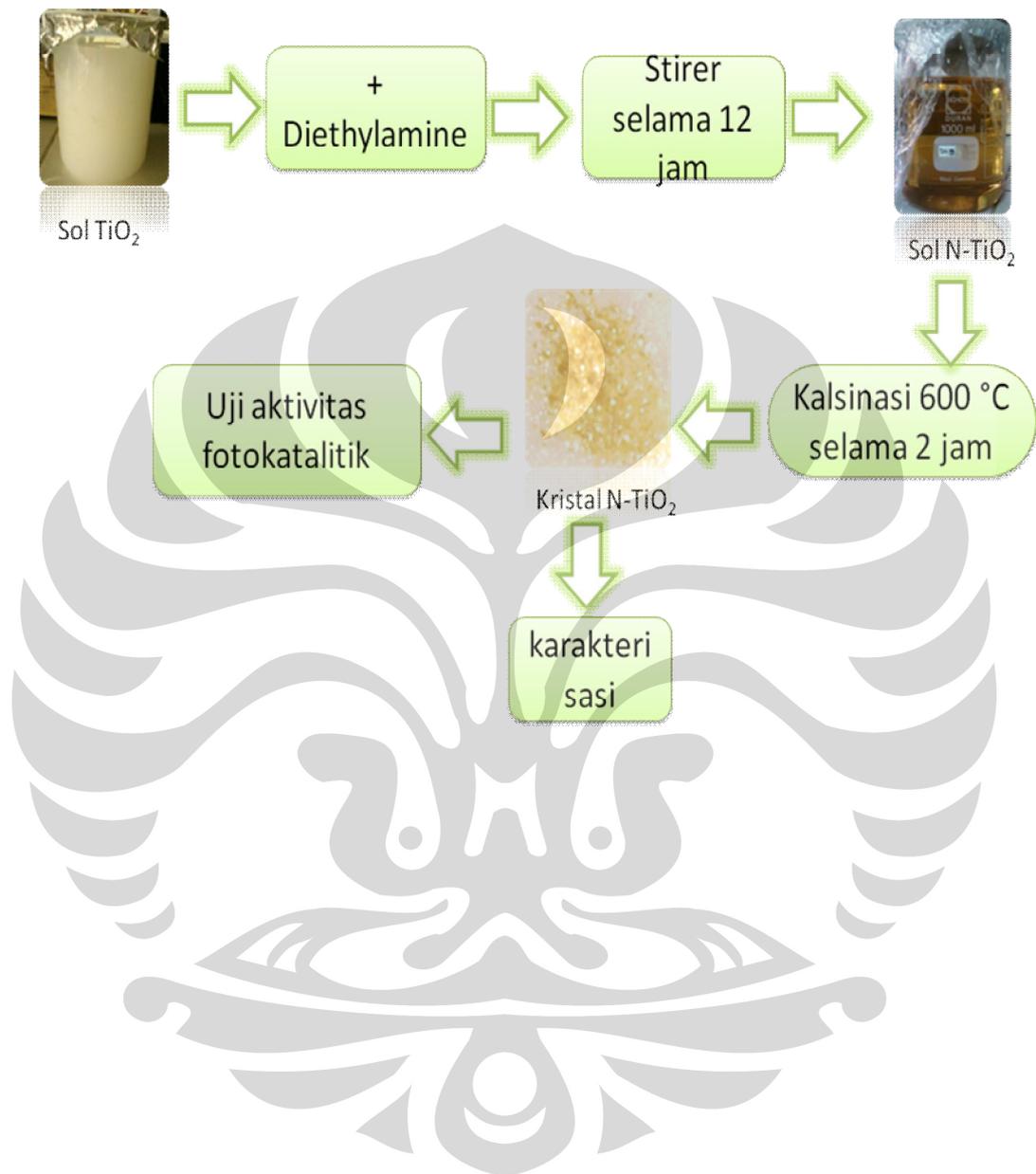


LAMPIRAN 1**Bagan Kerja**

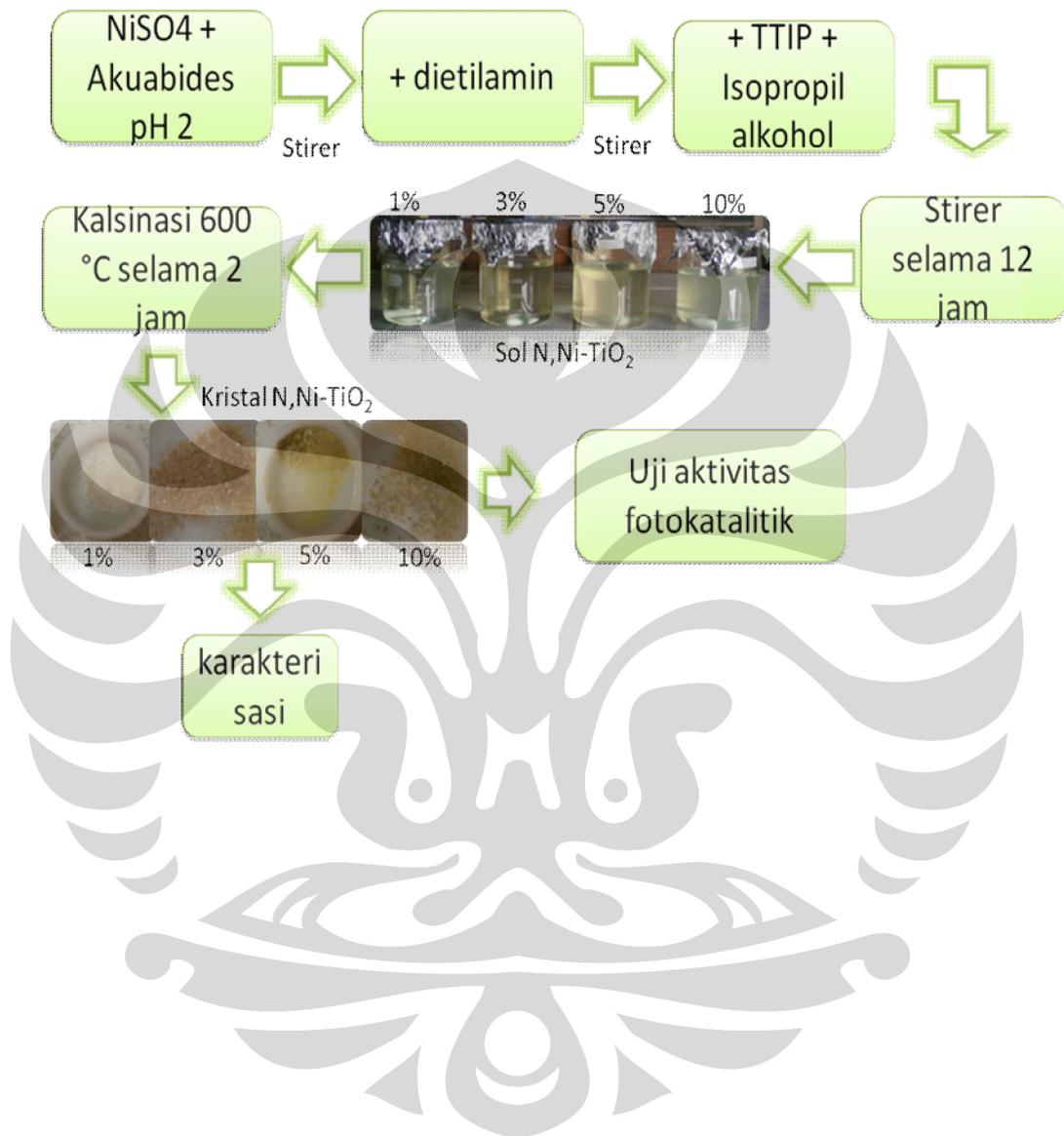
LAMPIRAN 2
Skema Sintesis TiO₂



LAMPIRAN 3
Skema Sintesis N-TiO₂



LAMPIRAN 4
Skema Sintesis N,Ni-TiO₂

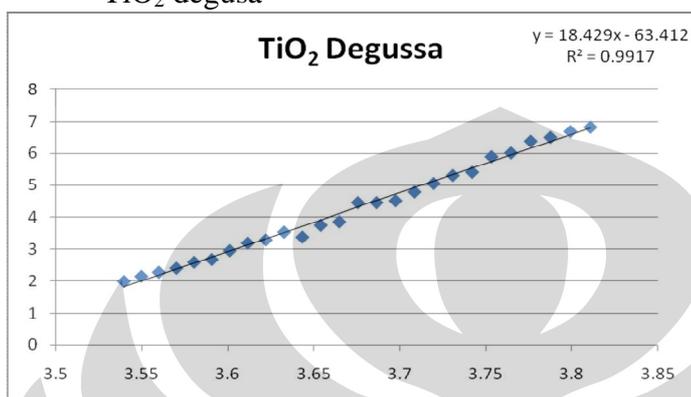


LAMPIRAN 5

Perhitungan Celah Band-Gap

Perhitungan celah band-gap pada TiO_2 , N- TiO_2 dan N,Ni- TiO_2

- TiO_2 degusa

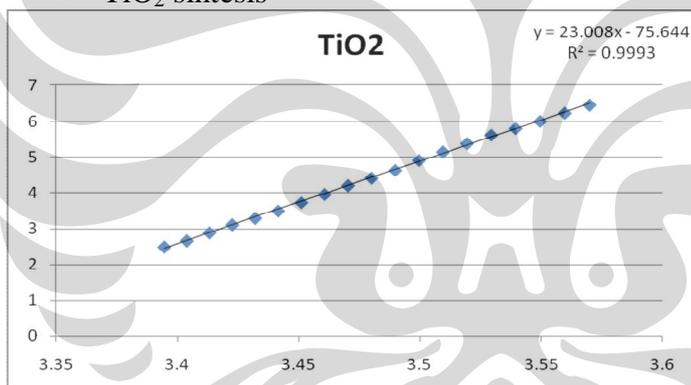


$$y = 18,429x - 63,412$$

$$y = 0 \rightarrow x = 3,44$$

$$\text{band-gap} = 3,44 \text{ eV}$$

- TiO_2 sintesis

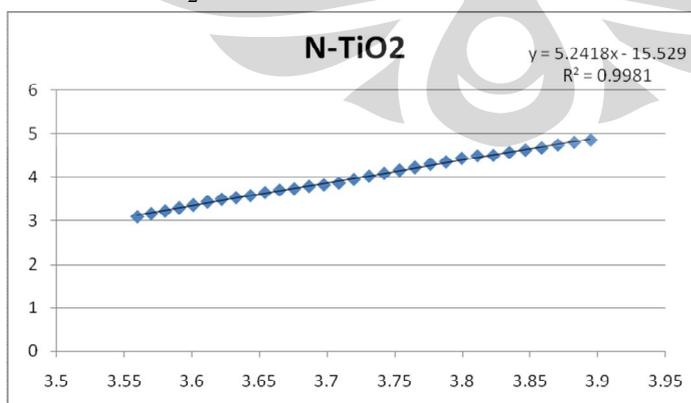


$$y = 23,325x - 75,84$$

$$y = 0 \rightarrow x = 3,25$$

$$\text{band-gap} = 3,25 \text{ eV}$$

- N- TiO_2



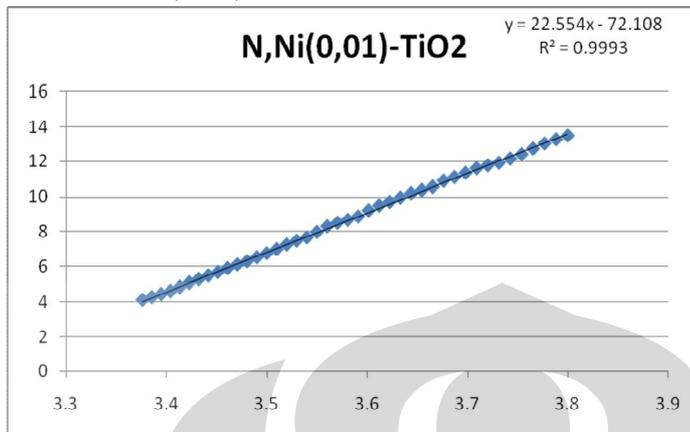
$$y = 5,2418x - 15,529$$

$$y = 0 \rightarrow x = 2,96$$

$$\text{band-gap} = 2,96 \text{ eV}$$

(Lanjutan)

- N,Ni(0,01)-TiO₂

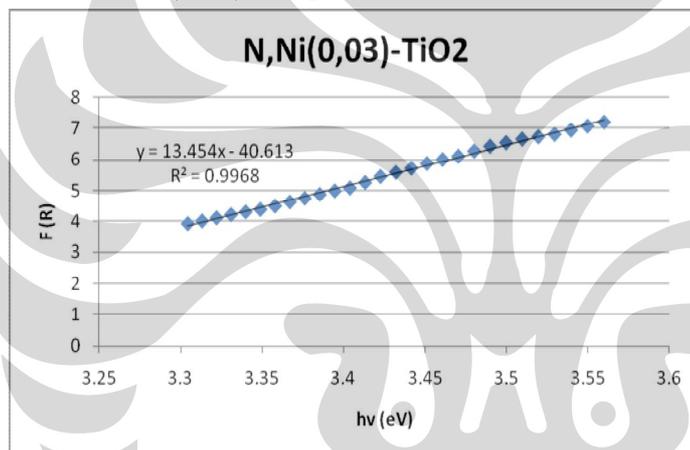


$$y = 22,554x - 72,108$$

$$y = 0 \rightarrow x = 3,19$$

band-gap = 3,19 eV

- N,Ni(0,03)-TiO₂

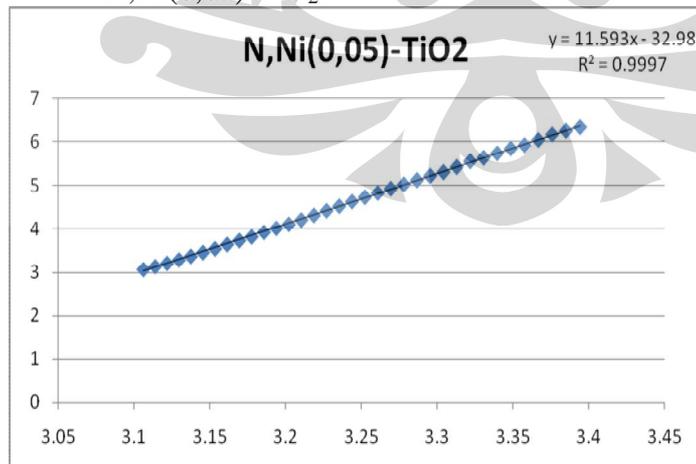


$$y = 13,454x - 40,613$$

$$y = 0 \rightarrow x = 3,02$$

band-gap = 3,02 eV

- N,Ni(0,05)-TiO₂



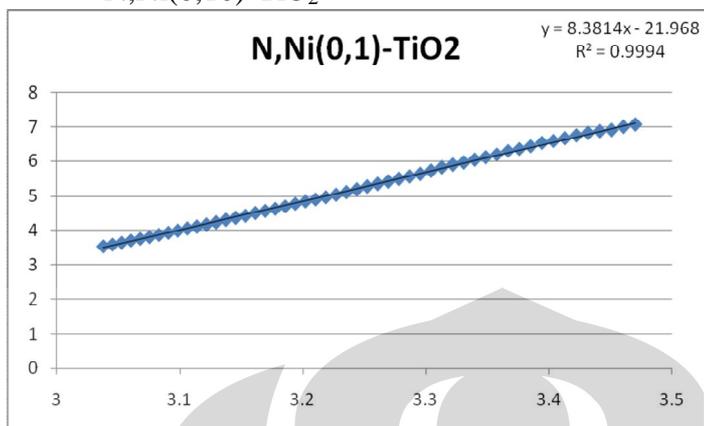
$$y = 11,593x - 32,98$$

$$y = 0 \rightarrow x = 2,84$$

band-gap = 2,84 eV

(Lanjutan)

- N,Ni(0,10)-TiO₂



$$y = 8,3814x - 21.968$$
$$y = 0 \rightarrow x = 2,62$$
$$\text{band-gap} = 2,62 \text{ eV}$$



LAMPIRAN 6

Perhitungan Ukuran Kristal TiO₂, N-TiO₂ dan N,Ni-TiO₂ dengan Rumus Scherrer

Persamaan Scherrer : $D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$

Dimana: D = Ukuran kristal, Å

K = Faktor bentuk kristal= 0,9

λ = Panjang gelombang sinar-X, 1,54056 Å

θ = Sudut puncak yang diamati, derajat

β = Pelebaran difraksi sinar-X, radian

Pelebaran difraksi sinar-X (β) dapat diperoleh menggunakan Persamaan Warren:

(a) Ukuran kristal TiO₂

$$B = 0,829^\circ = (0,829 \times \pi) / 180 = 0,0145 \text{ radian}$$

$$2\theta = 25,280$$

$$\theta = 12,640$$

$$\text{Ukuran kristal TiO}_2 = \frac{0,9 \times 1,54056}{0,0145 \cos 12,640} = 97,9960 \text{ \AA} = 9,7996 \text{ nm}$$

(b) Ukuran kristal N-TiO₂

$$B = 0,89^\circ = (0,89 \times \pi) / 180 = 0,0155 \text{ radian}$$

$$2\theta = 25,314$$

$$\theta = 12,657$$

$$\text{Ukuran kristal N-TiO}_2 = \frac{0,9 \times 1,54056}{0,0155 \cos 12,657} = 87,2781 \text{ \AA} = 8,7278 \text{ nm}$$

(c) Ukuran kristal N,Ni-TiO₂

$$B = 0,751^\circ = (0,751 \times \pi) / 180 = 0,0131 \text{ radian}$$

$$2\theta = 25,283$$

$$\theta = 12,6415$$

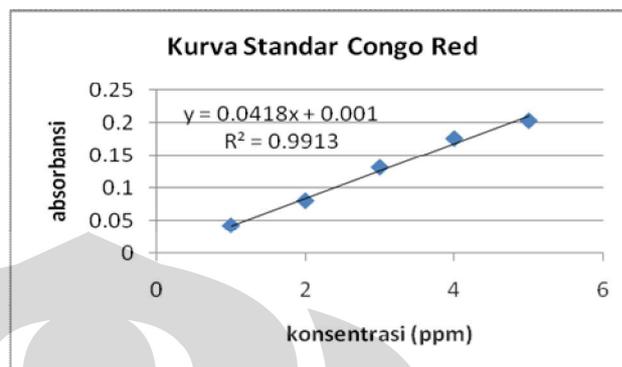
$$\text{Ukuran kristal N,Ni-TiO}_2 = \frac{0,9 \times 1,54056}{0,0131 \cos 12,6415} = 103,2743 \text{ \AA} = 10,3274 \text{ nm}$$

LAMPIRAN 7

Perhitungan Kadar Degradasi Congo Red

Standar

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)
1	0.042
2	0.080
3	0.131
4	0.176
5	0.203



$\lambda_{\max} = 500\text{nm}$

Sesuai dengan Hukum Lambert-Beer:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

Dimana: A = absorbansi

ϵ = absorptivitas molar

b = tebal kuvet

C = konsentrasi

Dari kurva standar Congo red dapat diketahui nilai absorptivitas yaitu senilai $4,18 \times 10^4 \text{ M}^{-1} \text{cm}^{-1}$, kemudian dapat dicari nilai konsentrasi Congo Red setelah mengalami perlakuan.

❖ Dengan adanya UV

a) TiO_2

waktu (menit)	Absorbansi TiO_2	C TiO_2 (ppm)	C/Co TiO_2	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.078	1.902	0.975	97.5
10	0.066	1.610	0.825	82.5
20	0.064	1.561	0.800	80.0
30	0.057	1.390	0.712	71.2
40	0.053	1.293	0.662	66.2
50	0.048	1.171	0.600	60.0
60	0.046	1.122	0.575	57.5
70	0.039	0.951	0.488	48.8

Universitas Indonesia

(lanjutan)

b) N-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N-TiO ₂	C N-TiO ₂ (ppm)	C/Co N-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.077	1.878	0.962	96.2
10	0.067	1.634	0.838	83.8
20	0.063	1.536	0.788	78.8
30	0.050	1.220	0.625	62.5
40	0.048	1.171	0.600	60.0
50	0.042	1.024	0.875	87.5
60	0.038	0.927	0.475	47.5
70	0.031	0.756	0.388	38.8

c) N,Ni(0,01)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,01)-TiO ₂	C N,Ni(0,01)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,01)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.077	1.878	0.962	96.2
10	0.069	1.683	0.862	86.2
20	0.062	1.512	0.775	77.5
30	0.050	1.220	0.625	62.5
40	0.047	1.146	0.588	58.8
50	0.041	1.000	0.512	51.2
60	0.038	0.927	0.475	47.5
70	0.031	0.756	0.388	38.8

(lanjutan)

d) N,Ni(0,03)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,03)-TiO ₂	C N,Ni(0,03)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,03)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.078	1.902	0.975	97.5
10	0.067	1.634	0.838	83.8
20	0.056	1.366	0.700	70.0
30	0.047	1.146	0.588	58.8
40	0.044	1.073	0.550	55.0
50	0.040	0.976	0.500	50.0
60	0.037	0.902	0.462	46.2
70	0.030	0.732	0.375	37.5

e) N,Ni(0,05)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,05)-TiO ₂	C N,Ni(0,05)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,05)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.071	1.732	0.888	88.8
10	0.056	1.366	0.700	70.0
20	0.041	1.000	0.512	51.2
30	0.033	0.805	0.412	41.2
40	0.028	0.683	0.350	35.0
50	0.025	0.610	0.312	31.2
60	0.024	0.585	0.300	30.0
70	0.018	0.439	0.225	22.5

(lanjutan)

f) N,Ni(0,1)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,1)-TiO ₂	C N,Ni(0,1)-TiO ₂ ppm	C/Co N,Ni(0,1)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.078	1.902	0.975	97.5
10	0.069	1.683	0.862	86.2
20	0.056	1.366	0.700	70.0
30	0.051	1.244	0.638	63.8
40	0.047	1.146	0.588	58.8
50	0.042	1.024	0.525	52.5
60	0.039	0.951	0.488	48.8
70	0.029	0.707	0.362	36.2

❖ Dengan adanya cahaya tampak

a) TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi TiO ₂	C TiO ₂	C/Co TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.079	1.927	0.988	98.8
10	0.079	1.927	0.988	98.8
20	0.074	1.805	0.925	92.5
30	0.069	1.683	0.862	86.2
40	0.067	1.634	0.838	83.8
50	0.065	1.585	0.812	81.2
60	0.063	1.536	0.788	78.8

(lanjutan)

b) N-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N-TiO ₂	C N-TiO ₂ (ppm)	C/Co N-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.077	1.878	0.962	96.2
10	0.069	1.683	0.862	86.2
20	0.059	1.439	0.738	73.8
30	0.057	1.390	0.712	71.2
40	0.055	1.341	0.688	68.8
50	0.049	1.195	0.612	61.2
60	0.044	1.073	0.550	55.0

c) N,Ni(0,01)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,01)-TiO ₂	C N,Ni(0,01)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,01)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.077	1.878	0.962	96.2
10	0.062	1.512	0.775	77.5
20	0.057	1.390	0.712	71.2
30	0.055	1.341	0.688	68.8
40	0.051	1.244	0.638	63.8
50	0.042	1.024	0.525	52.5
60	0.042	1.024	0.525	52.5

(lanjutan)

d) N,Ni(0,03)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,03)-TiO ₂	C N,Ni(0,03)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,03)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.078	1.902	0.975	97.5
10	0.067	1.634	0.838	83.8
20	0.056	1.366	0.700	70.0
30	0.049	1.195	0.612	61.2
40	0.047	1.146	0.588	58.8
50	0.044	1.073	0.550	55.0
60	0.041	1.000	0.512	51.2

e) N,Ni(0,05)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,05)-TiO ₂	C N,Ni(0,05)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,05)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.072	1.756	0.900	90.0
10	0.056	1.366	0.700	70.0
20	0.052	1.268	0.650	65.0
30	0.047	1.146	0.588	58.8
40	0.041	1.000	0.512	51.2
50	0.027	0.658	0.338	33.8
60	0.024	0.585	0.300	30.0

(lanjutan)

f) N,Ni(0,1)-TiO₂

waktu (menit)	Absorbansi N,Ni(0,1)-TiO ₂	C N,Ni(0,1)-TiO ₂ (ppm)	C/Co N,Ni(0,1)-TiO ₂	% Congo Red sisa
0	0.080	1.951	1.000	100.0
5	0.077	1.878	0.962	96.2
10	0.069	1.682	0.862	86.2
20	0.064	1.561	0.800	80.0
30	0.061	1.488	0.762	76.2
40	0.049	1.195	0.612	61.2
50	0.042	1.024	0.525	52.5
60	0.042	1.024	0.525	52.5



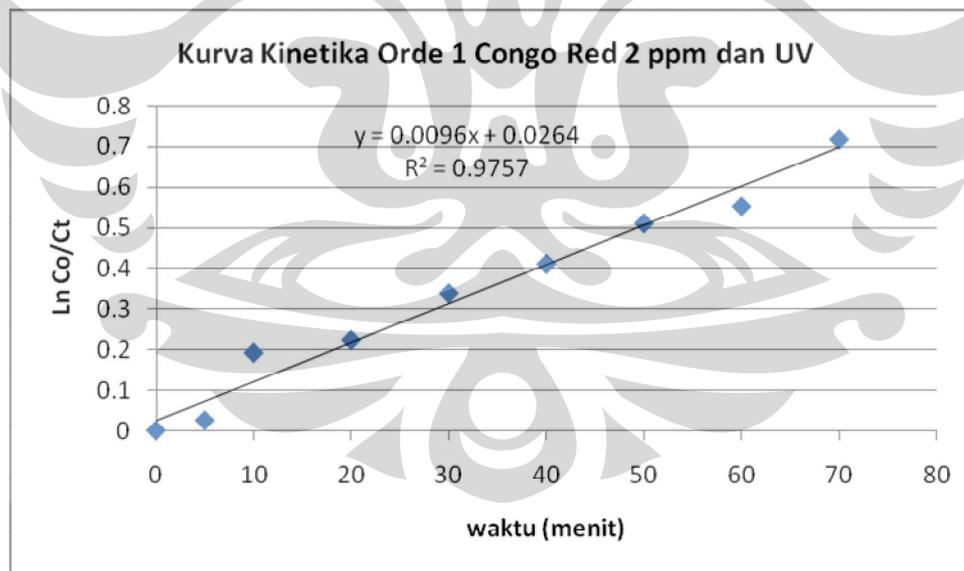
LAMPIRAN 8

Hasil Analisa Kinetika Langmuir-Hinshelwood

❖ Dengan adanya UV

a) TiO_2

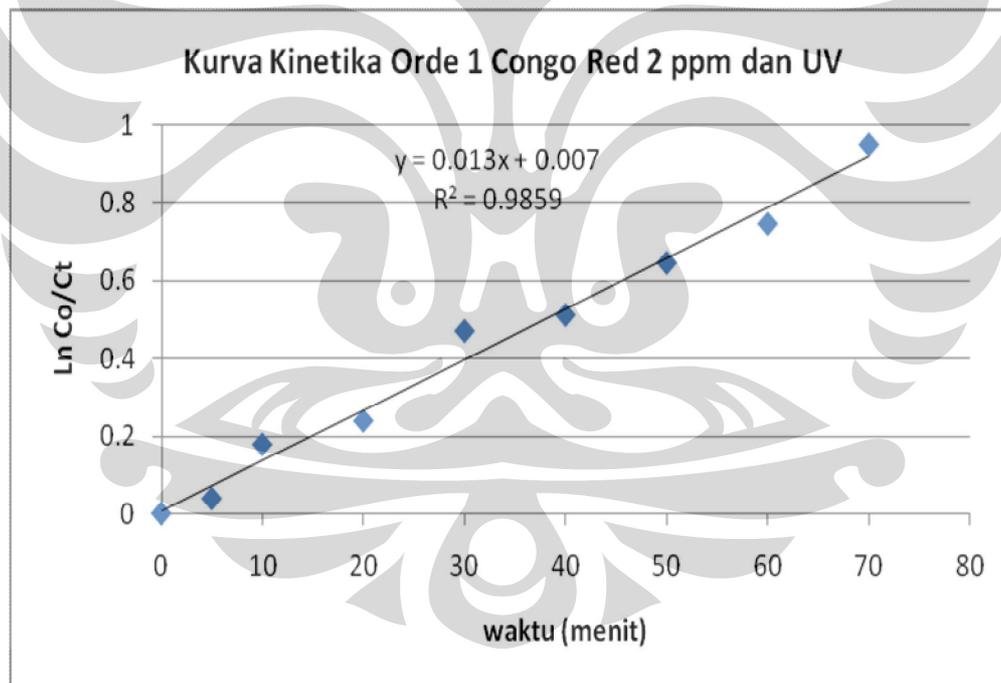
waktu (menit)	C TiO_2	Co/Ct TiO_2	Ln Co/Ct TiO_2
0	1.951	1.000	0.000
5	1.902	1.026	0.025
10	1.610	1.212	0.192
20	1.561	1.250	0.223
30	1.390	1.404	0.339
40	1.293	1.509	0.412
50	1.171	1.667	0.511
60	1.122	1.739	0.553
70	0.951	2.051	0.718



(lanjutan)

b) N-TiO₂

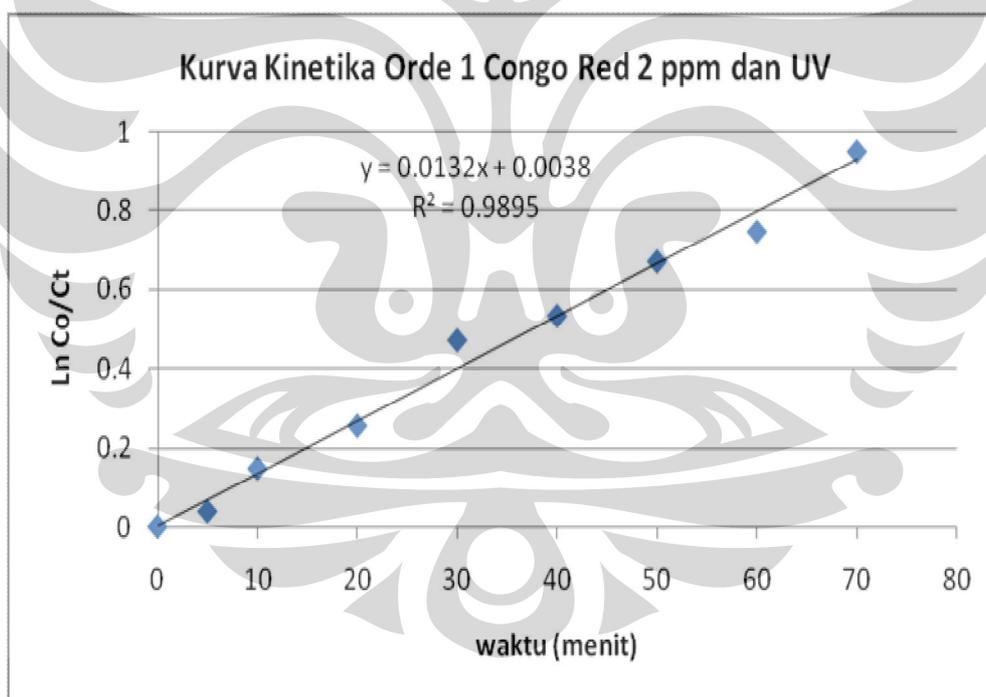
waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.878	1.039	0.038
10	1.634	1.194	0.177
20	1.536	1.270	0.239
30	1.220	1.600	0.470
40	1.171	1.667	0.511
50	1.024	1.905	0.644
60	0.927	2.105	0.744
70	0.756	2.581	0.948



(lanjutan)

c) N,Ni(0,01)-TiO₂

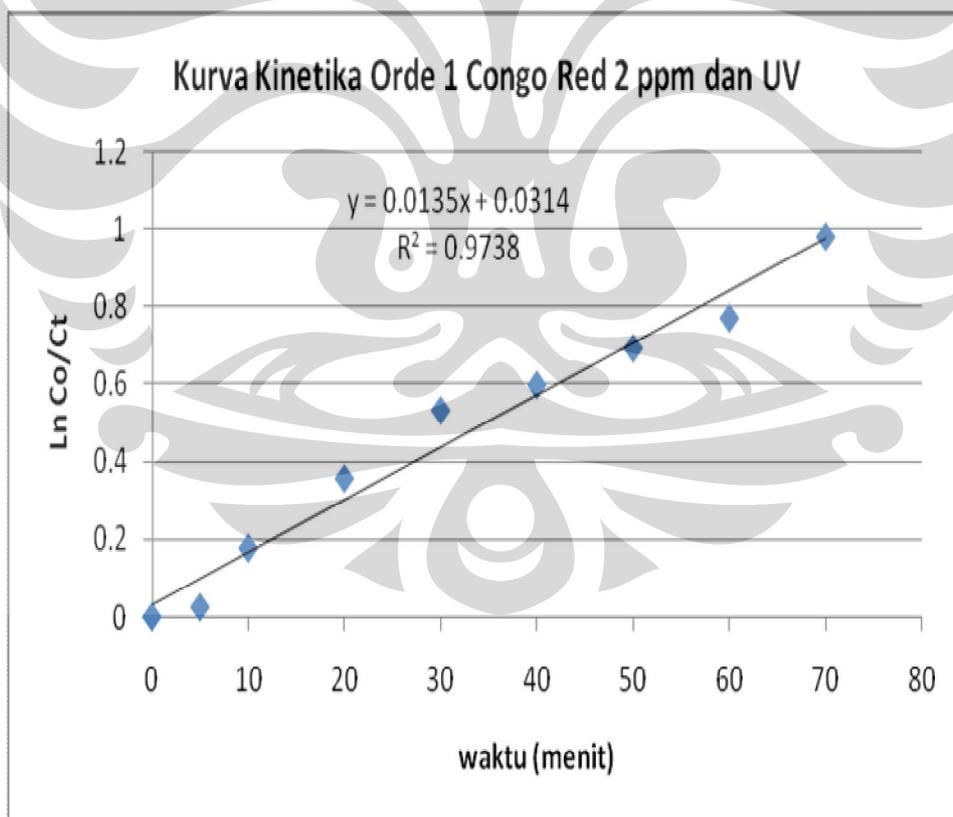
waktu (menit)	C N,Ni(0,01)- TiO ₂	Co/Ct N,Ni(0,01)- TiO ₂	Ln Co/Ct N,Ni(0,01)- TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.878	1.039	0.038
10	1.683	1.159	0.148
20	1.512	1.290	0.255
30	1.220	1.600	0.470
40	1.146	1.702	0.532
50	1.000	1.951	0.668
60	0.927	2.105	0.744
70	0.756	2.581	0.948



(lanjutan)

d) N,Ni(0,03)-TiO₂

waktu (menit)	C N,Ni(0,03)- TiO ₂	Co/Ct N,Ni(0,03)- TiO ₂	Ln Co/Ct N,Ni(0,03)- TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.902	1.026	0.025
10	1.634	1.194	0.177
20	1.366	1.428	0.357
30	1.146	1.702	0.532
40	1.073	1.818	0.598
50	0.976	2.000	0.693
60	0.902	2.162	0.771
70	0.732	2.667	0.981

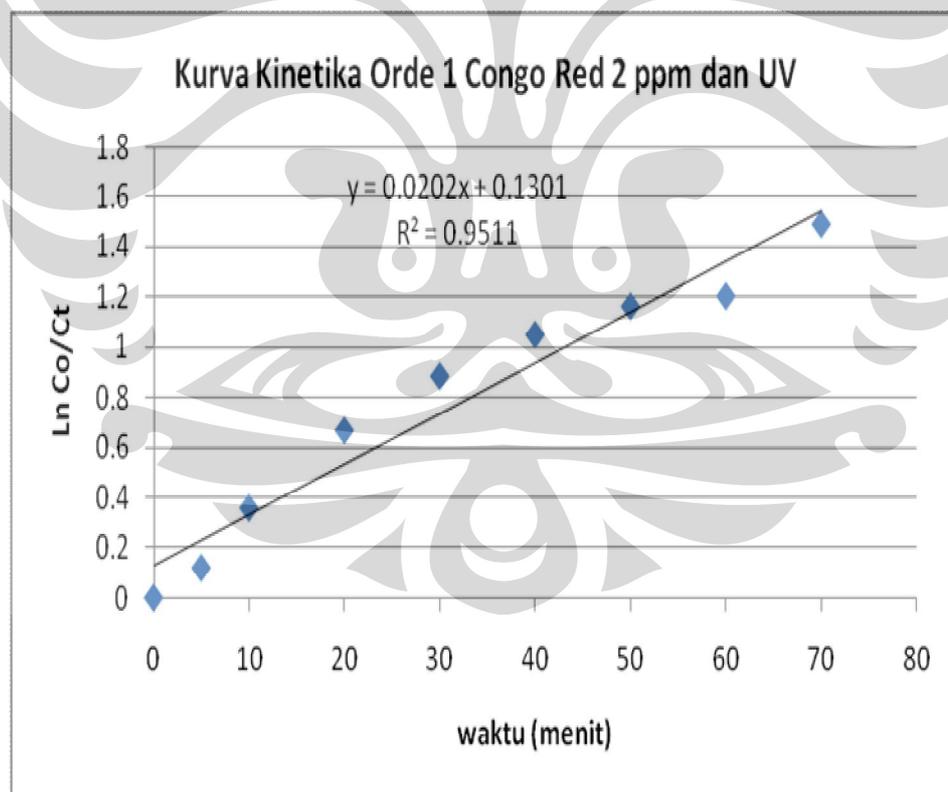


Universitas Indonesia

(lanjutan)

e) N,Ni(0,05)-TiO₂

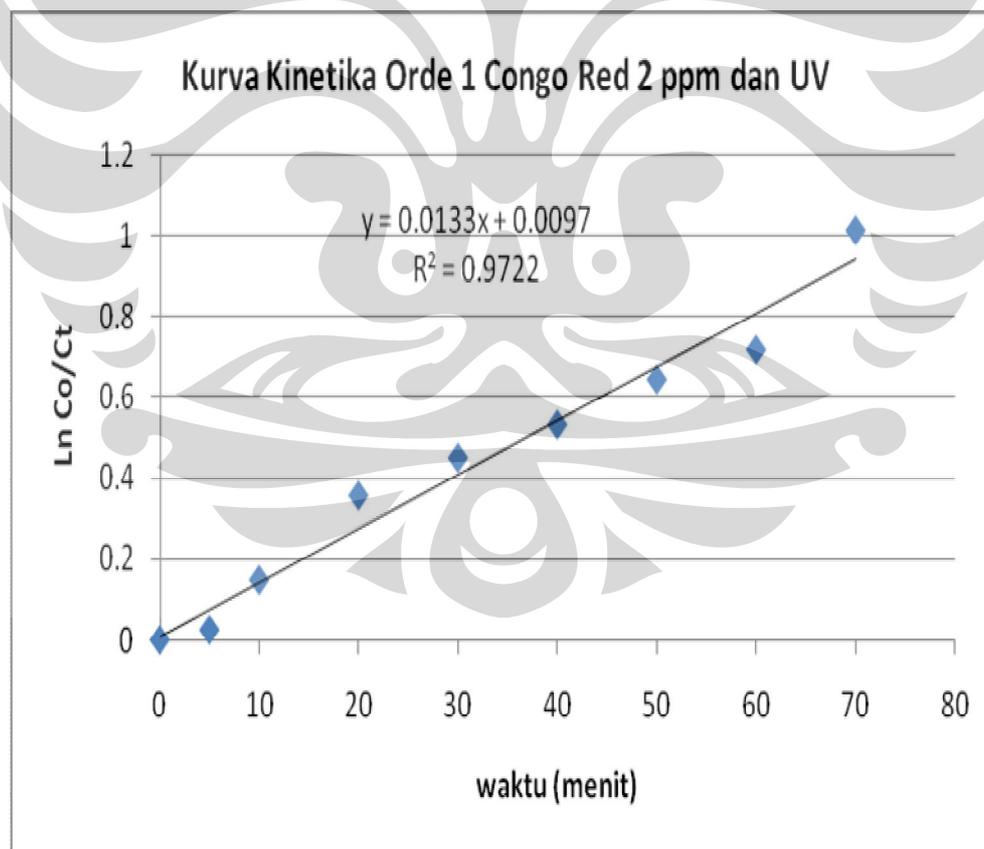
waktu (menit)	C N,Ni(0,05)- TiO ₂	Co/Ct N,Ni(0,05)- TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.732	1.127	0.119
10	1.366	1.428	0.357
20	1.000	1.951	0.668
30	0.805	2.424	0.886
40	0.683	2.857	1.050
50	0.610	3.200	1.163
60	0.585	3.333	1.204
70	0.439	4.444	1.492



(lanjutan)

f) N,Ni(0,01)-TiO₂

waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.902	1.026	0.025
10	1.683	1.159	0.148
20	1.366	1.428	0.357
30	1.244	1.569	0.450
40	1.146	1.702	0.532
50	1.024	1.905	0.644
60	0.951	2.051	0.718
70	0.707	2.759	1.015

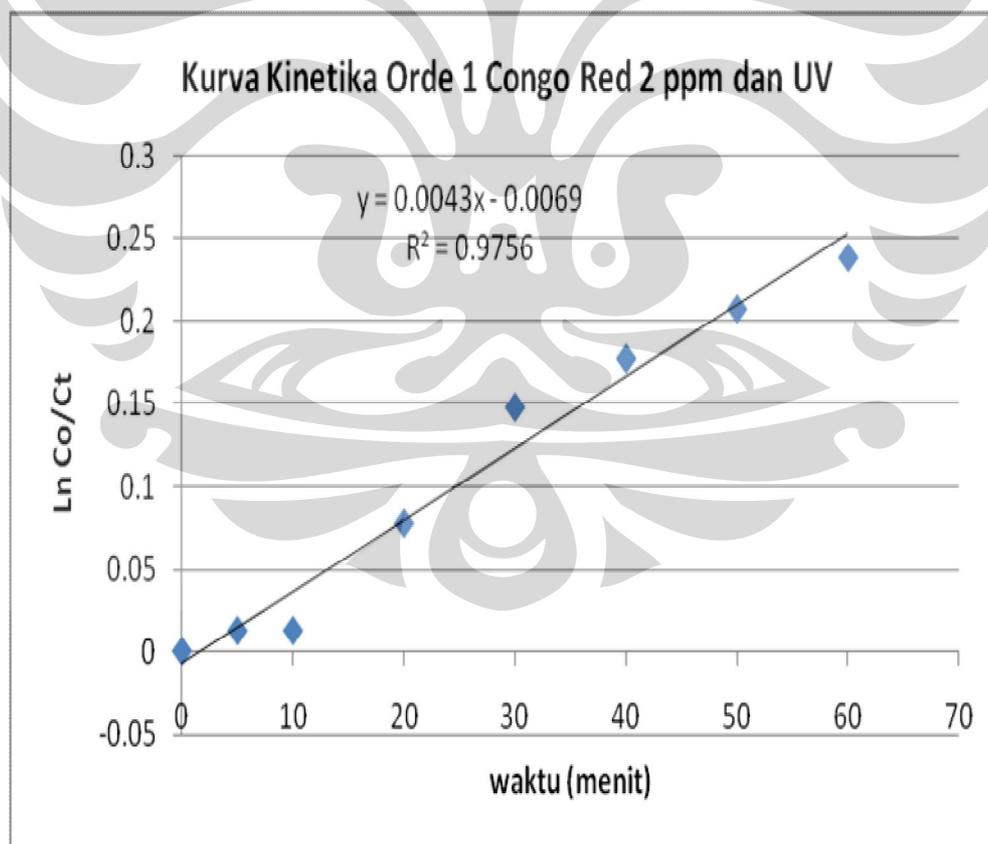


(lanjutan)

❖ Dengan adanya cahaya Tampak

a) TiO_2

waktu (menit)	C TiO_2	Co/Ct TiO_2	Ln Co/Ct TiO_2
0	1.951	1.000	0.000
5	1.927	1.013	0.012
10	1.927	1.013	0.012
20	1.805	1.081	0.078
30	1.683	1.159	0.148
40	1.634	1.194	0.177
50	1.585	1.231	0.208
60	1.536	1.270	0.239

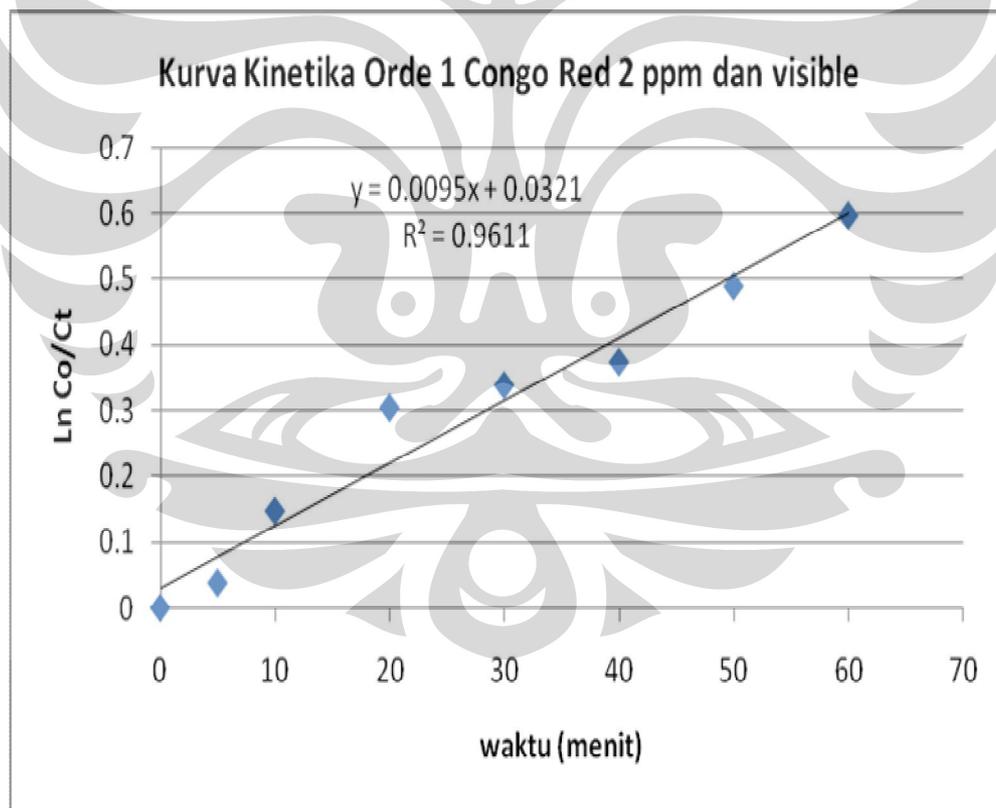


Universitas Indonesia

(lanjutan)

b) N-TiO₂

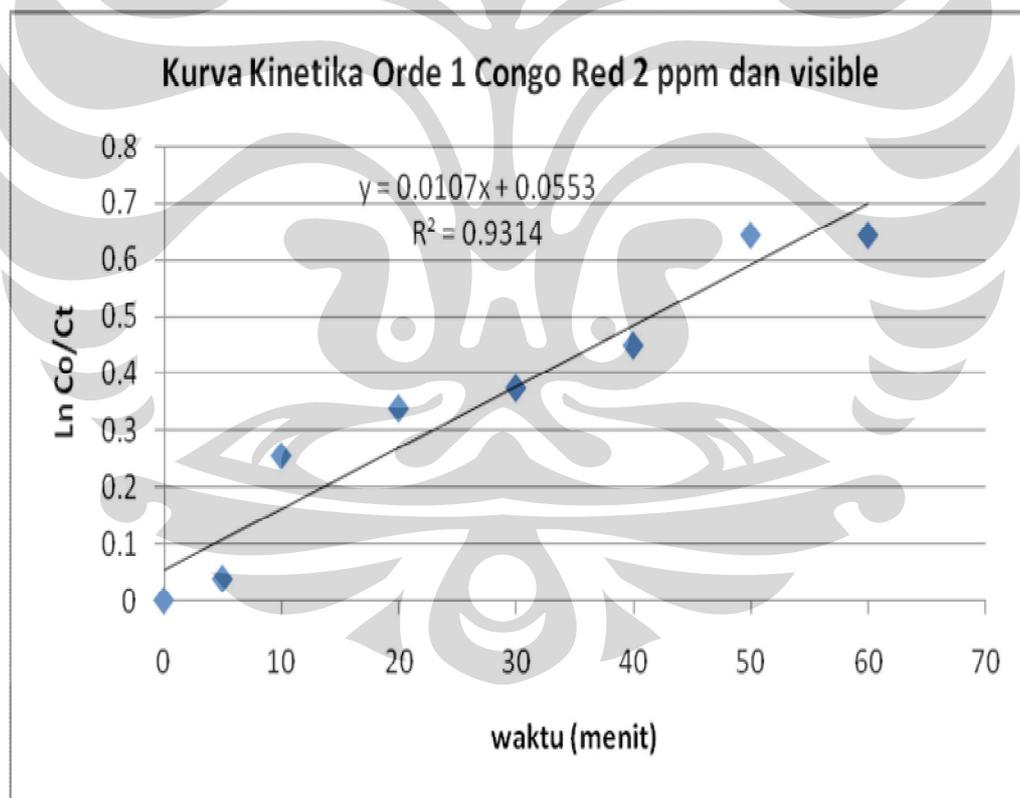
waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.878	1.039	0.038
10	1.683	1.159	0.148
20	1.439	1.356	0.304
30	1.390	1.404	0.339
40	1.342	1.454	0.375
50	1.195	1.633	0.490
60	1.073	1.818	0.598



(lanjutan)

c) N,Ni(0,01)-TiO₂

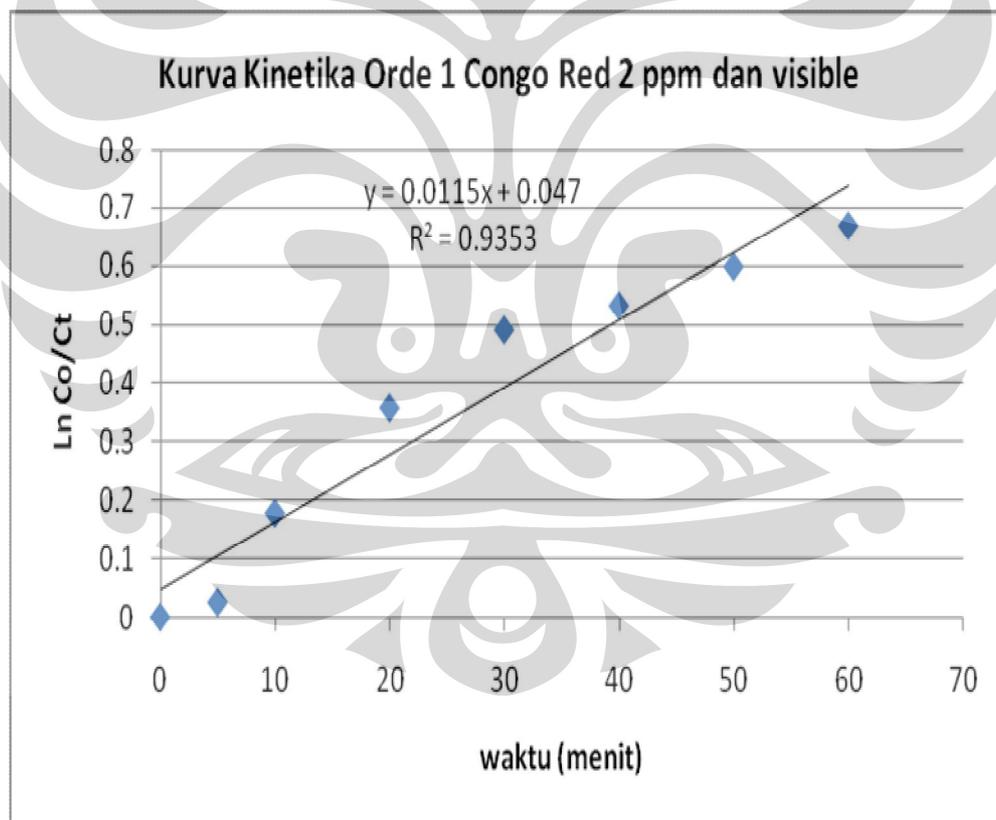
waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.878	1.039	0.038
10	1.512	1.290	0.255
20	1.390	1.404	0.339
30	1.341	1.454	0.375
40	1.244	1.569	0.450
50	1.024	1.905	0.644
60	1.024	1.905	0.644



(lanjutan)

d) N,Ni(0,03)-TiO₂

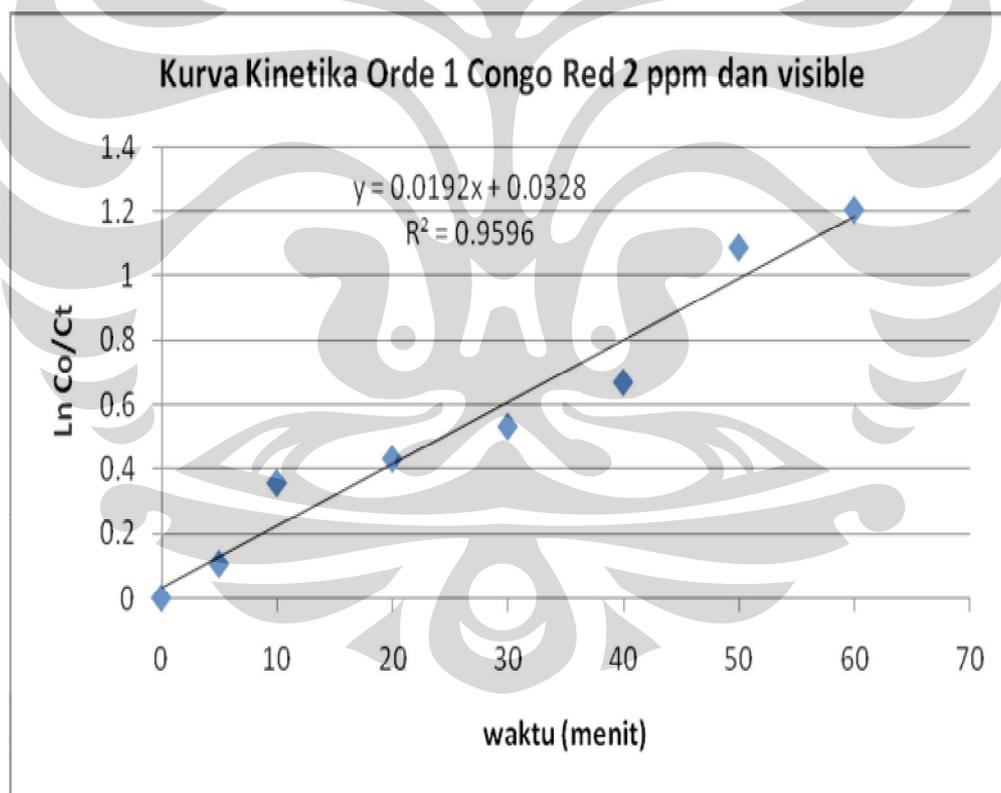
waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.902	1.026	0.025
10	1.634	1.194	0.177
20	1.366	1.428	0.357
30	1.195	1.633	0.490
40	1.146	1.702	0.532
50	1.073	1.818	0.598
60	1.000	1.951	0.668



(lanjutan)

e) N,Ni(0,05)-TiO₂

waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.756	1.111	0.105
10	1.366	1.428	0.357
20	1.268	1.538	0.431
30	1.146	1.702	0.532
40	1.000	1.951	0.668
50	0.658	2.963	1.086
60	0.585	3.333	1.204



(lanjutan)

f) N,Ni(0,01)-TiO₂

waktu (menit)	C TiO ₂	Co/Ct TiO ₂	Ln Co/Ct TiO ₂
0	1.951	1.000	0.000
5	1.878	1.039	0.038
10	1.683	1.159	0.148
20	1.561	1.250	0.223
30	1.488	1.311	0.271
40	1.195	1.633	0.490
50	1.024	1.905	0.644
60	1.024	1.905	0.644

