



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI N-DOPED TiO₂
DENGAN METODE ANODISASI SERTA UJI AKTIVITAS
DEGRADASINYA TERHADAP ZAT WARNA *CONGO RED***

SKRIPSI

KHUSNUL CHOTIMAH

0806452892

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI N-DOPED TiO₂
DENGAN METODE ANODISASI SERTA UJI AKTIVITAS
DEGRADASINYA TERHADAP ZAT WARNA *CONGO RED***

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana sains

KHUSNUL CHOTIMAH

0806452892

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI S1 REGULER KIMIA
DEPOK
JULI 2012**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Khusnul Chotimah

NPM : 0806452892

Tanda Tangan : 





Tanggal : 4 Juli 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Khusnul Chotimah
NPM : 0806452892
Program Studi : Sarjana
Judul Skripsi : Preparasi dan Karakterisasi *N-doped* TiO₂ dengan Metode Anodisasi serta Uji Aktivitas Degradasinya terhadap Zat Warna *Congo Red*

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 ()
Penguji : Dr.rer.nat. Widajanti Wibowo ()
Penguji : Dr. Rahmat Wibowo ()
Penguji : Dr. Yuni K. Krisnandi ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : Juli, 2012

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penulis persembahkan kepada Allah SWT yang Maha Pemurah bagi setiap hamba-Nya karena atas rahmat, kasih sayang dan petunjuk-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi berjudul **Preparasi dan Karakterisasi N-doped TiO₂ dengan Metode Anodisasi serta Uji Aktifitas Degradasinya terhadap Zat Warna Congo Red** sebagai syarat kelulusan untuk memperoleh gelar sarjana di Departemen Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Rasa terima kasih yang begitu dalam penulis ucapkan kepada orang-orang tercinta yang sangat berarti bagi penulis kepada:

- (1) Kedua orang tua, kakak dan adik penulis yang telah berkorban begitu besar, selalu memberikan semangat, doa serta memberi kegembiraan dan rasa rindu khususnya untuk keponakan-keponakan penulis (Fildza Hanifa, Zafira Nazaha, Faras Ghozali, Fatih Muhammad Azka, Atifa Azhima Azra dan Ralif Syahjehan Tholib) yang penulis sayangi.
- (2) Dr. Jarnuzi Gunlazuardi selaku pembimbing yang telah begitu sangat baik, banyak memberikan bantuan, bimbingan dan dorongan semangat yang sangat berarti bagi penulis
- (3) Dr. Ridla Bakri selaku ketua Departemen Kimia FMIPA UI dan Ibu Dra. Tresye Utari, M.Si. selaku koordinator penelitian yang telah memberikan kesempatan dan bantuan dalam penelitian
- (4) Ir. Widiastuti Samadi M.Si. selaku pembimbing akademik penulis yang telah begitu sabar dalam menghadapi dan mengontrol perkembangan akademik penulis.
- (5) Seluruh dosen Departemen Kimia FMIPA UI yang tidak hanya memberikan begitu banyak ilmu yang bermanfaat, tetapi juga telah menjadi sumber inspirasi yang berarti bagi penulis.
- (6) Grup meeting mingguan Pak Hedi, Pak Anthony, Pak Cholid, Pak Adel, Pak Anthony, kak Suci atas diskusi, masukan dan kebersamaan yang sangat bermanfaat bagi penelitian penulis.

- (7) Rekan satu bimbingan Asef Purwanti, Dewi Permata Sari dan Wanti Utami atas bantuan, diskusi dan kekompakan, serta dorongan semangatnya kepada penulis selama berlangsungnya penelitian.
- (8) Seluruh rekan-rekan seperjuangan Kimia angkatan 2008 atas segala bantuannya serta kebersamaan dan kenangan yang sangat berarti bagi penulis terutama untuk Hadi Septian Gotama selaku ketua angkatan yang sudah sangat baik mengayomi kami semua Kimia angkatan 2008, teman-teman penelitian di lab penelitian lantai 3 dan 4, teman-teman liqo dahulu: Prily, Vina, Ocha, Mika, dan Nia atas semangat dan kegembiraan yang dulu sering dijalani bersama kak Nita Jayanti. Tak lupa beberapa orang teman-teman dari Kimia, kak Tegar Bakti, Boy Ardika, Rahmat Setiawan, Rendy Arciano, Haris, Aryo Pratama, Ovan Sunu, Syahreza, Budi Setiawan, kak Widi dan lain-lain yang sudah sering membantu mengangkat tabung oksigen besar ke lantai 4 ataupun membantu penulis dalam pengukuran XRD.
- (9) Untuk teman-teman kos tercinta, khususnya untuk Putri Dina Rahayu atas kebersamaanya selama 4 tahun ini; Dian Diana Galman atas amar ma'rufnya; Lidia Martreana, Nurfatan, Elma Hery Sri Pratiwi, Natalia Diana Candra Dewi, Irnawaty, Ivana, Sella, Zee, Tanti, Mita dan Sofi yang memberi semangat, kebahagiaan, kegembiraan, keanehan dan kekonyolan yang tidak pernah penulis temukan dimanapun selain di kosan ini.
- (10) Untuk Mas Bachrudin dan Mba Krisna yang sudah penulis anggap sebagai kakak sendiri dan sudah dengan baik hati membimbing penulis ke jalan yang benar, menjadi keluarga baru penulis di Depok, dan tak lupa adik keponakan angkat penulis Syifaun Bachrin Mahabbah yang selalu menghibur penulis dengan tingkahnya dan mengurangi rasa rindu penulis pada keponakan-keponakan penulis yang jarang sekali bertemu.
- (11) Untuk teman-teman seperjuangan kelompok Mumi 4 tercinta, teman-teman baru yang menjadi teladan dan inspirasi penulis terutama 'D' Griya(s): Muhammad Defrian Ghofar, sang ketua muda mudi yang penulis anggap dewasa, tempat bertanya, meminta nasehat, bantuan ataupun hanya sekedar berkeluh kesah dalam masa-masa sulit yang penulis jalani; Bayu

Suntoro mohon maaf jika kemarin sempat menyulitkan; serta Ahmad Suhaendi, Fahmi Nur Huda, Mario Ardhani yang sering mengantar penulis malam-malam sepulang mengaji ketika akan menginap di laboratorium, tak lupa juga Ferry Aziz Arifiyanto dan Adam Qhisti atas dorongan semangatnya, mas Muhammad Ibnu Fajri atas bantuan peminjaman laptopnya, mas Danu Try Hudiono atas dorongan semangat serta bantuannya dalam mencari lem perak, dan mas Hendro yang sudah penulis titipi laptop untuk diperbaiki, kesemuanya penulis ucapkan Jazakumullohu khoiro, semoga selalu aman, selamat, lancar, barokah dalam hal apapun.

- (12) Pak Anton dan Mba Rini atas bantuannya dalam pengukuran SEM-EDX
- (13) Kak Daniel, Kak Rispa serta kakak-kakak lainnya yang bekerja di lab afiliasi atas bimbingan dan bantuannya.
- (14) Mba Ina, Mba Cucu, mba Elva, Mba Ema, Babeh, Pak Marji, Pak Adi, Pak Amin, Pak Sholeh, Pak Kiri dan semua pihak yang tidak bisa disebutkan namanya yang telah membantu dan memberikan dukungan serta semangat kepada penulis.

Akhirnya, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak, amin.

Penulis

2012

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

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

Nama : Khusnul Chotimah
NPM : 0806452892
Program Studi : S1
Departemen : Kimia
Fakultas : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

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

Preparasi dan Karakterisasi *N-doped* TiO₂ dengan Metode Anodisasi serta Uji Aktivitas Degradasinya terhadap Zat Warna *Congo Red*


berserta 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: Depok

Pada tanggal : 4 Juli 2012

Yang menyatakan


(..... Khusnul Chotimah)

ABSTRAK

Nama : Khusnul Chotimah

Program Studi : Kimia

Judul : Preparasi dan Karakterisasi *N-doped* TiO₂ dengan Metode Anodisasi serta Uji Aktivitas Degradasinya Terhadap Zat Warna *Congo Red*

Celah energi (*band gap*) yang lebar dari fotokatalis TiO₂ yang setara dengan cahaya UV membatasi aplikasi fotokatalitiknya sehingga penggunaannya hanya terbatas pada daerah UV dan tidak pada daerah cahaya tampak. Pada penelitian ini dilakukan sintesis TiO₂ *nanotube* yang di doping nitrogen (N-TiO₂) dengan metode anodisasi untuk meningkatkan kereaktifannya dibawah sinar tampak dan memaksimalkan kinerja fotokatalisisnya. Anodisasi dilakukan pada plat logam Titanium dalam larutan elektrolit garam florida dan NH₄NO₃ sebagai sumber dopan Nitrogen. Preparasi N-TiO₂ *nanotube* dilakukan dengan variasi waktu anodisasi (5 menit, 30 menit, 3 jam dan 6 jam), jenis larutan elektrolit yang digunakan (HF dalam air dan NH₄F dalam gliserol) serta suhu kalsinasinya (450°C dan 600°C). Terhadap N-TiO₂ yang telah dipreparasi dilakukan karakterisasi dan uji aktivitas fotokatalisis dari N-TiO₂ tersebut. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa N-TiO₂ cenderung memiliki energi celah lebih kecil dari TiO₂. Indikasi keberhasilan penyisipan nitrogen juga diperoleh dari profil puncak serapan infra merah, karakterisasi dengan SEM dan spektrum *Energy Dispersive Xray* (EDX) yang menunjukkan keberadaan unsur N, mengindikasikan terbentuknya N-TiO₂ *nanotube*. Pengujian aktifitas fotokatalisis baik menggunakan sinar UV dan sinar tampak menunjukkan bahwa N-TiO₂ mempunyai aktivitas fotokatalitik yang lebih baik daripada TiO₂ dengan pencapaian aktifitas fotokatalisis terbaik yaitu pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit dengan HF dalam air dan NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C.

Kata Kunci : dopan, dopan nitrogen, *N-doped* TiO₂ *nanotube*, fotokatalisis

xvi + 153 hlm.; gbr.;tab.;lamp.;

Bibliografi : 38 (1992-2012)

ABSTRACT

Nama : Khusnul Chotimah

Program Studi : Kimia

Judul : Preparation and Characterization of N-Doped TiO₂ by
Anodizing Method and Its Activities Test toward Congo Red

Wide band gap of TiO₂ limit its photocatalytic application under UV light, not in Visible light. In this research, N-doped TiO₂ nanotubes were synthesized by anodizing method to improve its reactivity under visible light and maximize the activity of photocatalytic performance. Anodizing step performed on titanium metal in an fluoride ion electrolyte solution and NH₄NO₃ as nitrogen dopant source. Preparation of N-doped TiO₂ nanotube were conducted with variation of anodizing time (5 minutes, 30 minutes, 3 hours and 6 hours), the type of electrolyte solution (HF in water and NH₄F in glycerol) and calcination temperature (450°C and 600°C). The prepared N-doped TiO₂ before were characterized and the photocatalytic activity were tested. Characterization result showed that the N-TiO₂ tend to have smaller band gap than TiO₂. Indication of the success of the insertion of nitrogen were supported from infrared absorption peak profiles, characterization by SEM and Energy dispersive X-ray spectrum (EDX), which clearly indicates the formation of N-TiO₂ nanotubes. Photocatalytic activities using either the UV and visible light indicates that photocatalytic activity of N-doped TiO₂ better than TiO₂ with achieving the best photocatalytic activity on N-doped TiO₂ that anodized for 30 minutes with HF in water and NH₄NO₃ at the calcination temperature of 450°C.

Keyword : dopant, nitrogen dopant, N-doped TiO₂ nanotube, photocatalysis

xvi + 153 pages.; figures.; tables.

Bibliografi : 38 (1992-2012)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH	vii
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	5
2. TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Semikonduktor	6
2.2.Semikonduktor TiO ₂	7
2.3 Fotokatalisis.....	8
2.4 Fotokatalitik pada Semikonduktor TiO ₂ beserta Mekanismenya.....	10
2.5 Preparasi Fotokatalis TiO ₂	13
2.5.1 Fotokatalis TiO ₂ <i>Nanotube</i>	13
2.5.2 Metode Anodisasi.....	15
2.5.3 Fotokatalis N-Doped TiO ₂ <i>Nanotube</i>	16
3. METODE PENELITIAN	22
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan.....	22
3.3 Prosedur Kerja	23
3.3.1 Fabrikasi Film TiO ₂ bermorfologi <i>Nanotube</i> dengan MetodeAnodisasi.....	23
3.3.2 Karakterisasi Katalis TiO ₂ dan N-TiO ₂	25

3.3.3	Preparasi Reaktor Fotokatalitik.....	25
3.3.4.	Pengujian Aktivitas Fotokatalitik.....	26
3.3.4.1.	Pembuatan Larutan Uji.....	26
3.3.4.2.	Proses Degradasi Larutan Uji <i>Congo Red</i>	26
4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1	Preparasi Lapisan Tipis N-doped TiO ₂ <i>Nanotube</i> dengan Metode Anodisasi.....	27
4.2	Karakterisasi TiO ₂ dan N-TiO ₂	29
4.2.1	Karakterisasi dengan <i>Diffuse Reflectance</i> UV-VIS.....	29
4.2.2	Karakterisasi dengan Spektrometri Fourier Transform Infra Red (FTIR).....	34
4.2.3	Karakterisasi dengan SEM-EDX	39
4.2.4	Karakterisasi dengan <i>XRay Diffractometer</i> (XRD).....	43
4.2.5	Respon Arus Cahaya Elektroda N-TiO ₂ dengan Teknik <i>Linear Sweep Voltammetry</i>	45
4.3	Uji Aktifitas Fotokatalitik.....	52
4.3.1	Aktifitas Fotodegradasi N-TiO ₂ pada Senyawa Organik <i>Congo Red</i>	52
4.3.2	Kinetika Reaksi Fotodegradasi <i>Congo Red</i>	80
5.	KESIMPULAN DAN SARAN.....	86
5.1	Kesimpulan.....	86
5.2	Saran.....	86
	DAFTAR PUSTAKA.....	87
	LAMPIRAN.....	91

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Perbedaan Tipe Energi Dalam Material Konduktor, Semikonduktor dan Insulator.....	6
2.2 Tiga Bentuk Kristal TiO ₂ : <i>Rutile, anatase, brookite</i>	8
2.3 Energi Pita Beberapa Fotokatalis Umum.....	10
2.4 Skema Proses Fotokatalis pada Permukaan Semikonduktor.....	10
2.5 Beberapa Struktur Fotokatalis TiO ₂	14
2.6 Proses yang Terjadi Selama Anodisasi.....	15
2.7 Skema Level Energi di dalam TiO ₂ yang didopan dengan Nitrogen.....	18
3.1 Skema Proses Anodisasi.....	24
3.2 Sel Fotokatalitik	26
4.1 Foto Perangkat Anodisasi.....	27
4.2 Foto Hasil Sintesis N-TiO ₂	29
4.3 Spektrum <i>Diffuse Reflectance</i> TiO ₂ dan N-TiO ₂ (Reflektan Vs Panjang Gelombang)	30
4.4 Spektrum <i>Diffuse Reflectance</i> TiO ₂ dan N-TiO ₂ (Faktor kubelka Munk vs hv)	32
4.5 Spektrum <i>Infra Red</i> pada TiO ₂ dan N-TiO ₂	33
4.5.1 Spektrum <i>Infra Red</i> pada TiO ₂ dan N-TiO ₂ pada Anodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C.....	35
4.5.2 Spektrum <i>Infra Red</i> pada TiO ₂ dan N-TiO ₂ pada Anodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C.....	36
4.5.3 Spektrum <i>Infra Red</i> pada TiO ₂ dan N-TiO ₂ pada Anodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C.....	38
4.5.4 Spektrum <i>Infra Red</i> pada TiO ₂ dan N-TiO ₂ pada Anodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol,NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C.....	39
4.6 Foto SEM Hasil Pengukuran Morfologi Permukaan Katalis N-TiO ₂	41

4.7 Hasil Analisa EDX untuk katalis N-TiO ₂	42
4.8 Hasil Analisis katalis N-TiO ₂ dengan alat XRD.....	44
4.9 Voltamogram N-TiO ₂ Hasil Preparasi.....	46
4.9.1 Voltamogram N-TiO ₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C.....	46
4.9.2 Voltamogram N-TiO ₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C.....	48
4.9.3 Voltamogram N-TiO ₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C.....	50
4.9.4 Voltamogram N-TiO ₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C.....	51
4.10 Kurva Standar <i>Congo Red</i>	53
4.11 Reaktor Fotokatalitik.....	53
4.12 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya UV dengan Cahaya UV pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	54
4.13 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya UV dengan Cahaya Visible pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	55
4.14 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	57
4.15.1 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo red</i> dengan Cahaya UV oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama 5 menit dan 30 menit.....	60
4.15.2 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo red</i> dengan Cahaya UV oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama 3 jam dan 6 jam.....	61

4.16 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo red</i> dengan Cahaya Visible oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama 5 menit dan 30 menit.....	62
4.17.1 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi selama 5 menit dan 30 menit dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	63
4.17.2 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi selama 3 jam dan 6 jam dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	64
4.18 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya UV pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	67
4.19 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya Visible pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	68
4.20 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	70
4.21 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya UV pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	73
4.22 Kurva Penurunan Absorbansi <i>Congo Red</i> dengan Cahaya Visible pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	74
4.23.1 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi selama 5 menit dan 30 menit dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	75

4.23.2 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂ yang dianodisasi selama 3 jam dan 6 jam dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	76
4.24 Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi <i>Congo Red</i> oleh N-TiO ₂	80



DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Beberapa Penelitian Sintesis TiO ₂ <i>Nanotube</i> yang didopan dengan Spesi Metal maupun Non Metal.....	19
4.1 Nilai Band Gap TiO ₂ dan N-TiO ₂	33
4.2 Kadar Unsur Penyusun Katalis TiO ₂ dan N-TiO ₂ Hasil Pengukuran dengan SEM EDX.....	43
4.3 Nilai d (A) Hasil Pengukuran dan Kartu Interpretasi Data Kristal TiO ₂	44
4.4 Persen <i>Congo Red</i> Tersisa.....	58
4.4.1 Persen <i>Congo Red</i> Tersisa yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C	58
4.4.2 Persen <i>Congo Red</i> Tersisa yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C	65
4.4.3 Persen <i>Congo Red</i> Tersisa yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C	71
4.4.4 Persen <i>Congo Red</i> Tersisa yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C	77
4.5 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi <i>CongoRed</i> pada N-TiO ₂	81
4.5.1 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi <i>CongoRed</i> pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	81
4.5.2 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi <i>CongoRed</i> pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	82
4.5.3 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi <i>CongoRed</i> pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C.....	83
4.5.4 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi <i>CongoRed</i> pada N-TiO ₂ yang dianodisasi dengan NH ₄ F dalam Gliserol, NH ₄ NO ₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C.....	84

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	91
Lampiran 2. Perhitungan Nilai Celah Energi pada TiO_2 dan N-TiO_2	92
Lampiran 3. Hasil Pengukuran SEM-EDX Untuk N-TiO_2	105
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD.....	107
Lampiran 5. Perhitungan Kadar Degradasi Congo Red.....	108
Lampiran 6. Hasil Analisa Kinetika Langmuir-Hinshelwood.....	125
Lampiran 7. Perhitungan Estimasi Luas Permukaan N-TiO_2 Nanotube.....	152



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Akhir-akhir ini banyak terjadi pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh pembuangan limbah industri di Indonesia. Salah satu limbah industri yang berkontribusi besar terhadap pencemaran lingkungan ini adalah zat warna dari hasil limbah industri tekstil. Limbah zat warna ini merupakan polutan organik yang sulit terdegradasi dan bersifat karsinogenik. Telah dilakukan sebelumnya berbagai metode untuk mengatasi pencemaran zat warna ini yaitu metode koagulasi-flokulasi, oksidasi, maupun elektrokimia. Adapun metode-metode tersebut masih memiliki banyak kelemahan diantaranya metode-metode tersebut masih dirasa kurang efektif untuk mengatasi masalah pencemaran zat warna, karena peran metode-metode tersebut hanya memindahkan atau melokalisasi polutan. Selain itu juga metode-metode tersebut dinilai tidak ekonomis seperti biaya pengolahan yang tinggi khususnya pada metode koagulasi-flokulasi yang membutuhkan area lahan yang besar dan konsumsi energi yang tinggi untuk dapat mengoksidasi zat warna hingga produk akhir (CO_2), khususnya pada metode elektrokimia¹. Beberapa metode modern seperti metode biodegradasi, khlorinasi, dan ozonisasi juga telah dikembangkan². Meski metode ini memberikan hasil yang cukup memuaskan, namun membutuhkan biaya operasional yang cukup mahal sehingga kurang efektif diterapkan di Indonesia.

Salah satu cara alternatif yang mulai banyak diusulkan untuk menangani masalah pencemaran zat warna ini adalah dengan menggunakan fotokatalis. Reaksi fotokatalisis dapat diterapkan sebagai teknik dalam reparasi lingkungan yang dapat menggunakan sinar matahari yang tak ada habisnya sebagai sumber energinya. Fotokatalisis pada permukaan TiO_2 merupakan salah satu metode alternatif yang dapat diterapkan untuk pengolahan limbah zat warna.

Semikonduktor TiO₂ digunakan secara luas sebagai fotokatalis, karena bersifat inert secara kimia maupun biologi, tidak bersifat toksik, dan tidak mahal.

Adapun mekanisme fotokatalisis diinisiasi dengan absorpsi foton $h\nu$ dengan energi yang sama atau lebih besar dari *band gap* atau celah energi (~3.3 eV untuk fase *anatase*) sehingga memproduksi pasangan *electron-hole* pada permukaan nanopartikel TiO₂. Elektron ini akan dipromosikan ke pita konduksi ketika *hole* positif terbentuk di pita valensi. Elektron yang tereksitasi dan *hole* dapat berekombinasi dan melepaskan kembali energi yang masuk sebagai panas, sebagian pasangan elektron dan *hole* dapat mencapai permukaan yang metastabil serta dapat bereaksi dengan donor elektron dan akseptor elektron yang diadsorpsi oleh permukaan semikonduktor. *Hole* ini setelah bereaksi dengan air dapat memproduksi radikal hidroksil dengan kemampuan oksidasi yang tinggi. Adapun *hole* positif dan radikal hidroksil ini merupakan spesi yang sangat reaktif dalam menyerang molekul-molekul organik dan dapat mendegradasinya menjadi CO₂ dan H₂O serta ion halida jika molekul organiknya mengandung halogen.³⁻⁴

Namun celah energi (*band gap*) yang lebar dari TiO₂ anatase (sekitar 3,2 eV) yang setara dengan cahaya UV (panjang gelombang 388 nm) membatasi aplikasi fotokatalitiknya sehingga penggunaannya hanya terbatas pada daerah UV dan tidak pada daerah cahaya tampak. Padahal kita ketahui bahwa cahaya tampak tersedia sangat melimpah sebagai cahaya matahari yang sampai ke bumi dan akan sangat menguntungkan jika tersedia fotokatalis yang dapat diaktifkan dengan cahaya tampak yang ketersediaannya melimpah tersebut.

Merespon situasi yang dijelaskan di atas, banyak peneliti melakukan pengembangan fotokatalis yang mempunyai kereaktifan tinggi dibawah sinar tampak ($\lambda > 400$ nm) sehingga dapat tetap digunakan walaupun dengan iluminasi yang sedikit atau dengan penerangan sinar matahari atau lampu interior saja. Beberapa pendekatan dalam modifikasi TiO₂ telah dilakukan seperti implantasi ion metal-TiO₂, reduksi fotokatalis TiO_x, doping TiO₂ dengan spesi non-metal, sensitisasi TiO₂ dengan zat warna, dan doping TiO₂ dengan *luminescent agent*⁵. Salah satu teknik yang dianggap efektif adalah teknik doping yang prinsipnya adalah menyisipkan dopan pada matrik kristal TiO₂ dimana elemen dopan

menjadikan matrik katalis baru memiliki energi celah lebih kecil, yang setara dengan energi cahaya tampak.

Salah satu teknik doping yang menjanjikan adalah doping TiO₂ dengan nitrogen, (N-TiO₂), yang menunjukkan aktifitas fotokatalitik yang signifikan pada daerah sinar tampak. Beberapa penelitian mengenai doping TiO₂ dengan Nitrogen telah banyak dilakukan, diantaranya pada tahun 2001 Asahi dan kawan-kawan melaporkan bahwa TiO₂ yang di dopan N menunjukkan peningkatan yang dramatis pada absorpsi optisnya dan pada aktivitas fotokatalisisnya dibawah sinar tampak dibandingkan dengan TiO₂ yang tidak di doping⁶. Pada tahun 2004 juga Oliver Diwald dan kawan-kawan berhasil mensintesis fotokatalis TiO₂ dengan fase rutil yang terdoping dengan Nitrogen melalui treatment dengan NH₃ pada 870 K⁷. Nitrogen terbukti mampu menurunkan *band gap energy* dari 3,0 eV ke 2,4 eV. Yu-Chao Tang dan kawan-kawan pada tahun 2011 juga telah berhasil mensintesis TiO₂ yang didoping Nitrogen dengan TiO₂ sebagai prekursor dan beberapa senyawa sumber Nitrogen seperti NH₄F, NH₄HCO₃, NH₃.H₂O, NH₄COOCH₃, dan CH₄N₂O⁸. Hasilnya fotokatalis TiO₂ yang telah terdoping Nitrogen ini memiliki absorpsi yang kuat pada daerah cahaya tampak untuk degradasi dari *p-nitrophenol* dan *methyl orange* dengan sinar UV maupun irradiasi dengan sinar matahari.

Penjelasan mengenai alasan mengapa Nitrogen sebagai dopan pada fotokatalis TiO₂ dapat menurunkan *band gap* (celah energi) dari TiO₂ telah diberikan oleh beberapa peneliti. Asahi et al menjelaskan bahwa Nitrogen dapat menurunkan *band gap* pada fotokatalis TiO₂ karena dopan N pada TiO₂ dapat mendekatkan jarak (*gap*) antara pita valensi dengan pita konduksi pada Titania⁶. Namun beberapa data eksperimental baru-baru ini menunjukkan sebuah kontradiksi dengan teori awal dari Asahi et al ini. Berlawanan dengan pendapat awal ini, Nakoto (2004) dan Irrie (2003) mengusulkan bahwa adanya Nitrogen menghasilkan orbital kedudukan yang baru (yang berasal dari orbital 2p Nitrogen) diantara pita valensi (yang terdiri atas orbital 2p Oksigen) dan pita konduksi (yang terdiri atas orbital 3d Titania)⁹. Orbital 2p dari Nitrogen ini beraksi sebagai *step up* untuk elektron di dalam orbital 2p Oksigen, sehingga elektron ini hanya membutuhkan lompatan yang kecil untuk bisa dipromosikan ke pita konduksi.

Ketika proses ini terjadi elektron dari pita valensi asal dapat bermigrasi ke level energi tengah (*mid-band gap energy*) meninggalkan *hole* di pita valensi.

Berbagai variasi metode telah dilakukan untuk membuat fotokatalis TiO₂ yang di doping dengan N, seperti metode sintesis dua tahap dengan teknik hidrotermal¹⁰, metode mekanokimia⁸, metode deposisi laser denyut¹¹, metode sol gel¹², metode sputtering¹³ serta metode anodisasi¹⁴.

Luas permukaan sangat berpengaruh pada efisiensi atau kinerja fotokatalisisnya sehingga berbagai macam struktur morfologi yang memiliki permukaan besar telah dikembangkan, diantaranya material berstruktur meso, material berstruktur satu dimensi (*nanorod*, *nanowire*, *nanotube*) dan lain-lain¹⁵. Dari beberapa material tersebut, semikonduktor TiO₂ dengan struktur *nanotube* lah yang mempunyai tingkat *photovoltaic* tinggi¹⁶. Salah satu metode untuk menghasilkan morfologi *nanotube* pada semikonduktor TiO₂ adalah dengan metode anodisasi yaitu suatu metode yang dilakukan secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam florida untuk menumbuhkan titania *nanotube* dari plat logam.¹⁷

1.2 Perumusan Masalah

Celah energi (*band gap*) yang lebar dari TiO₂ anatase (sekitar 3,2 eV) yang setara dengan cahaya UV (panjang gelombang 388 nm) telah menjadi masalah dalam aplikasi fotokatalitik dari TiO₂ ini karena penggunaannya hanya terbatas pada daerah UV dan tidak pada daerah cahaya tampak. Diperlukan usaha tertentu untuk dapat meningkatkan kereaktifan fotokatalis TiO₂ pada cahaya tampak, salah satu yang menjanjikan adalah teknik doping Nitrogen pada TiO₂ karena teknik ini telah berhasil meningkatkan absorpsi optis dan aktivitas fotokatalisis pada TiO₂. Selain kereaktifan yang tinggi dari fotokatalis TiO₂ terhadap cahaya tampak, juga diperlukan luas permukaan yang besar agar lebih banyak sisi katalis yang berinteraksi dengan substrat. Permukaan yang luas dari partikel TiO₂ dapat diperoleh dengan membuat TiO₂ *nanotube* dimana fabrikasinya dapat dilakukan dengan metode anodisasi plat logam titanium dengan bantuan elektrolit garam flourida dan senyawa nitrogen sebagai sumber dopannya.

Keberhasilan proses doping dievaluasi dengan melakukan karakterisasi yang sesuai, diantaranya dengan metode spektrometri seperti UV-Vis *Diffuse Reflectan* (UV-Vis DRS) dan FTIR DRS serta diamati kemampuannya dalam pembentukan *photocurrent* serta aktivitas degradasi fotokatalitiknya terhadap senyawa organik yaitu zat warna pada daerah sinar tampak.

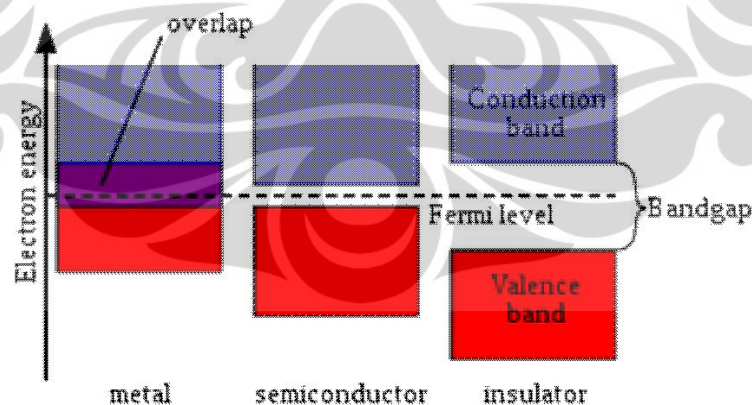
1.3 Tujuan Penelitian

1. Melakukan preparasi fotokatalis TiO_2 dan N-TiO_2 dengan metode anodisasi
2. Membandingkan aktivitas fotokatalisis TiO_2 dan N-TiO_2 pada saat dikenai sinar UV dan sinar tampak pada degradasi zat warna *congo red*

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Semikonduktor

Umumnya ikatan dan distribusi elektron pada material padatan sering dideskripsikan melalui teori pita. Teori pita ini menggambarkan dua tipe energi yang dimiliki suatu bahan yaitu mencakup pita valensi dan pita konduksi. Diantara kedua pita ini, terdapat suatu celah energi yang biasa disebut dengan *band gap*. Semikonduktor, merupakan suatu bahan yang mempunyai sifat diantara isolator dan konduktor dengan nilai konduktivitas listrik (σ) sebesar 10^{-7} - $10^3 \text{ ohm}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Semikonduktor memiliki celah energi (E_g) antara 0,5-5,0 eV dimana dapat dikarakterisasi melalui dua tipe energinya yaitu pita valensi dan pita konduksi. Berikut gambar dua tipe energi dalam material padatan konduktor (metal), semikonduktor dan insulator:



Gambar 2.1 Perbedaan Tipe Energi dalam Material Konduktor, Semikonduktor dan Insulator¹⁸

Iluminasi cahaya pada semikonduktor akan mempromosikan elektron dari pita valensi ke pita konduksi. Adanya celah energi (*band gap*) pada semikonduktor mencegah penggabungan kembali pasangan *electron-hole*

sehingga waktu hidup pasangan *electron-hole* ini menjadi lebih panjang untuk dapat melakukan transfer elektron antar muka¹⁹. Promosi elektron dari pita valensi ke pita konduksi ini diawali dengan penyerapan foton oleh semikonduktor yang setara atau lebih besar dari *band gap*-nya (E_g). Ketika foton di serap, maka yang akan terjadi adalah pembentukan *photoelectron* dan *photohole* dimana *photoelectron* dan *photohole* ini dapat dikelola untuk menjalankan reaksi redoks. Adapun secara termodinamik, ukuran kekuatan reduksi dari elektron ditunjukkan dari tingkat energi sisi pita konduksinya, sedangkan ukuran kekuatan oksidasi dari *hole* ditunjukkan dari tingkat energi sisi pita valensinya dimana semakin negatif nilai potensialnya maka akan semakin besar daya oksidasinya.³

2.2 Semikonduktor TiO₂

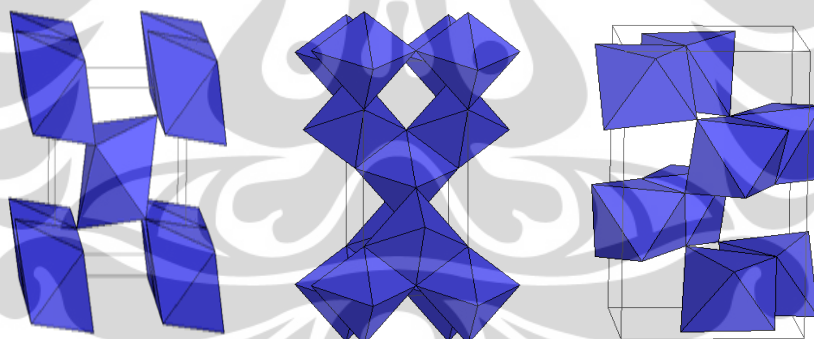
Titanium dioksida (TiO₂) merupakan padatan ionik yang tersusun dari Ti⁴⁺ dan O²⁻ dalam konfigurasi oktahedron. Padatan kristalin TiO₂ ini memiliki tujuh bentuk polimorf, empat bentuk polimorfnya berasal dari alam sedangkan tiga bentuk sisanya berasal dari hasil sintesis²⁰. Dari keempat bentuk polimorf yang berasal dari alam ini hanya 3 bentuk polimorf saja yang umum dalam suatu sintesis anorganik yaitu:

1. *Rutile*, merupakan bentuk polimorf TiO₂ yang cenderung lebih stabil pada suhu tinggi sehingga sering terdapat dalam batuan igneous (beku karena perapian). Pada suhu 700°C mulai terbentuk kristal dengan bentuk *rutile* ini disertai penurunan luas permukaan serta penurunan aktivitas fotokatalisis secara drastis. Adapun dalam struktur kristal *rutile* ini setiap oktahedron dikelilingi sepuluh oktahedron tetangga serta mempunyai sistem kristal tertragonal. Struktur *rutile* memiliki *band gap* 3,0 eV yang setara dengan energi cahaya dengan panjang gelombang 413 nm
2. *Anatase*, merupakan bentuk polimorf TiO₂ yang cenderung lebih stabil pada suhu rendah. Transformasi bentuk amorf menjadi *anatase* dapat terjadi pada suhu sekitar 400-450°C yang disintesis langsung dari molekul prekursor dalam pelarut tertentu. Adapun dalam stuktur kristal

anatase ini setiap oktahedron dikelilingi delapan oktahedron Struktur *anatase* memiliki *band gap* sebesar 3.2 eV yang setara dengan energi gelombang cahaya UV dengan panjang gelombang 388 nm

3. *Brookite*, sulit diamati karena tidak stabil, umumnya hanya terdapat dalam mineral dan mempunyai struktur kristal orthorombik.

Energi pita valensi untuk *anatase* dan *rutile* tidak begitu jauh, yaitu sangat rendah dalam diagram energi sehingga menandakan bahwa kedua struktur tersebut dapat menghasilkan *hole* dengan daya oksidasi yang besar. Adapun TiO_2 *anatase* lebih fotoaktif dari pada jenis *rutile*. Hal ini dikarenakan luas permukaan *anatase* lebih besar daripada luas permukaan *rutile* sehingga sisi aktif per unit pada *anatase* lebih besar daripada sisi aktif per unit pada *rutile*. Untuk struktur *brookite* paling sulit dipreparasi dan paling tidak stabil diantara ketiga struktur kristal TiO_2 ini sehingga jarang digunakan dalam proses fotokatalitik.¹⁹



Gambar 2.2 Tiga Bentuk Kristal TiO_2 : *Rutile*, *anatase*, *brookite*

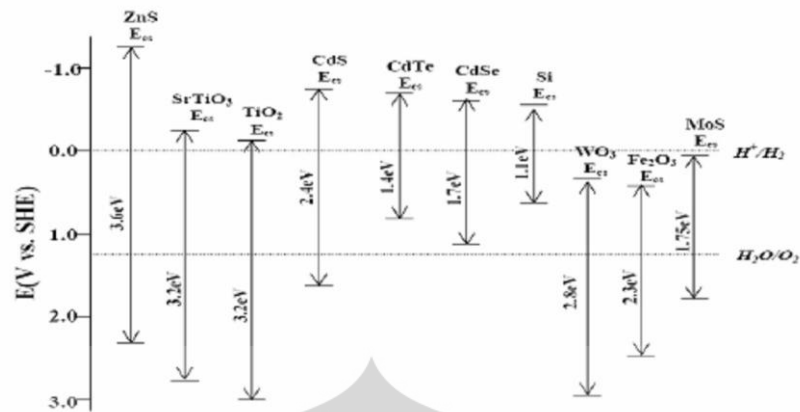
2.3 Fotokatalisis

Fotokatalisis merupakan kombinasi antara proses fotokimia dengan proses katalitik dimana diperlukan cahaya dan katalis untuk dapat melangsungkan atau mempercepat transformasi kimia²¹. Berdasarkan terminologi katanya, fotokatalisis terdiri dari dua bagian besar yaitu foto (*photon* atau cahaya) dan katalisis. Katalisis merupakan suatu proses dimana suatu substansi tertentu

berperan dalam meningkatkan kecepatan dari transformasi kimia. Substansi ini disebut dengan katalis dimana substansi ini tidak dihasilkan maupun dikonsumsi dalam suatu reaksi melainkan substansi ini meningkatkan kecepatan dari reaksi. Sehingga dapat dikatakan secara umum fotokatalisis merupakan suatu reaksi yang menggunakan cahaya untuk mengaktifasi substansi tertentu (katalis) yang dapat meningkatkan kecepatan dari reaksi kimia dimana substansi ini tidak dihasilkan maupun dikonsumsi dalam suatu reaksi dan fotokatalis merupakan substansi yang dapat meningkatkan kecepatan suatu reaksi kimia menggunakan irradiasi dengan cahaya²². Adapun fotokatalisis terbagi menjadi dua yaitu:

- Fotokatalisis heterogen, melibatkan katalis yang berbeda fasa dengan medium reaktan. Konsep degradasi fotokatalitiknya adalah iradiasi padatan semikonduktor yang stabil untuk menstimulasi reaksi antar fasa permukaan padat atau larutan. Karena fotokatalis heterogen ini berbeda fasa dengan medium reaktannya maka zat padatnya tidak berubah dan dapat diambil lagi setelah beberapa kali reaksi redoks.
- Fotokatalisis homogen, melibatkan katalis yang berada dalam fasa yang sama dengan medium reaktannya. Untuk fotokatalis homogen ini, interaksi antara foton dengan spesi pengabsorpsi (senyawa koordinasi dari logam transisi, zat warna organik), substrat (kontaminan) dan cahaya akan menyebabkan terjadinya perubahan substrat. Proses fotokatalitik seperti ini terjadi dengan bantuan zat pengoksidasi seperti ozon (O_3) dan hidrogen peroksida (H_2O_2).

Adapun untuk reaksi fotokatalisis, oksida logam dan sulfida mewakili sebagian besar kelompok semikonduktor yang sesuai untuk reaksi ini. Seperti pada gambar berikut ini ditampilkan beberapa macam bahan semikonduktor beserta *band gap*-nya yang menunjukkan wilayah reaksi fotokatalisis yang dapat diakomodasi oleh masing-masing semikonduktor ini.

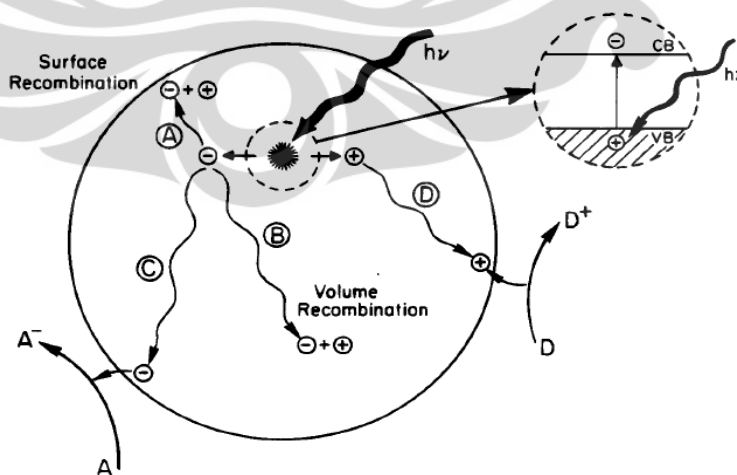
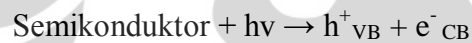


Gambar 2.3 Energi Pita Beberapa Fotokatalis Umum

[Sumber: Linsebigler, 1995]

2.4 Fotokatalitik pada Semikonduktor TiO_2 beserta Mekanismenya

Jika suatu semikonduktor menyerap energi sebesar atau lebih besar dari celah energinya (*band gap*), maka elektron pada pita valensi (VB) akan tereksitasi menuju pita konduksi (CB). Perpindahan ini akan menghasilkan lubang positif (*hole*). Hal ini merupakan awal dari proses fotokatalisis.



Gambar 2.4 Skema Proses Fotokatalis pada Permukaan Semikonduktor

[Sumber: Linsebigler, 1995]

TiO₂ memiliki energi celah yang cukup besar yaitu 3.2 eV, sehingga cahaya yang digunakan berada dalam daerah panjang gelombang ultraviolet (200-400 nm). Penyinaran TiO₂ dalam air dengan cahaya pada panjang gelombang 400 nm akan menghasilkan elektron pada pita konduksi dan *hole* positif pada pita valensi. Elektron pada pita konduksi dipakai dalam reaksi reduksi oksidan (Ox-Oxred), sementara *hole* diisi melalui reaksi oksidasi (Red-Redox). Reduksi akan terjadi pada spesi A, jika tingkat redoks A berada dibawah tingkat pita konduksi semikonduktor. Apabila tingkat A atau D berada di antara pita valensi dan pita konduksi semikonduktor, maka proses reduksi dan oksidasi akan terjadi. Selain dapat terjadi oksidasi dan reduksi, dapat juga terjadi rekombinasi, yaitu tidak saling berinteraksinya elektron dan lubang positif yang terbentuk dengan spesi lain melainkan yang terjadi adalah keduanya bergabung kembali. Proses ini dapat terjadi di dalam semikonduktor atau di permukaan semikonduktor dengan melepaskan panas. Reaksi yang terjadi adalah

- I. Reaksi pembentukan elektron pada pita konduksi dan hole pada pita valensi sebagai pembawa muatan (e^-_{cb}, h^+_{vb}) oleh foton

$$\text{TiO}_2 + h\nu \rightarrow h^+_{VB} + e^-_{CB}$$
- II. Penangkapan pembawa muatan

Hole pada pita valensi terjebak dalam gugus titanol

$$h^+_{vb} + >\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH} \rightarrow \{>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}\cdot\}^+$$

Elektron pada pita konduksi terjebak pada permukaan metastabil

$$e^-_{cb} + >\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH} \rightarrow \{>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH}\}$$

$$e^-_{cb} + >\text{Ti}^{\text{IV}} \rightarrow >\text{Ti}^{\text{III}}$$
- III. Rekombinasi pembawa muatan disertai pembebasan energi dalam bentuk panas

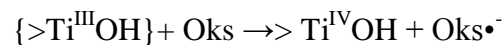
$$e^-_{cb} + \{>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}\cdot\}^+ \rightarrow >\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}$$

$$h^+_{vb} + \{>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH}\} \rightarrow >\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}$$
- IV. Transfer muatan antarmuka

Reaksi oksidasi oleh hole pada pita valensi

$$\{>\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH}\cdot\}^+ + \text{Red} \rightarrow >\text{Ti}^{\text{IV}}\text{OH} + \text{Red}\cdot^+$$

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

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

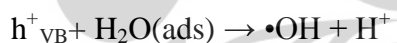
$\{>\text{Ti}^{\text{III}}\text{OH}\}$: elektron pita konduksi yang terjebak di permukaan

Red : reduktor, donor elektron

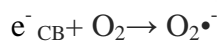
Oks : oksidator, akseptor elektron

(Hoffman et al, 1995)

Reaksi degradasi fotokatalitik senyawa organik dapat terjadi secara langsung maupun tidak langsung. Reaksi secara langsung adalah reaksi degradasi oleh *hole* sedangkan reaksi secara tidak langsung adalah reaksi degradasi oleh radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$) yang dihasilkan dari interaksi *hole* dengan air dan atau ion hidroksil.



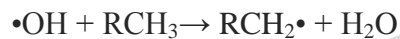
Radikal hidroksil juga terbentuk melalui reaksi reduksi oksigen oleh elektron pada pita konduksi



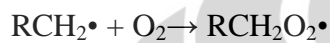
Hole merupakan oksidator yang sangat kuat (+1.0 sampai +3.1 vs NHE) sehingga mampu mengoksidasi senyawa-senyawa organik secara langsung. Adapun radikal hidroksil hasil interaksi antara *hole* dan air merupakan oksidator yang cukup kuat dan sangat reaktif dalam menyerang senyawa-senyawa organik, sehingga senyawa organik dapat terdegradasi menjadi CO_2 , H_2O , NH_3 dan ion-ion halida jika senyawanya mengandung atom-atom halida.

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 CO₂ dan H₂O. Mekanisme yang terjadi adalah sebagai berikut:

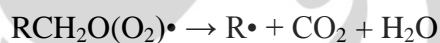
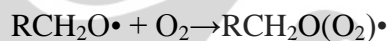
(i) Reaksi Inisiasi



(ii) Reaksi Propagasi



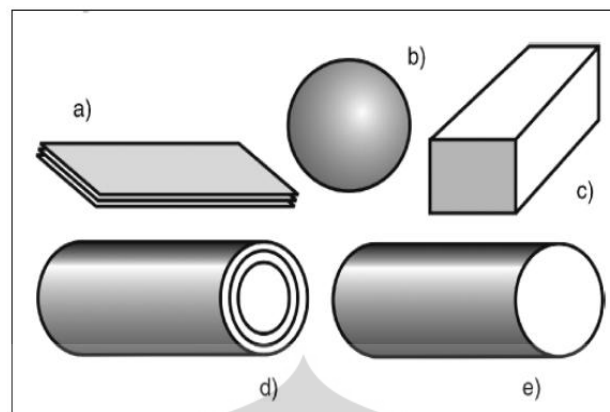
(iii) Pemutusan ikatan C-C (Pembentukan CO₂)



2.5 Preparasi Fotokatalis TiO₂

2.5.1 Fotokatalis TiO₂ Nanotube

Fotokatalis TiO₂ memiliki beberapa bentuk diantaranya berbentuk *Sheets*, *spheroids*, *rectangular section fibres*, *multiple wall nanotube*, dan *circular section rods* seperti gambar berikut:



Gambar 2.5 Beberapa Struktur Fotokatalis TiO_2 a) *Sheets*, b) *spheroids*, c) *rectangular section fibres*, d) *multiple wall nanotube*, dan e) *circular section rods*

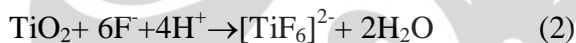
[Sumber: Dmitry V. B., Frank C.W., 2010]

Adapun pada semikonduktor TiO_2 , luas permukaan sangat berpengaruh pada efisiensi sel sehingga berbagai macam struktur telah dikembangkan, diantaranya material berstruktur meso, material berstruktur satu dimensi (*nanorod*, *nanowire*, *nanotube*) dan lain-lain¹⁵. Dari beberapa material tersebut, semikonduktor TiO_2 dengan struktur *nanotube*-lah yang mempunyai tingkat *photovoltaic* tinggi¹⁶. *Nanotube* atau *nanoscroll* yang terlihat pada gambar diatas, berbentuk silinder panjang yang memiliki lekukan rongga yang berada di tengah-tengah di sepanjang silinder tersebut.

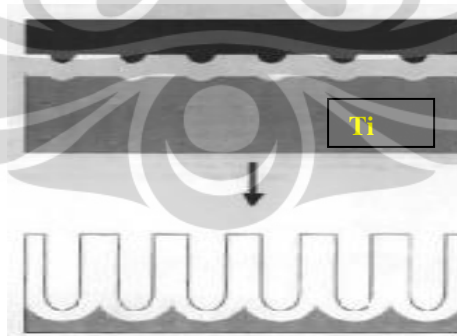
Adapun struktur TiO_2 nanotubular/nanoporous telah menstimulasi berbagai penelitian signifikan pada beberapa tahun belakangan ini terkait dengan sifatnya (*properties*) yang unik untuk berbagai macam aplikasi yang fungsional seperti *solar cells*, *gas sensitivity*, *photocatalysis*, dsb. Salah satu metode untuk menghasilkan morfologi *nanotube* pada semikonduktor TiO_2 adalah dengan metode anodisasi. Anodisasi adalah suatu metode yang dilakukan secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam florida untuk menumbuhkan titania *nanotube* dari plat logam¹⁷. Anodisasi ini dinilai sebagai salah satu teknik yang sederhana, murah, dan paling dekat untuk memfabrikasi susunan TiO_2 *nanotube*.

2.5.2 Metode Anodisasi

Anodisasi adalah suatu metode yang dilakukan secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam florida untuk menumbuhkan titania *nanotube* dari plat logam¹⁷. Adapun elektrolit yang dipilih bergantung pada kebutuhan untuk mendapatkan lapisan oksida yang rapat atau berpori. Anodisasi ditujukan untuk mendapatkan lapisan oksida beberapa metal tertentu (aluminium, tantalum, titanium, tungsten, zirconium dan sebagainya) yang tipis, rapat, dengan ketebalan tertentu yang sama dari suatu lapisan oksida. Anodisasi ini dinilai sebagai salah satu teknik yang sederhana, murah, dan paling dekat untuk memfabrikasi susunan TiO_2 *nanotube*. Adapun proses yang terjadi selama anodisasi adalah sebagai berikut²⁶:



Berikut merupakan gambaran prosesnya:



Gambar 2.6 Proses yang Terjadi Selama Anodisasi

[Sumber: Robert S. Alwitt, 2002]

2.5.3 Fotokatalis N-Doped TiO₂ Nanotube

Aplikasi fotokatalitik yang terbatas dari TiO₂ yaitu penggunaannya yang hanya terbatas pada daerah UV saja (panjang gelombang 388 nm, TiO₂ anatase) menjadi permasalahan yang belakangan ini terus dikembangkan solusinya. Kita ketahui bahwa cahaya tampak tersedia sangat melimpah sebagai cahaya matahari yang sampai ke bumi dan akan sangat menguntungkan jika tersedia fotokatalis yang dapat diaktifkan dengan cahaya tampak yang ketersediaannya melimpah tersebut.

Adapun pengembangan fotokatalis belakangan ini seperti telah disebutkan diatas, mengarah pada kereaktifitasan yang tinggi dari fotokatalis tersebut dibawah sinar tampak ($\lambda > 400$ nm) sehingga dapat tetap digunakan walaupun dengan iluminasi yang sedikit atau dengan penerangan interior saja. Beberapa pendekatan dalam modifikasi TiO₂ telah dilakukan seperti implantasi ion metal-TiO₂, reduksi fotokatalis TiO_x, doping TiO₂ dengan spesi non-metal, sensitisasi TiO₂ dengan zat warna, dan doping TiO₂ dengan *luminescent agent*⁵. Salah satu teknik yang dianggap efektif adalah teknik doping yang merupakan suatu proses memasukkan atom lain (dopan) untuk tujuan 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.

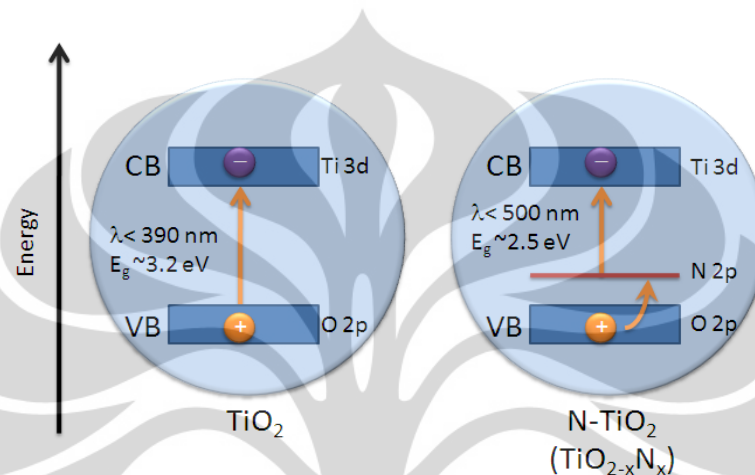
Dengan menyisipkan dopan pada semikonduktor juga dapat digunakan untuk menghindari rekombinasi muatan *photohole* dan *photoelectron*, sehingga akan dihasilkannya *quantum yield* yang baik dan efisiensi reaksi fotokatalitik yang besar. Berbagai studi telah dilakukan dengan berbagai jenis dopan seperti C, N, B, dan S.

Salah satu teknik doping yang menjanjikan adalah doping TiO₂ dengan nitrogen, N-TiO₂, yang menunjukkan aktifitas fotokatalitik yang signifikan pada berbagai jenis reaksi dibawah daerah sinar tampak. Dopan nitrogen lebih menarik dibanding dopan-dopan lain karena ukuran atom yang mirip dengan oksigen, energi ionisasi kecil, dan stabilitas yang baik.²⁴⁻²⁵

Beberapa penelitian mengenai doping TiO_2 dengan Nitrogen telah banyak dilakukan, diantaranya pada tahun 2001 Asahi et al melaporkan bahwa TiO_2 yang didoping dengan Nitrogen menunjukkan peningkatan yang dramatis pada absorpsi optisnya dan pada aktivitas fotokatalisisnya dibawah sinar tampak dibandingkan dengan TiO_2 yang tidak di doping dengan Nitrogen⁶. TiO_2 yang didoping Nitrogen tersebut menghasilkan kecepatan fotodekomposisi pada gas asetaldehida lima kali lebih cepat daripada TiO_2 yang tidak didoping Nitrogen dibawah illuminasi sinar tampak. Pada tahun 2004 juga Oliver Diwald et al berhasil mensintesis fotokatalis TiO_2 dengan fase *rutile* yang terdoping dengan Nitrogen melalui *treatment* dengan NH_3 pada suhu 870 K⁷. Nitrogen terbukti mampu menggeser *band gap* untuk TiO_2 *rutile* 0,6 eV ke daerah sinar tampak yaitu dari 3,0 eV ke 2.4 eV. Yu-Chao Tang et al pada 2011 juga telah berhasil mensintesis TiO_2 yang didoping Nitrogen dengan TiO_2 sebagai prekursor dan beberapa senyawa sumber Nitrogen (NH_4F , NH_4HCO_3 , $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$, $\text{NH}_4\text{COOCH}_3$, dan $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$)⁸. Hasilnya fotokatalis TiO_2 yang telah terdoping Nitrogen ini memiliki absorpsi yang kuat pada daerah cahaya tampak untuk degradasi dari *p-nitrophenol* dan *methyl orange* dengan sinar UV maupun irradiasi dengan sinar matahari. Hasil aktifitas fotokatalitik tersebut juga membuktikan bahwa mekanisme adsorpsi sinar tampak adalah hasil dari dopan Nitrogen yang memberikan level *mid-band gap* di atas pita valensi O_{2p} .

Adapun mengenai mekanisme dimana Nitrogen sebagai dopan pada fotokatalis TiO_2 dapat menurunkan *band gap* (celah energi) dari TiO_2 telah banyak didiskusikan. Diantaranya menurut Asahi et al pada tahun 2001, Nitrogen dapat menurunkan *band gap* pada fotokatalis TiO_2 karena dopan N pada TiO_2 dapat mendekatkan jarak (*gap*) antara pita valensi dengan pita konduksi pada Titania⁶. Bagaimanapun beberapa data eksperimental baru-baru ini menunjukkan sebuah kontradiksi dengan teori awal dari Asahi et al ini. Berlawanan dengan pendapat awal ini, Nakoto (2004) dan Irrie (2003) mengusulkan bahwa adanya Nitrogen menghasilkan orbital kedudukan yang baru (berasal dari orbital 2p N) diantara pita valensi (terdiri atas orbital 2p O) dan pita konduksi (terdiri atas orbital 3d Ti)⁹. Orbital 2p dari Nitrogen ini berperan sebagai *step up* untuk elektron di dalam orbital 2p Oksigen, sehingga elektron ini hanya akan

membutuhkan lompatan yang kecil untuk bisa dipromosikan ke pita konduksi. Ketika proses ini terjadi elektron dari pita valensi asal (orbital 2p Oksigen) dapat bermigrasi ke level energi tengah (*mid-band gap energy*, orbital 2p Nitrogen) meninggalkan *hole* di pita valensi⁹. Berikut adalah skema dari level energi dalam TiO₂ yang didoping dengan Nitrogen:



Gambar 2.7 Skema Level Energi di dalam TiO₂ yang didopan dengan Nitrogen

[Sumber: Bahnemann, 2004]

Berbagai variasi metode telah dilakukan untuk membuat fotokatalis TiO₂ yang di dopan N, seperti metode sintesis dua tahap dengan teknik hidrotermal¹⁰, metode mekanokimia⁸, metode deposisi laser denyut¹¹, metode sol gel¹², metode sputtering¹³, serta metode anodisasi¹⁴.

Untuk metode fabrikasi N-doped TiO₂ *nanotube* dengan anodisasi, metode ini dilakukan secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam/asam florida untuk menumbuhkan titania *nanotube* dari plat logam¹⁷ disertai juga dengan penambahan elektrolit senyawa sumber Nitrogen sebagai sumber dopan N-nya¹⁴. Berikut merupakan beberapa penelitian mengenai TiO₂ dengan sistem *nanotube* yang didopan dengan spesi metal maupun non metal:

Tabel 2.1 Beberapa Penelitian Sintesis TiO₂ Nanotube yang didopan dengan Spesi Metal maupun Non Metal

Elemen Dopan	Metode Preparasi	Keterangan	Reff.
P	Oksidasi anodik Ti metal (anode) dan <i>carbon block</i> (katode) dalam 0,25 M asam pospat pada tegangan 50 Volt	TiO ₂ berhasil di dopan oleh ion Phosphor berdasarkan spektrum XPS yang dihasilkan ²⁶	Konishi et al, 2007
	Titanium dianodisasi secara galvanostatik dalam 2 M H ₃ PO ₄ dengan potensial yang <i>steady state</i>	Terbentuk film bioaktif phosphate yang potensial untuk situasi biomedikalmedis ²⁷	Cydzik et al, 2006
N	Oksidasi anodik titanium <i>sheet</i> dalam larutan elektrolit yang mengandung ion ammonium, ion nitrat dan ion florida	Ammonium nitrat berhasil digunakan sebagai sumber dopan N pada TiO ₂ namun dari spektrum XPS terlihat inkorporasi Nitrogen dan ion Florida pada TiO ₂ ¹⁴	Shankar et al, 2006
	Anodisasi elektrokimia dari Ti dalam 0.5% HF dengan <i>counter electrode</i> Pt pada tegangan 20V dalam waktu 20 menit. Hasil anodisasinya dibenamkan dalam 1M NH ₃ ·H ₂ O selama 10 jam dan di	Telah berhasil disintesis N-doped TiO ₂ nanotube yang mempunyai performa fotodegradasi yang baik untuk degradasi metil orange ²⁸	Lai et al, 2010

Tabel 2.1 (Sambungan)

Elemen Dopan	Metode Preparasi	Keterangan	Reff.
	Furnace dibawah atmosfer <i>ambient</i> selama 2 jam		
C	Anodisasi Ti <i>foil</i> dalam elektrolit asam yang mengandung 0.5M <i>ortho</i> -phosphoric acid (H ₃ PO ₄), 0.14M sodium fluoride (NaF) dan beberapa variasi jumlah yang berbeda dari polyvinyl alcohol ([-CH ₂ CHOH-] _n pada 20 Volt	Telah berhasil disintesis Carbon- <i>doped</i> Titania. Diameter (96 sampai 165 nm) dan panjang (0.320 sampai 0.471 μm) dari C <i>doped</i> -Titania dipengaruhi oleh konsentrasi PVA dan waktu anodisasi ²⁹	Milad et al, 2011
	Anodisasi sonoelektrokimia dengan menggunakan larutan ethylene glycol– ammonium fluoride dengan pendinginan dibawah atmosfer (H ₂)	Telah berhasil disintesis fotoanode TiO ₂ -x C _x dari spektrum XPS yang dihasilkan ³⁰	Mohapatra et al, 2007
B	Anodisasi pada densitas arus 10 mA/cm ² dalam waktu 27 menit pada 0.1 M elektrolit H ₃ BO ₃	Telah berhasil disintesis B- <i>doped</i> TiO ₂ dari spectrum XPS yang dihasilkan ³¹	Lu et al, 2007

Adapun fabrikasi N-*doped* TiO₂ dengan sistem *nanotube* ditujukan selain untuk mendapatkan fotokatalis yang lebih reaktif terhadap cahaya tampak juga untuk mendapatkan fotokatalis dengan tingkat *photovoltaic* yang tinggi yaitu dengan bentuk morfologi *nanotube* yang mempunyai luas permukaan partikel TiO₂ yang besar dibandingkan bentuk morfologi TiO₂ yang lain.



BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Departemen Kimia FMIPA Universitas Indonesia pada bulan akhir Januari 2012 sampai dengan Mei 2012.

3.2 Alat dan Bahan

Alat

- *Potentiostat*
- Elektroda
- Alat gelas
- Pengaduk magnet
- Multimeter
- *Power Supply DC*
- Kertas abrasif 400 cc
- pH universal
- UV-Vis Spectrofotometer
- FT-IR Spectrofotometer
- XRD
- SEM-EDX
- Reaktor Fotokatalitik

Bahan

- Lembaran titanium
- *Deionized water*
- HF 0,07 M
- NH₄F 0,07 M
- Kawat Pt
- NH₄OH
- Asam asetat glasial
- HNO₃
- NH₄NO₃ 2,5 M
- NaNO₃
- Gliserol
- Zat Warna Congo Red

3.3 Prosedur Kerja

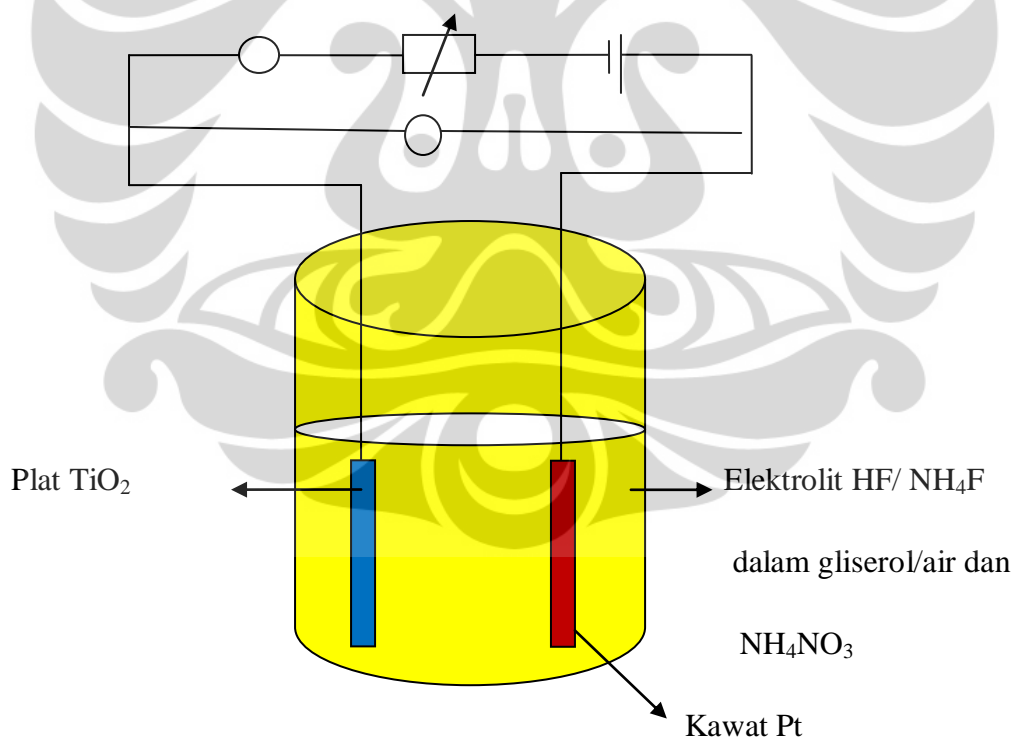
3.3.1 Fabrikasi Film TiO₂ bermorfologi *Nanotube* dengan Metode Anodisasi

- Plat Ti dipotong dengan ukuran 3,9 x 1,7 cm, kemudian diampas menggunakan kertas abrasif 400 cc serta dicuci menggunakan deterjen dan air.
- Untuk mendapatkan permukaan yang segar, plat direndam dalam campuran asam fluorida, asam nitrat dan air (1 : 3 : 6) selama 2 menit. Setelah plat dikeringkan, dilakukan proses anodisasi dengan menempatkan plat Ti sebagai anoda dan anyaman kawat Pt (3,9 x 1,7 cm) sebagai katoda dalam suatu elektrolit
- Dilakukan variasi dalam proses anodisasasi terhadap jenis elektrolit yang digunakan yaitu:
 - HF 0,07 M dalam air, sumber dopan NH₄NO₃ 2,5 M dan juga penambahan NH₄OH untuk mengatur pHnya menjadi 3,5

- 0,07 M NH_4F dalam gliserol, sumber dopan NH_4NO_3 2,5 M dengan bias potensial sebesar 15 Volt dan juga penambahan asam asetat glasial untuk mengatur pHnya menjadi 3,5

- Dilakukan variasi lamanya waktu anodisasi untuk yang sumber dopannya berasal NH_4NO_3 yaitu selama 5 menit, 30 menit, 3 jam dan 6 jam.
- Adapun plat setelah dicuci kembali dengan akuabides, plat kemudian dikalsinasi pada suhu 450°C dan 600°C selama 3 jam dengan dialiri gas oksigen.

Berikut merupakan skema proses anodisasinya:



Gambar 3.1 Skema Proses Anodisasi

3.3.2. Karakterisasi Katalis TiO₂ dan N-TiO₂

Katalis TiO₂ dan N-TiO₂ dianalisis dengan:

- *Diffuse Reflectance UV-Vis* untuk mengetahui energi celah kedua katalis tersebut.
- SEM-EDX untuk mengetahui morfologi permukaan katalis TiO₂ dan N-TiO₂ serta komposisi unsur yang terkandung dalam kedua katalis tersebut.
- Pengukuran dengan FTIR digunakan untuk mengetahui adanya indikasi pembentukan ikatan Ti dengan Nitrogen yang dapat dilihat dari spektrum ikatan keduanya.
- Pengamatan dengan alat XRD untuk mendapatkan informasi struktur kristal TiO₂ dan N-TiO₂ hasil sintesis.
- Uji aktifitas fotoelektrokatalisis menggunakan metode *Linear Sweep Voltametry*. Percobaan dilakukan dengan dan tanpa penyinaran lampu UV serta Visible menggunakan elektrolit NaNO₃ 0,1 M yang mengandung senyawa organik *Congo Red*. Adapun spesifikasi percobaanya dilakukan dengan:

Initial Voltage: -1000 mV

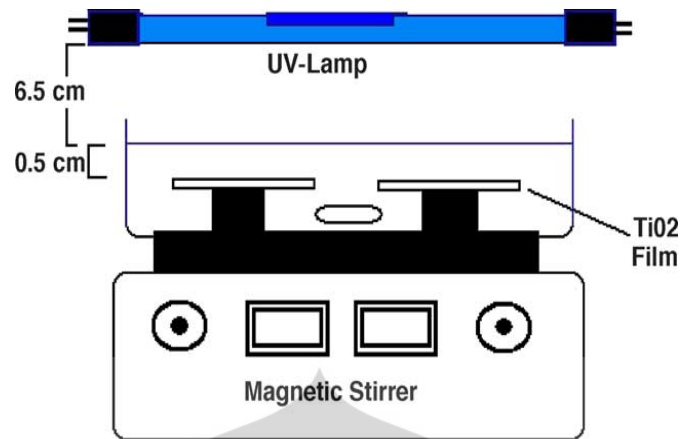
Final voltage: 2000mV

Scan Rate: 50 mV/s

Range: 1 mA

3.3.3 Preparasi Reaktor Fotokatalitik

Sel fotokatalitik disusun seperti skema berikut:



Gambar 3.2 Sel Fotokatalitik

3.3.4. Pengujian Aktivitas Fotokatalitik

3.3.4.1. 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. Larutan ini dibuat dari larutan induk, sebelumnya dibuat larutan intermediet 100 ppm terlebih dahulu dengan cara memipet 25 ml larutan induk *congo red* ke dalam labu ukur 250ml yang selanjutnya dari larutan intermediet tersebut dipipet 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5 ml ke dalam labu ukur 50 ml.

3.3.4.2. Proses Degradasi Larutan Uji *Congo Red*

Larutan *congo red* sebanyak 20 ml dengan konsentrasi 4 ppm ditempatkan dalam beaker glass dengan perlakuan:

- a) Menggunakan TiO_2 dengan irradiasi UV
- b) Menggunakan N- TiO_2 dengan irradiasi UV
- c) Menggunakan TiO_2 dengan irradiasi cahaya visible
- d) Menggunakan N- TiO_2 dengan irradiasi cahaya visible

Larutan sampel dilakukan pengukuran dengan absorbansi dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang tetap yaitu panjang gelombang maksimum *congo red*, 499 nm, pada waktu 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 menit.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Lapisan Tipis N-doped TiO₂ Nanotube dengan Metode Anodisasi

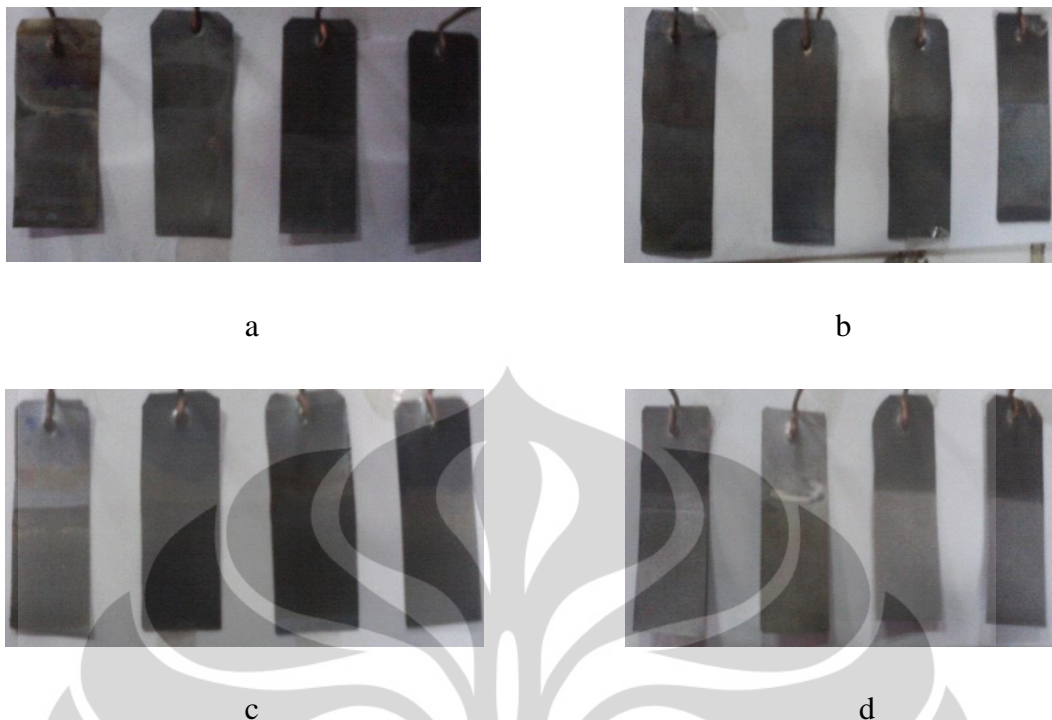
Pembuatan lapisan tipis N-doped TiO₂ dilakukan dengan metode anodisasi. Metode anodisasi seperti telah dikemukakan sebelumnya merupakan metode yang dilakukan secara elektrokimia dengan bantuan elektrolit garam florida untuk menumbuhkan titania *nanotube* dari plat logam¹⁷. Anodisasi ditujukan untuk mendapatkan lapisan oksida beberapa metal tertentu (aluminium, tantalum, titanium, tungsten, zirconium dan sebagainya) yang tipis, rapat atau berpori (bergantung pada elektrolit yang dipilih), dengan ketebalan tertentu yang sama dari suatu lapisan oksida. Metode anodisasi dilakukan dengan menempatkan logam Ti sebagai anoda dan anyaman kawat Pt sebagai katoda serta larutan garam florida sebagai elektrolitnya. Metode anodisasi ini dinilai sebagai salah satu teknik yang sederhana, murah, dan paling dekat untuk memfabrikasi susunan TiO₂ *nanotube*. Berikut merupakan gambaran real terhadap proses anodisasi yang dilakukan:



Gambar 4.1 Foto Perangkat Anodisasi

Adapun dalam penelitian ini anodisasi dilakukan pada tegangan powersupply DC sebesar 15 Volt. Tegangan ini dipilih berdasarkan pencapaian stuktur *nanotube* terbentuk yang lebih baik ketimbang pada tegangan yang lebih tinggi (25 Volt) karena pada tegangan yang lebih tinggi struktur yang dibentuk cenderung seperti nodula atau partikulat. Anodisasi juga dilakukan dengan variasi terhadap jenis elektrolit garam florida yang digunakan yaitu HF dalam air dan NH_4F dalam gliserol. Pemilihan kedua elektrolit ini ditujukan untuk melihat pengaruh jenis elektrolit garam florida terhadap pembentukan *N-doped TiO₂ nanotube*. Pada dasarnya pembentukan *nanotube* selama anodisasi adalah hasil dari kompetisi antara oksidasi elektrokimia dari titanium pada permukaan metal dan desolusi kimia dari lapisan TiO_2 oleh *fluorides* dalam elektrolit³². Telah diketahui sebelumnya bahwa pembentukan TiO_2 *nanotube* dalam medium air kurang baik karena terjadi kesetimbangan yang cepat sehingga proses desolusi dari TiO_2 *nanotube* yang terbentuk mengurangi pertambahan panjang dari pembentukan *nanotube* TiO_2 itu sendiri.

Dari hasil pengamatan terhadap hasil preparasi *N-doped TiO₂* yang dilakukan, terlihat bahwa plat yang dipreparasi dengan suhu kalsinasi 450°C terlihat berwarna kebiru-biruan sedangkan plat yang dipreparasi dengan suhu 600°C terlihat berwarna keputih-putihan. Berikut merupakan foto hasil dari preparasi beberapa plat *N-doped TiO₂* yang telah dilakukan:



Gambar 4.2 Foto Hasil Sintesis N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air (5menit, 30 menit, 3jam dan 6jam), NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C (a dan b) serta N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C (c dan d)

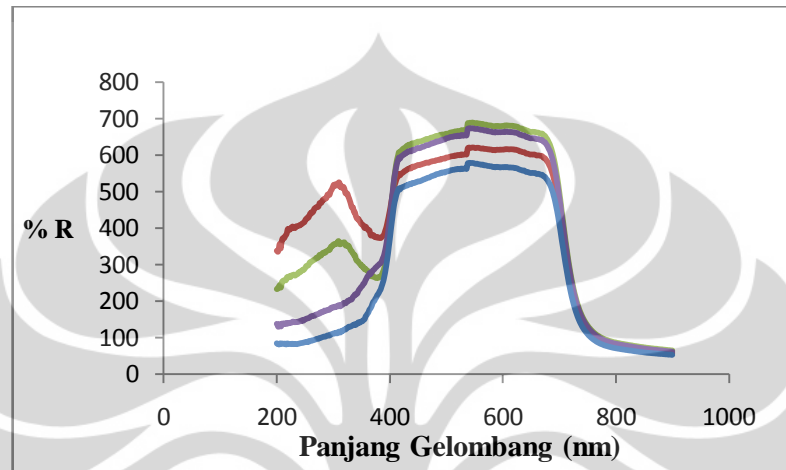
Untuk mengatasi masalah tersebut diatas dipilihlah medium yang agak kental (viskos), contohnya gliserol, sehingga proses desolusi dari dari *nanotube* yang sudah terbentuk dapat dicegah atau dikurangi. Selain dilakukan variasi terhadap jenis elektrolit garam florida, juga dilakukan variasi terhadap waktu lamanya anodisasi serta suhu kalsinasi yang dilakukan. Variasi lamanya waktu anodisasi serta suhu kalsinasi yang dilakukan ditujukan untuk melihat pengaruh keduanya terhadap aktivitas fotokatalitik masing-masing dari variasi tersebut.

4.2 Karakterisasi TiO₂ dan N-TiO₂

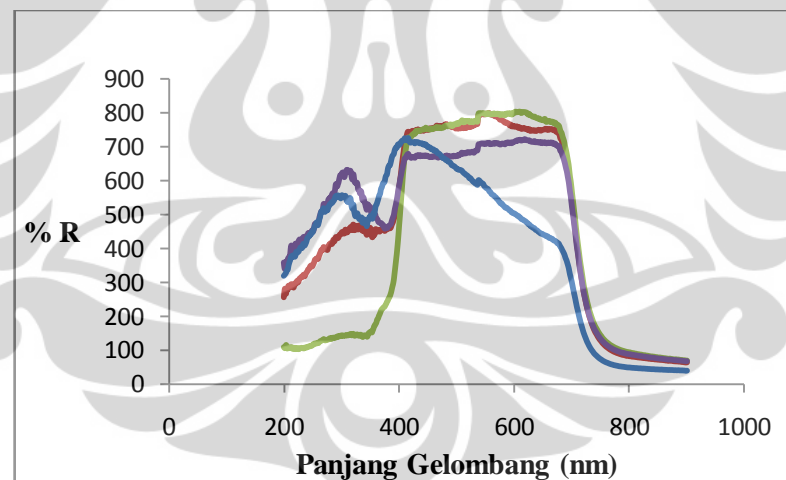
4.2.1 Karakterisasi dengan *Diffuse Reflectance UV-VIS*

Pengukuran dengan *Diffuse Reflectance UV-Vis* bertujuan untuk mengetahui karakter serapan pada daerah panjang gelombang baik UV maupun

Visible (200-600nm). Pada gambar berikut terdapat perbandingan antara spektrum *diffuse reflectance* TiO₂ yang tidak didoping dengan Nitrogen dengan TiO₂ yang didoping Nitrogen pada salah satu N-TiO₂ yang telah dipreparasi anodisasi NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ suhu kalsinasi 600°C.



(a)



(b)

Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 4.3 Spektrum *Diffuse Reflectance*(a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂ (Reflektan Vs Panjang Gelombang)

Dari profil spektrum reflektan tersebut menunjukkan bahwa baik N-TiO₂ dan TiO₂ sama-sama memiliki wilayah serapan didaerah sinar tampak ($\lambda > 400$ nm). Untuk N-TiO₂ hasil pengamatan ini menandakan indikasi keberhasilan proses doping yang dilakukan. Namun hasil pengamatan serupa untuk TiO₂ tanpa doping adalah tidak biasa dan memerlukan penjelasan, dimana hal ini mungkin karena beberapa faktor atau keadaan seperti permukaan yang tidak rata dari lapisan TiO₂ yang dapat menyebabkan refleksi cahaya dengan sudut yang berbeda-beda sehingga seolah-olah menyerap sinar cahaya tampak pada TiO₂ yang dipreparasi.

Adapun celah energi dapat ditentukan berdasarkan spektrum yang diperoleh dengan menggunakan persamaan:

$$F(R) = K/S = (1-R)^2/2R \quad (4.1)$$

Keterangan: F(R) = Faktor Kubelka-Munk

K = Koefisien Absorpsi

S = Koefisien Scattering

R = Nilai Reflektan yang diukur

$$K = A(E - E_g)^m; m = 1/2 \quad (4.2)$$

$$F(R) = \frac{A(h\nu - E_g)^{1/2}}{S} \quad (4.3)$$

$$F(R)^2 = \frac{A^2(h\nu - E_g)}{S^2} \quad (4.4)$$

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 (h\nu - E_g) \quad (4.5)$$

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 h\nu - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g \quad (4.6)$$

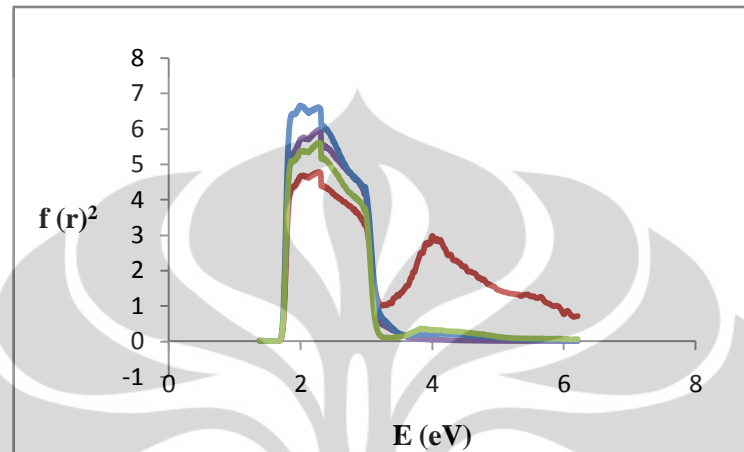
$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ y & b & x & \pm & a \end{array}$$

nilai x pada saat $y = 0$ merupakan nilai energi celah (*band gap*)

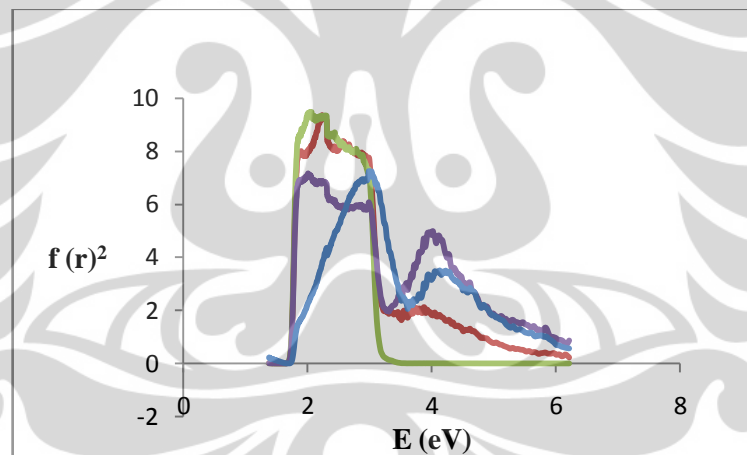
Keterangan: A = Konstanta Proporsional

E_g = Energi Gap (Energi celah)

Dengan memplotkan $F(R)$ terhadap $h\nu$ dan ekstrapolasi daerah liniernya maka dapat ditentukan nilai $h\nu$ pada $F(R) = 0$, yang tidak lain adalah nilai energi celah dari spesi pengabsorpsi. Dengan pendekatan tersebut energi celah lapisan tipis TiO_2 maupun N-TiO_2 ditentukan



(a)



(b)

Gambar 4.4 Spektrum *Diffuse Reflectance* (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2 (Faktor Kubelka Munk vs $h\nu$)

Adapun spektrum Diffuse Reflectan serta Faktor Kubelka Munk untuk beberapa variasi preparasi N-TiO_2 lainnya terdapat dalam Lampiran 2.

Tabel 4.1 Nilai *Band Gap* Sampel TiO₂ dan N-TiO₂ Hasil Preparasi

Waktu Anodisasi	1		2		3		4	
	TiO ₂	N-TiO ₂	TiO ₂	N-TiO ₂	TiO ₂	N-TiO ₂	TiO ₂	N-TiO ₂
5 menit	1,675	2,948	1,734	3,235	1,724	1,74	1,728	3,0927
30 menit	1,726	2,64	1,732	3,552	2,216	1,7506	1,729	1,728
3 jam	1,737	2,923	1,7305	3,636	1,722	1,7439	1,7319	1,7269
6 jam	1,748	3,154	1,7319	1,734	1,697	1,7397	1,7467	1,7309

Catatan: Anodisasi dilakukan pada tegangan 15 Volt
 Nilai band gap yang semestinya untuk TiO₂ anatase: 3,2 eV an TiO₂ rutile: 3,0

- 1:Elektrolit: HF dan NH₄NO₃ dalam air; Suhu Kalsinasi 450⁰C
 2:Elektrolit: HF dan NH₄NO₃ dalam air; Suhu Kalsinasi 600⁰C
 3:Elektrolit: NH₄F dan NH₄NO₃ dalam gliserol; Suhu Kalsinasi 450⁰C
 4:Elektrolit: NH₄F dan NH₄NO₃ dalam gliserol; Suhu Kalsinasi 600⁰C

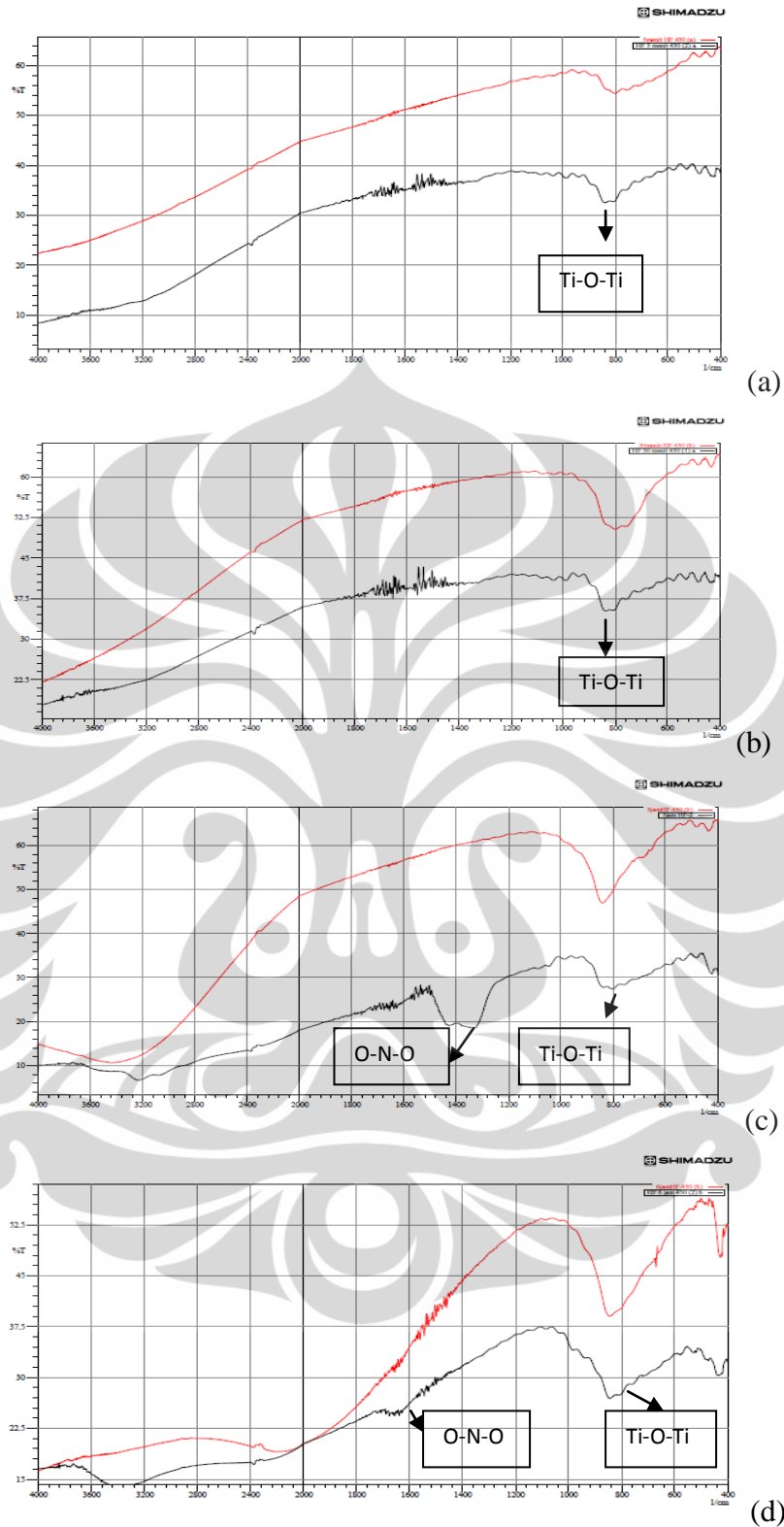
Pada Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa nilai *band gap* dari TiO₂ anatase, TiO₂ rutile, TiO₂ sintesis dan TiO₂ yang didoping nitrogen memiliki nilai yang berbeda-beda (data perhitungan terdapat pada Lampiran 2). TiO₂ yang telah di doping dengan nitrogen cenderung memiliki nilai energi *band gap* yang lebih kecil dibandingkan TiO₂ anatase dan rutile maupun TiO₂ hasil sintesis. Namun terlihat nilai *band gap* terlalu kecil yaitu bernilai sekitar 1,7 yang sebenarnya di sisi lain kurang menguntungkan. Nilai *band gap* yang terlalu kecil tersebut mungkin bukan nilai *band gap* sebenarnya, tetapi karena terjadinya refleksi pada berbagai sudut yang berbeda akibat adanya gradasi ukuran (skala nano) partikel pada permukaan material yang diperiksa. Keadaan tadi menyebabkan terjadinya pemantulan sinar datang dengan sudut yang berbeda-beda sehingga seolah terjadi serapan pada daerah panjang gelombang yang bukan sebenarnya seperti telah dijelaskan sebelumnya.

Penggunaan secara luas model Kubelka-Munk pada penentuan *band gap* langsung dari *Diffuse Reflectan* telah ditemukan kurang begitu akurat sebelumnya oleh Murphy pada tahun 2007. Hal ini karena pada *Diffuse Reflectan* sangat bergantung pada beberapa parameter seperti ketebalan pelapisan, indeks refraktif serta kekasaran permukaan dari lapisan metal oksida tertentu yang diukur. Efek dari ketebalan lapisan ini kurang dieksaminasi pada penentuan *band gap* langsung

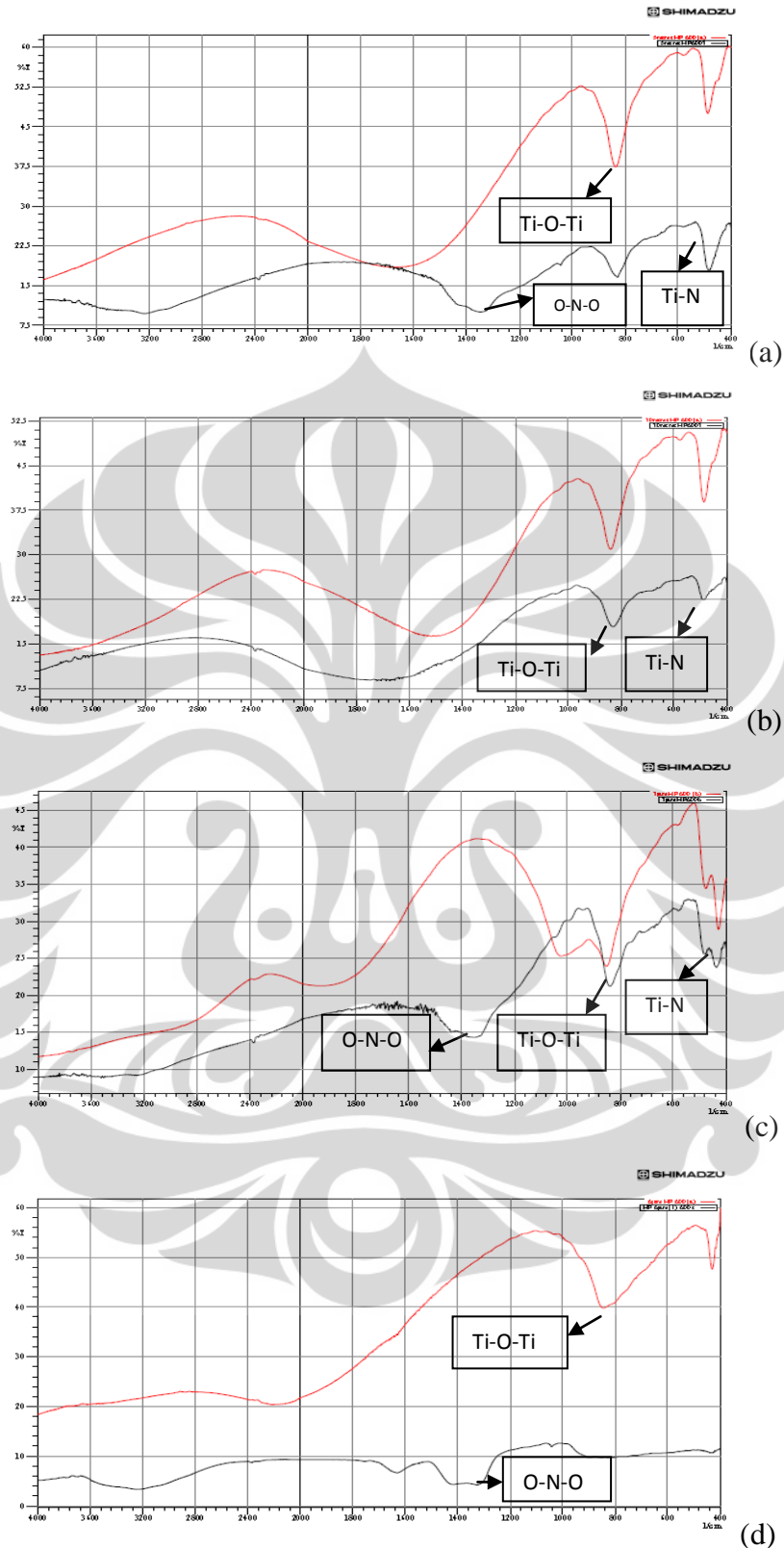
dari *Diffuse Reflectan* dengan model Kubelka-Munk sehingga dilakukan teknik inversi penurunan dari model Kubelka Munk ini untuk mendapatkan Koefisien Absorpsi yang dapat diaplikasikan dalam penentuan *band gap* yang lebih dapat dipercaya³³. Adapun pada hakikatnya, penurunan nilai *band gap* yang tepat memberi keuntungan pada respon yang meningkat dibawah illuminasi sumber cahaya visible karena hanya dibutuhkan energi cahaya yang kecil saja yaitu yang berasal dari sumber cahaya visible untuk membentuk *photohole* (pita konduksi) dan *photoelectron* (pita valensi) dalam pengaktifan fotokatalisisnya.

4.2.2 Karakterisasi dengan Spektrometri *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Pengukuran dengan FTIR ini bertujuan untuk mengidentifikasi indikasi terbentuknya ikatan antara Ti dengan Nitrogen pada hasil preparasi *N-doped TiO₂* yang telah dilakukan. Untuk mengidentifikasi keberadaan N-TiO₂ didapat dengan cara membandingkan profil serapan yang terbentuk antara TiO₂ yang tidak di doping Nitrogen dengan TiO₂ yang didoping. Berikut merupakan perbandingan spektrum *infra red* untuk N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C yang dibandingkan dengan spektrum *infra red* dari TiO₂. Spektrum *infra red* bagian atas adalah spektrum dari TiO₂ sedangkan spektrum *infra red* bagian bawah adalah spektrum dari N-TiO₂:



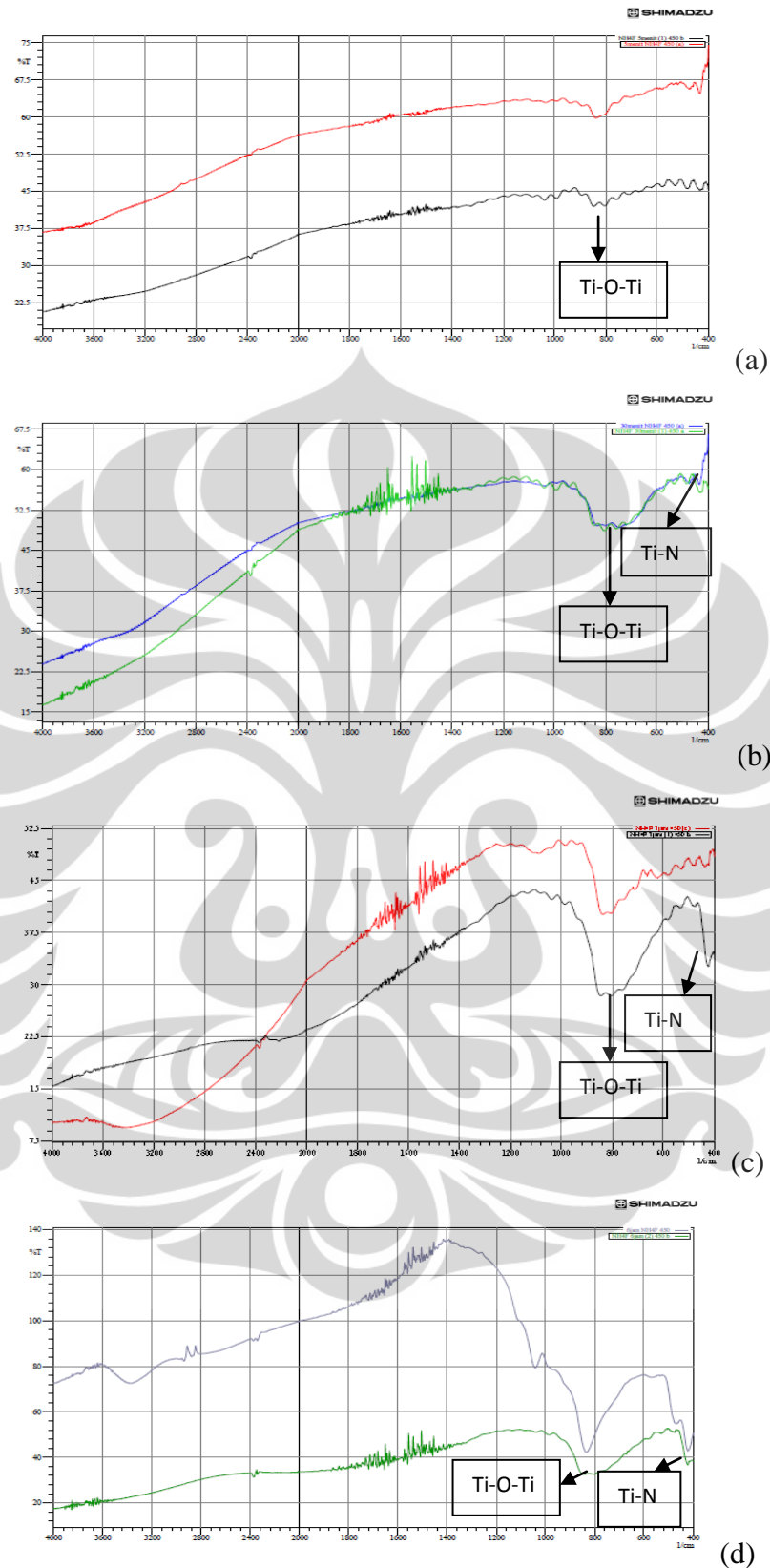
Gambar 4.5.1 Spektrum *Infra Red* TiO_2 dan N-TiO_2 pada Anodisasi dengan HF dalam Air, NH_4NO_3 dengan Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam



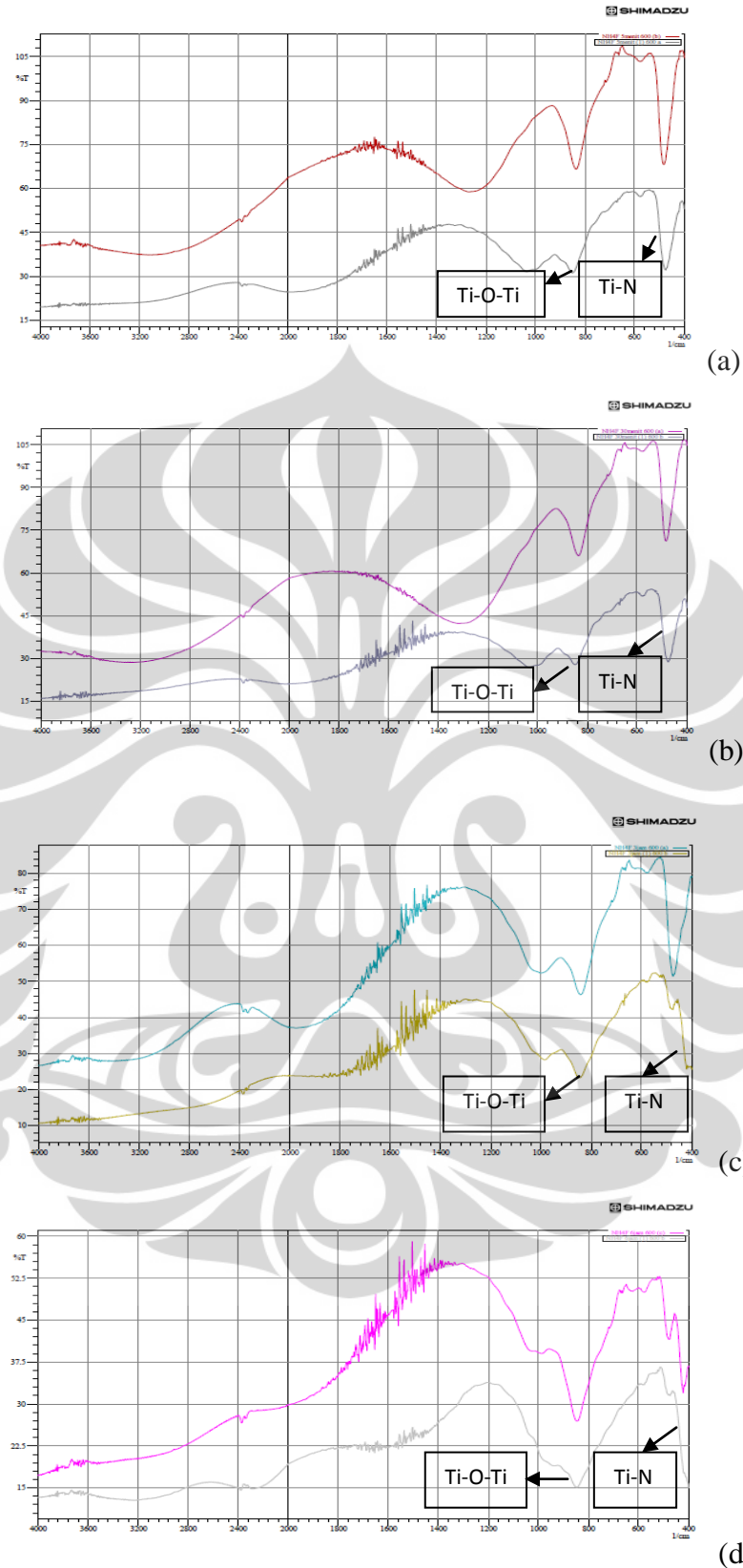
Gambar 4.5.2 Spektrum *Infra Red* pada N-TiO₂ dan TiO₂ pada Anodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berdasarkan spektrum serapan FTIR untuk beberapa variasi *N-doped* TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C diatas, masing-masingnya memiliki spektrum yang khas pada daerah panjang gelombang 800 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya TiO₂. Puncak serapan pada daerah panjang gelombang 800 cm⁻¹ tersebut berasal dari vibrasi ikatan Ti-O³⁴. Berdasarkan spektrum FTIR diatas khususnya pada N-TiO₂ yang dikalsinasi pada suhu 600°C, muncul puncak serapan pada daerah panjang gelombang 400-600 cm⁻¹ yang merupakan daerah puncak serapan untuk ikatan Ti-O-Ti (berasal dari vibrasi *stretching* ikatan Ti-O) dan daerah puncak serapan untuk ikatan Ti-N³⁴⁻³⁵. Adanya puncak serapan pada daerah panjang gelombang 400-600 cm⁻¹ tersebut mengindikasikan adanya komponen Nitrogen dalam N-TiO₂ yang telah dipreparasi diatas. Indikasi adanya Nitrogen dalam *N-doped* TiO₂ juga terlihat dari munculnya puncak serapan pada daerah panjang gelombang 1400cm⁻¹ yang mengindikasikan adanya ikatan N-O. Namun munculnya puncak serapan ini tidak terlalu menguntungkan karena tidak akan memberikan efek dalam peningkatan aktifitas fotokatalitiknya dibawah sumber cahaya visible.

Berikut merupakan perbandingan spektrum infra red untuk N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C yang dibandingkan dengan spektrum *infra red* dari TiO₂. Spektrum *infra red* bagian atas adalah spektrum dari TiO₂ sedangkan spektrum *infra red* bagian bawah adalah spektrum dari N-TiO₂:



Gambar 4.5.3 Spektrum *Infra Red* pada N-TiO₂ dan TiO₂ pada Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

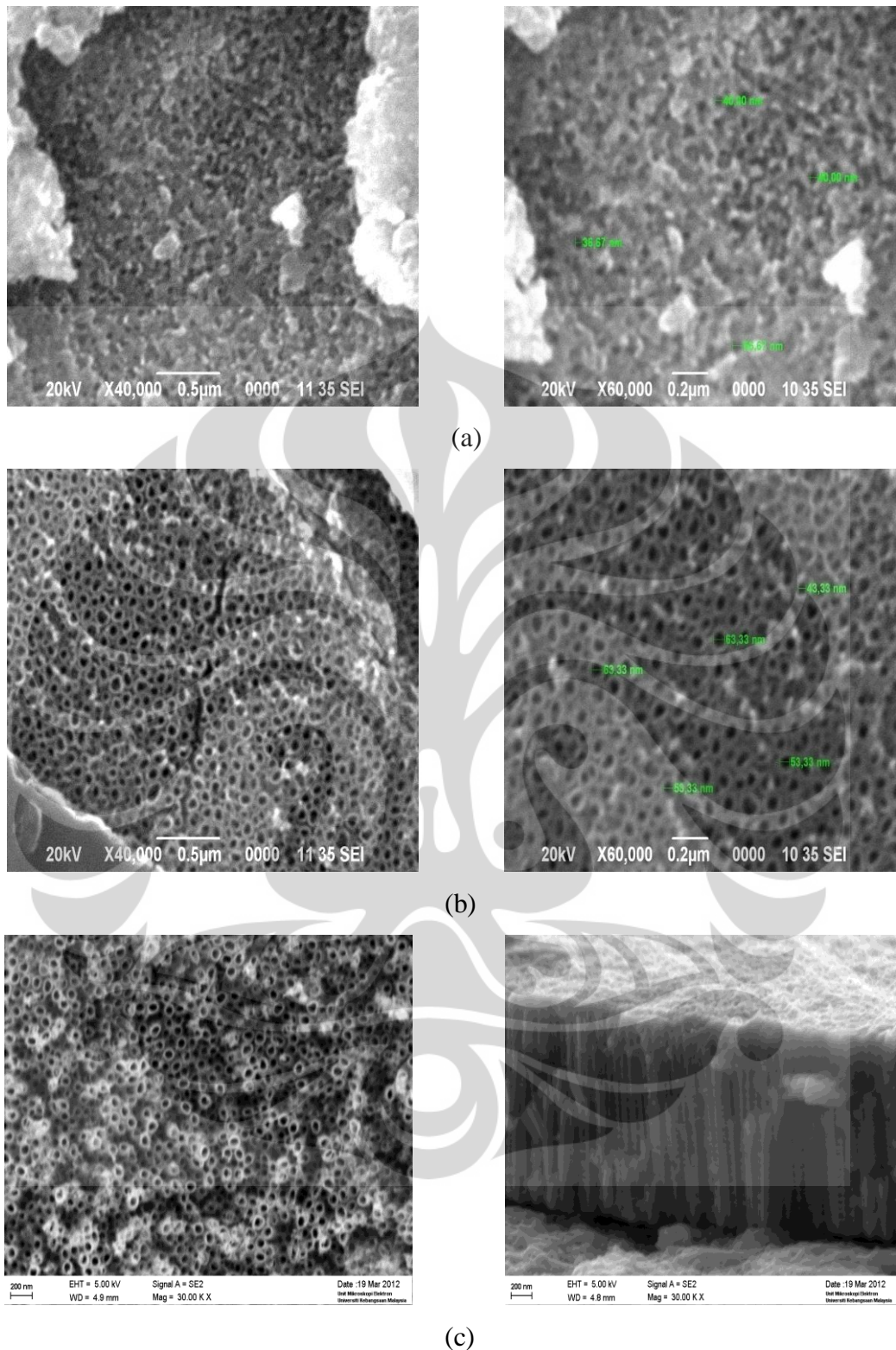


Gambar 4.5.4 Spektrum *Infra Red* pada N-TiO₂ dan TiO₂ pada Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berdasarkan profil spektrum serapan FTIR untuk beberapa variasi *N-doped* TiO₂ yang telah dipreparasi diatas, juga ditunjukkan puncak serapan yang khas untuk TiO₂ pada panjang gelombang 800 cm⁻¹. Tidak seperti pada profil puncak serapan FTIR untuk anodisasi dengan HF dalam air, anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol tidak menunjukkan puncak serapan pada 1400 cm⁻¹ melainkan menunjukkan serapan yang cukup kuat pada daerah 400-600 cm⁻¹. Seperti telah disebutkan diatas, daerah ini merupakan daerah puncak serapan untuk ikatan Ti-O-Ti serta untuk ikatan Ti-N³⁴⁻³⁵ sehingga adanya puncak serapan pada daerah tersebut mengindikasikan adanya ikatan Ti-N pada preparasi *N-doped* TiO₂ yang dianodisasi dengan menggunakan elektrolit NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C dan 600°C diatas.

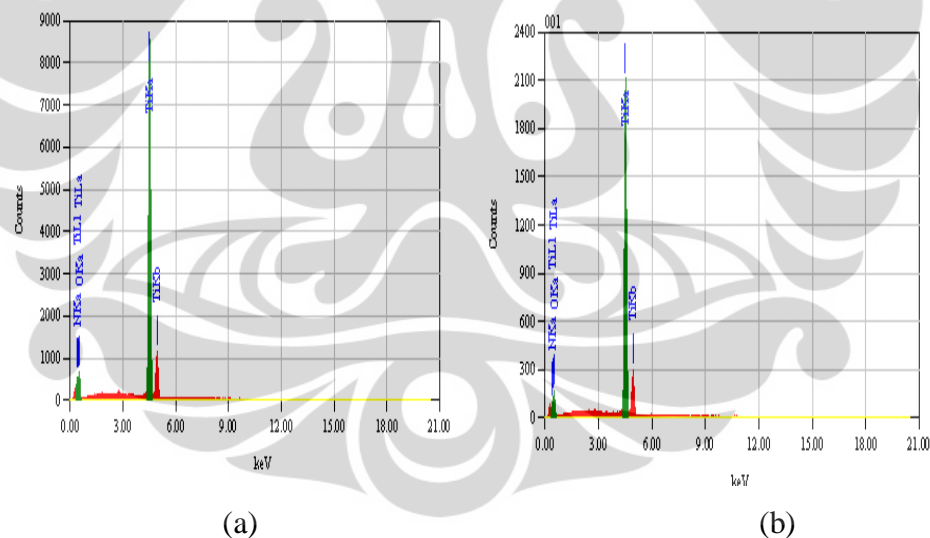
4.2.3 Karakterisasi dengan SEM-EDX

Karakterisasi dengan SEM-EDX ditujukan untuk mendapatkan informasi mengenai topografi permukaan dan komposisi kimia unsur-unsur penyusun pada permukaan katalis TiO₂ dan N-TiO₂. Gambar 4.6 merupakan foto SEM yang diambil dari katalis TiO₂ dan N-TiO₂ dalam bentuk plat yang telah dipreparasi sebelumnya. Foto SEM dari N-TiO₂ yang telah dipreparasi baik N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air atau NH₄F dalam gliserol dibandingkan dengan foto SEM TiO₂ *nanotube* lain sebagai referensi.



Gambar 4.6 Foto SEM Hasil Pengukuran Morfologi Permukaan Katalis N-TiO₂(a) N-TiO₂ pada Anodisasi dengan HF dalam Air (b) N-TiO₂ pada Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol (c) TiO₂ nanotube referensi yang dipreparasi dengan metode anodisasi

Pada Gambar 4.6 dapat dilihat bahwa struktur yang terbentuk pada preparasi *N-doped* TiO₂ dengan metode anodisasi yang telah dilakukan berbentuk *nanotube*. Hal ini sesuai dengan foto SEM TiO₂ *nanotube* referensi yang dipreparasi dengan metode anodisasi oleh Asef Purwanti, 2012³⁸. Namun terdapat perbedaan morfologi antara N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan HF dalam air dan N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan NH₄F dalam gliserol. N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan HF dalam air memiliki morfologi *nanotube* yang kurang baik jika dibandingkan N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan NH₄F dalam gliserol. Ini terlihat dari bentuk lingkaran *nanotube* yang kurang sempurna dari N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan HF dalam air dibandingkan N-TiO₂ *nanotube* yang dipreparasi dengan NH₄F dalam gliserol. Adapun komposisi yang terdapat dalam permukaan katalis tersebut dapat diketahui dengan EDX (*Energy Dispersive Xray*), yaitu:



Gambar 4.7 Hasil Analisa EDX Katalis N-TiO₂(a) yang dipreparasi Anodisasi dengan HF dalam Air (b) yang dipreparasi Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol

Gambar 4.7 menunjukkan kandungan unsur yang terdapat pada permukaan fotokatalis *N-doped* TiO₂ yang telah dipreparasi. Sumbu x merupakan energi dari tiap unsur, sedangkan sumbu y merupakan intensitasnya. Dari spektra tersebut

dapat dilihat adanya puncak Ti_{Ka} dan O_{ka} yang mengindikasikan adanya matrik TiO_2 . Selain itu juga terdapat puncak N_{Ka} (0,392 KeV) baik pada fotokatalis N- TiO_2 yang dipreparasi dengan HF dalam air maupun N- TiO_2 yang dipreparasi dengan NH_4F dalam gliserol. Puncak N_{ka} ini mengindikasikan keberadaan elemen nitrogen pada N- TiO_2 hasil preparasi, yang juga menandakan keberhasilan doping unsur nitrogen kedalam matrik TiO_2 .

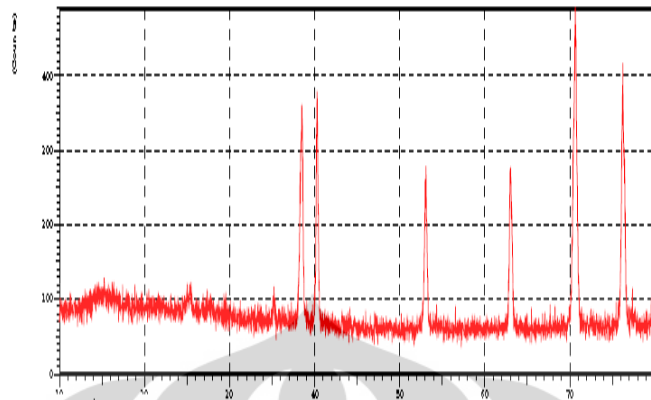
Tabel 4.2 Kadar Unsur Penyusun Katalis TiO_2 dan N- TiO_2 Hasil Pengukuran dengan SEM-EDX

Unsur Posisi Puncak (KeV)	Komposisi Unsur dalam Fotokatalis (%)	
	N- TiO_2 yang dipreparasi dengan HF dalam air	N- TiO_2 yang dipreparasi dengan NH_4F dalam gliserol
N_{Kb}	2,32	0,33
Ti_{Ka}	74,85	75
O_{Ka}	22,82	24,67

Berdasarkan foto SEM juga dapat diperkirakan luas permukaan *nanotube* per kilogram N- TiO_2 yaitu sebesar $0,815 \times 10^{12} \text{ cm}^2/\text{gr}$ untuk N- TiO_2 yang dianodisasi dengan HF dalam air dan sebesar $0,209 \times 10^{12} \text{ cm}^2/\text{gr}$ untuk N- TiO_2 yang dianodisasi dengan NH_4F dalam gliserol (perhitungan ada dalam Lampiran 5).

4.2.4 Karakterisasi dengan Xray Difraktometer (XRD)

Karakterisasi dengan alat XRD dilakukan untuk mendapatkan informasi struktur kristal N- TiO_2 hasil sintesis. Adapun N- TiO_2 yang dikarakterisasi adalah N- TiO_2 yang dipreparasi dengan metode anodisasi selama 6 jam dengan elektrolit HF dalam air, sumber dopan Nitrogen serta dikalsinasi pada suhu 450°C .



Gambar 4.8 Hasil Analisa Katalis N-TiO₂ dengan Alat XRD

Pada difraktogram sinar X hasil analisis fotokatalis N-TiO₂ di atas terlihat adanya puncak-puncak yang memberikan informasi identitas bentuk kristal N-TiO₂ yang disintesis dalam penelitian ini. Bentuk kristal N-TiO₂ dapat diketahui dengan membandingkan nilai 2θ atau d (Å) hasil pengukuran dengan kartu interpretasi data kristal TiO₂ standar. Nilai d (Å) hasil pengukuran dan kartu interpretasi data dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Nilai d (Å) Hasil Pengukuran dan Kartu Interpretasi Data Kristal TiO₂

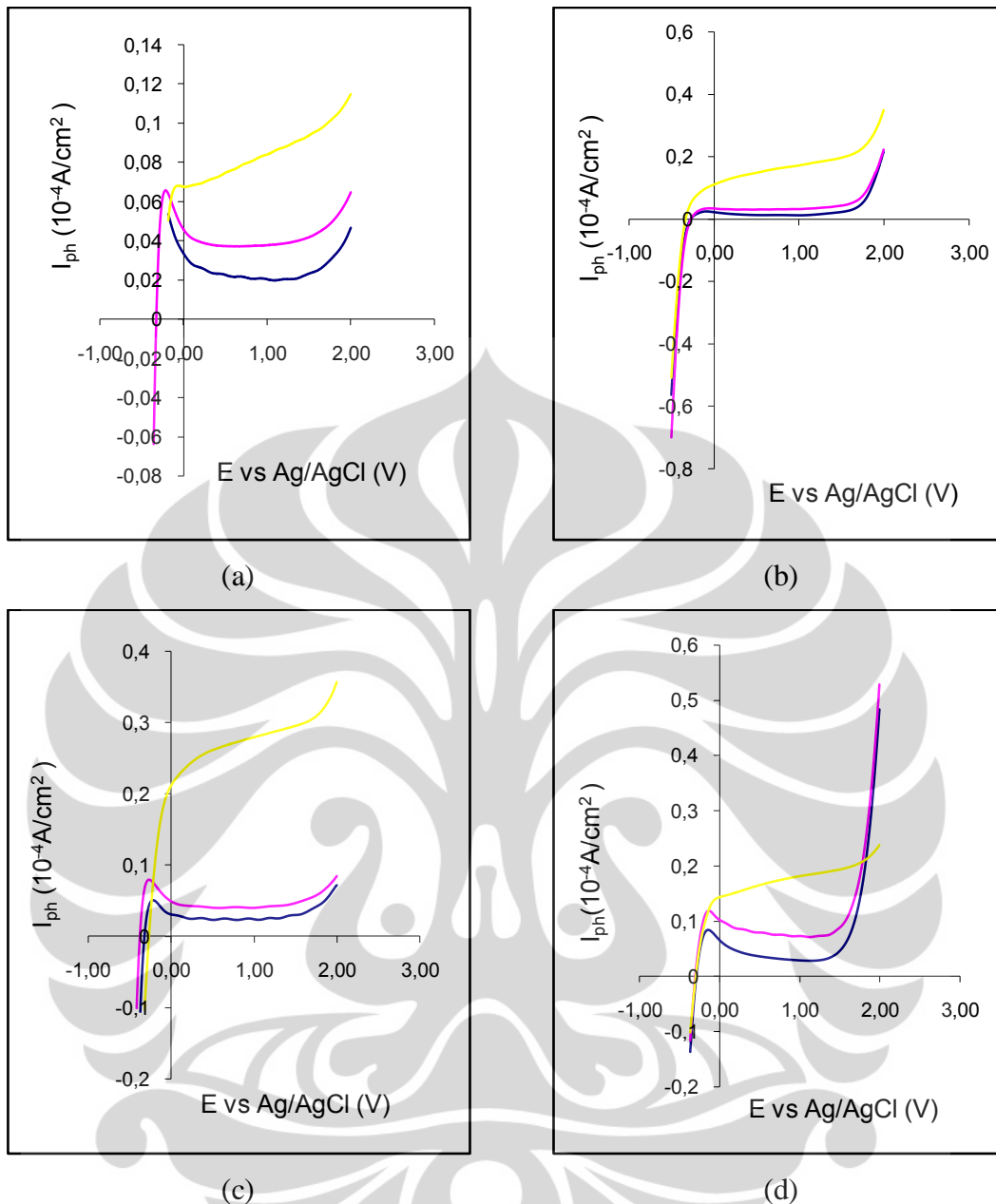
Kartu Interpretasi data d (Å)		Pengukuran N-TiO ₂ sintesis d (Å)	Keterangan
Anatase	Rutile		
3,52	3,247	3,51790	Anatase
2,378	2,487	3,21372	Titanium
1,892	2,188	2,54894	Titanium
1,699	2,054	2,34066	Titanium
1,666	1,687	2,23820	Titanium
1,481	1,623	2,02699	Titanium
1,364	1,479	1,72577	Titanium
1,338	1,359	1,47428	Titanium
1,265	1,346	1,34365	Titanium

Dari hasil pengukuran XRD untuk fotokatalis N-TiO₂ diatas terdapat 18 peak dengan tiga peak yang intensitasnya kuat dimana bila dibandingkan dengan kartu interpretasi data menunjukkan bahwa N-TiO₂ hasil sintesis merupakan kristal dengan struktur *anatase*.

4.2.5 Respon Arus Cahaya Elektroda N-TiO₂ Dengan Teknik *Linear Sweep Voltammetry*

Arus cahaya merupakan arus yang teramati saat elektroda diiradiasi sinar UV/Visible dimana arus ini juga merupakan ukuran laju transfer muatan antar muka semikonduktor/elektrolit, sehingga dapat digunakan sebagai ukuran laju pembentukan radikal OH[•] pada permukaan katalis. dalam penelitian ini, pengukuran arus cahaya sebagai fungsi potensial dilakukan menggunakan teknik *Linear Sweep Voltammetry* dengan larutan elektrolit natrium nitrat 0,1 M yang mengandung senyawa organik *congo red* dimana N-TiO₂ yang telah dipreparasi berfungsi sebagai elektroda penghantar arus listrik dengan Pt sebagai elektroda *counter*.

Gambar berikut merupakan linear voltamogram dari N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C:



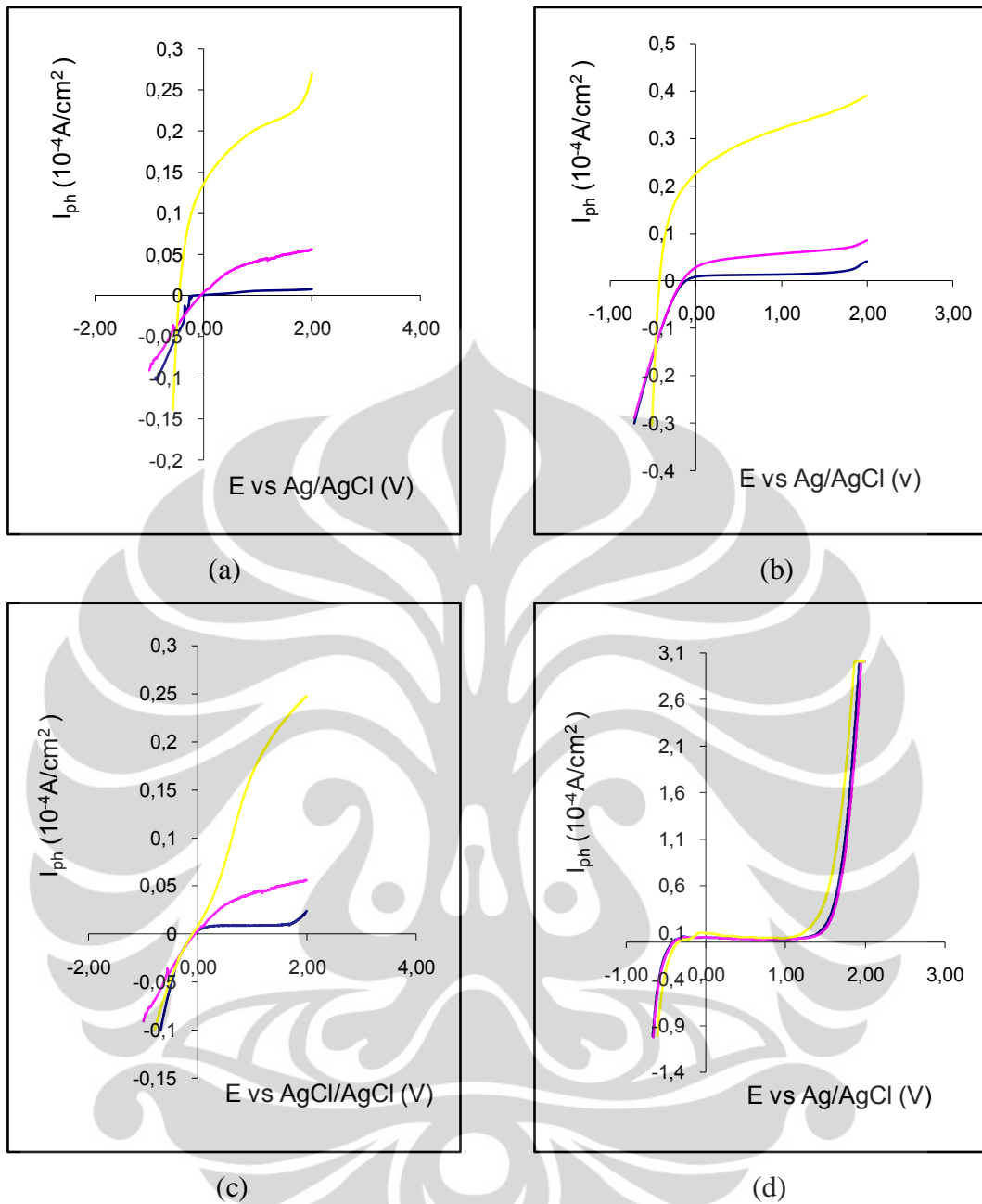
Keterangan: — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada saat gelap
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar Visible
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar UV

Gambar 4.9.1 *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Dari *linear sweep* voltamogram elektroda N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C diatas terlihat perbedaan respon arus cahaya pada saat gelap, pada saat elektroda diiradiasi dengan sinar Visible dan pada saat elektroda diiradiasi dengan sinar UV. Terlihat bahwa pada saat gelap, arus respon cahaya yang teramati mendekati nilai nol sedangkan pada saat elektroda diiradiasi baik dengan sinar Visible maupun UV, respon arus cahaya anodiknya semakin tinggi dengan kenaikan potensial yang diberikan. Hal ini terjadi karena pada saat gelap konduktivitas katalis N-TiO₂ tanpa iradiasi sinar UV/Visible adalah sangat kecil. Adapun arus katodik teramati yang meningkat tajam di atas 1 V kemungkinan terjadi karena reduksi air pada permukaan substrat logam titanium.

Sedangkan respon anodik yang semakin tinggi pada saat elektroda diiradiasi dengan sinar UV/Visible menunjukkan bahwa elektroda N-TiO₂ menjadi bersifat konduktif ketika diiradiasi dengan sinar UV/Visible. Arus cahaya yang timbul merupakan hasil dari reaksi oksidasi fotoelektrokatalitik dari senyawa organik dan hasil oksidasi dari air pada permukaan katalis N-TiO₂.

Berikut ini merupakan *linear sweep* voltamogram selanjutnya untuk elektroda N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 600°C:



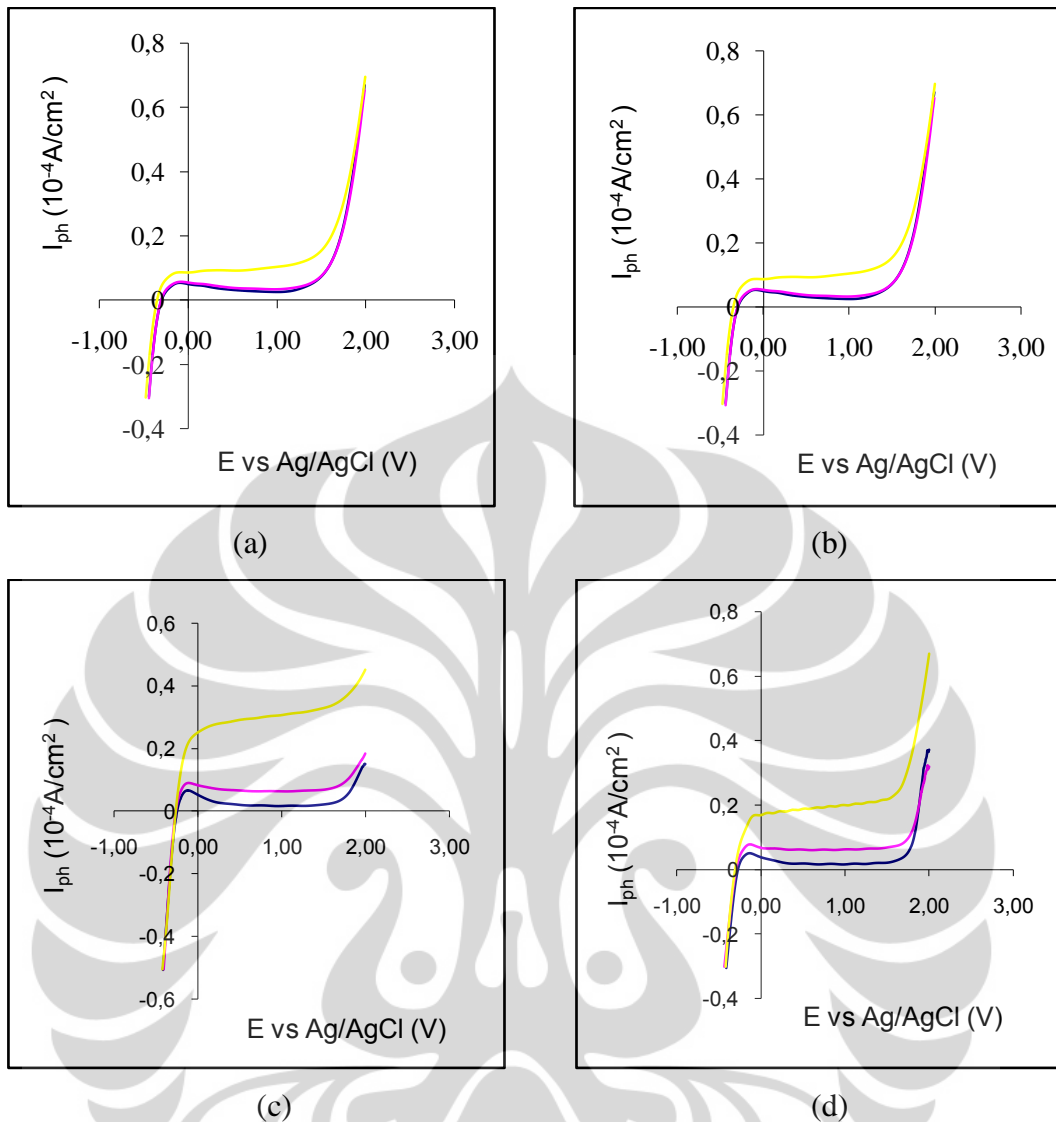
Keterangan: — $Linear\ Sweep\ Voltamogram\ N-TiO_2$ pada saat gelap
 — $Linear\ Sweep\ Voltamogram\ N-TiO_2$ pada irradiasi sinar Visible
 — $Linear\ Sweep\ Voltamogram\ N-TiO_2$ pada irradiasi sinar UV

Gambar 4.9.2 *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berdasarkan *Linear Sweep* voltamogram untuk elektroda N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 600°C diatas, terlihat perbedaan yang jelas dari respon cahaya elektroda N-TiO₂ pada saat gelap dan pada saat elektroda N-TiO₂ diiradiasi dengan sinar UV/Visible. Hal ini membuktikan adanya komponen Nitrogen dalam matrik TiO₂, sama halnya dengan N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air pada suhu kalsinasi 450°C sebelumnya. Adanya Nitrogen dalam matrik TiO₂ tersebut membuat fotokatalis ini memberikan respon arus cahaya yang meningkat dan berbeda dibandingkan pada saat fotokatalis N-TiO₂ tersebut tidak disinari.

Adapun matrik TiO₂ itu sendiri tanpa kehadiran dopan Nitrogen tidak akan memberikan respon arus cahaya ketika diiradiasi dengan sinar Visible yaitu respon arus cahayanya akan mendekati nol, sama seperti ketika fotokatalis tersebut tidak disinari sumber cahaya karna energi yang diperoleh dari sumber cahaya Visible lebih kecil dari energi yang dibutuhkan untuk mengaktifkan fotokatalis TiO₂ tanpa dopan tersebut.

Berikut ini *Linear Sweep* voltamogram selanjutnya untuk N-TiO₂ yang telah dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C:

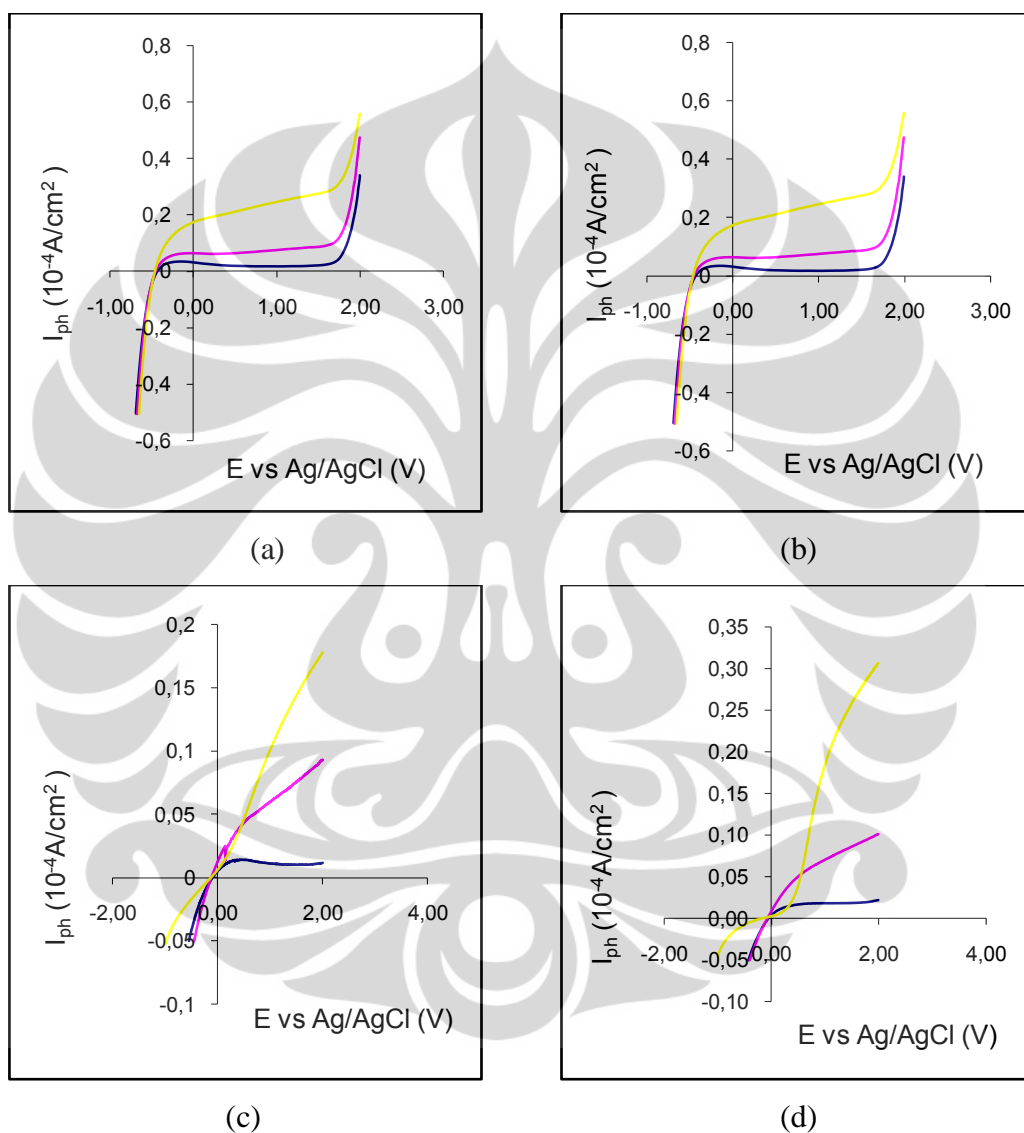


Keterangan: — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada saat gelap
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar Visible
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar UV

Gambar 4.9.3 *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berdasarkan *linear sweep voltamogram* untuk elektroda N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C, sama seperti voltamogram-voltamogram sebelumnya, terdapat perbedaan arus cahaya pada saat gelap dan pada saat diiradiasi dengan sinar UV/Visible. Perbedaan yang teramati pada saat elektroda N-TiO₂ diiradiasi dengan sinar

Visible menunjukkan bahwa pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol ini, komponen Nitrogen berhasil disisipkan pada matrik TiO₂ sama seperti pada N-TiO₂ sebelumnya yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air. Berikut ini voltamogram selanjutnya untuk N-TiO₂ yang telah dipreparasi:



Keterangan: — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada saat gelap
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar Visible
 — *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ pada irradiasi sinar UV

Gambar 4.9.4 *Linear Sweep Voltamogram* N-TiO₂ Hasil Preparasi Anodisasi dengan NH₄F dalam Gliserol, NH₄NO₃ dengan Suhu Kalsinasi 600°C selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Jika dilihat dari *linear sweep* voltamogram untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 600°C di atas, terdapat perbedaan yang jelas dari arus cahaya pada saat gelap dan pada saat diiradiasi dengan sinar UV/Visible yang juga menunjukkan adanya komponen Nitrogen dalam matrik TiO₂ yang telah dipreparasi.

Berdasarkan data perubahan nilai *band gap* hasil *diffuse reflectance*, terdapatnya perubahan karakteristik profil puncak serapan pada N-TiO₂ dibandingkan dengan TiO₂ yang tidak didopan Nitrogen hasil FTIR, terdapatnya kandungan unsur nitrogen pada hasil EDX yang diperoleh serta pengukuran respon arus cahaya pada elektroda N-TiO₂ yang menunjukkan perbedaan arus cahaya yang jelas pada saat elektroda N-TiO₂ diiradiasi dengan sumber cahaya Visible dibandingkan pada saat elektroda N-TiO₂ tidak disinari/gelap, mengindikasikan bahwa komponen Nitrogen telah berhasil disisipkan ke dalam struktur kristal TiO₂. Dari data XRD juga telah dibuktikan bahwa struktur kristal N-TiO₂ hasil preparasi adalah struktur kristal *anatase* sehingga untuk selanjutnya dapat dilakukan uji aktivitas untuk mengetahui pengaruh dan perbedaan yang ditimbulkan dari keberadaan nitrogen sebagai dopan pada kristal TiO₂ tersebut.

4.3 Uji Aktifitas fotokatalitik

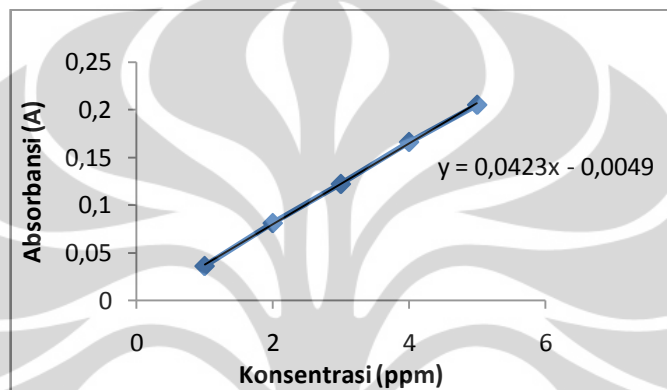
4.3.1 Aktifitas Fotodegradasi N-TiO₂ pada Senyawa Organik Congo Red

Dalam penelitian ini dilakukan perbandingan terhadap aktivitas antara TiO₂ yang tidak didoping Nitrogen dengan TiO₂ yang di doping Nitrogen (N-TiO₂) baik dibawah irradiasi sinar UV maupun Visible pada waktu yang sama. Zat uji yang digunakan kali adalah zat warna *congo red*.

Pada prinsipnya, degradasi fotokatalitik pada zat organik akan mendegradasi zat organik tersebut menjadi CO₂ dan H₂O. Pada degradasi zat warna *congo red* ini, proses degradasinya dapat diamati dari penurunan nilai absorbansi maksimum *congo red* pada panjang gelombang 499 nm. Adapun sebelum dilakukan uji aktifitas fotodegradasi pada *congo red*, terlebih dahulu

dibuat kurva standar *congo red* pada panjang gelombang maksimum dari serapan *congo red* yaitu 499 nm menggunakan spektrometer 20 UV/Visible.

Kurva standar *congo red* ini memiliki persamaan $y = 0,0423x - 0,0049$ dan $R^2 = 0,9995$ dimana selanjutnya persamaan ini akan dipakai dalam penentuan konsentrasi *congo red* berdasarkan absorbansinya pada proses degradasi *congo red* oleh N-TiO₂ yang telah dipreparasi.



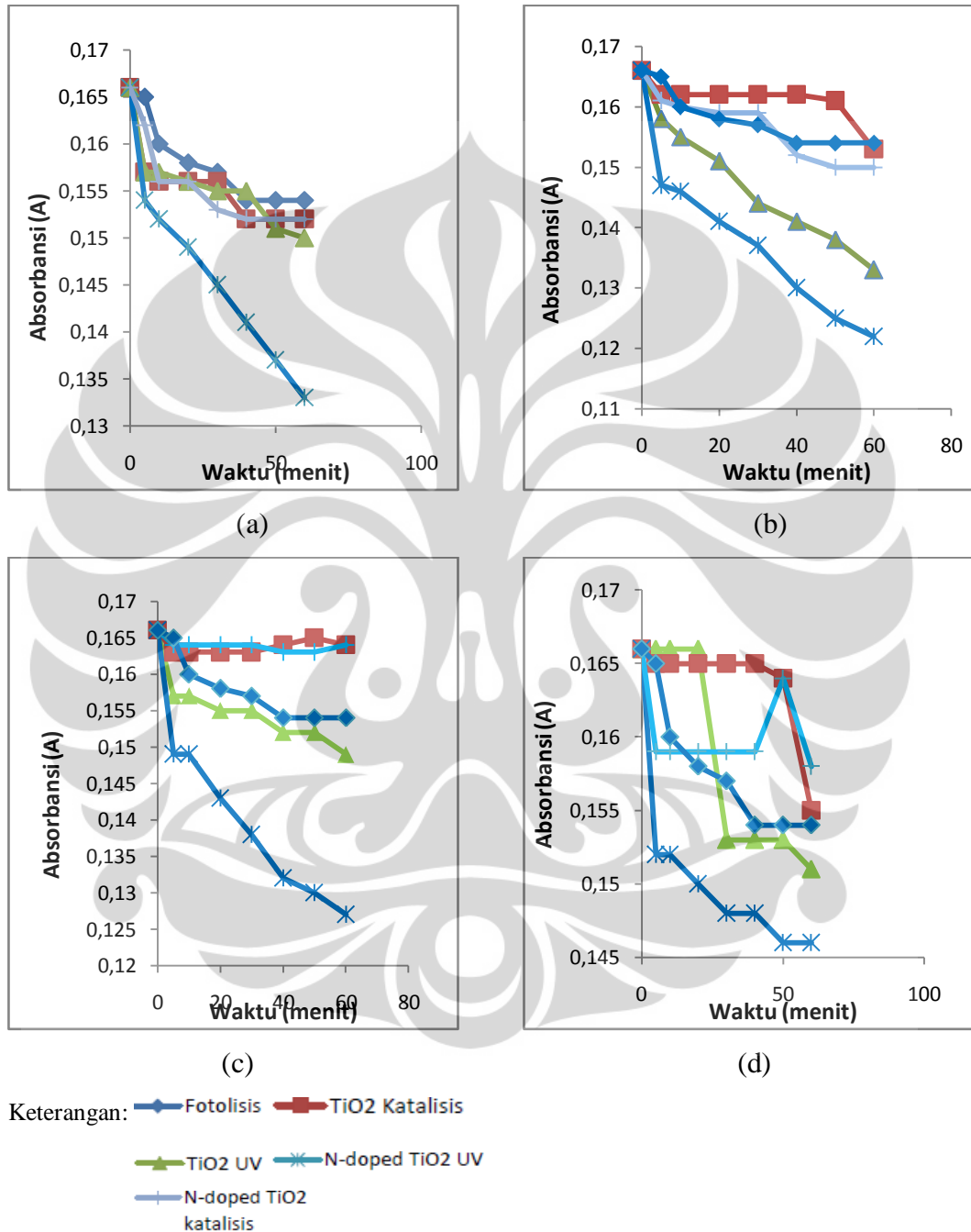
Gambar 4.10 Kurva Standar Congo Red

Uji aktivitas fotokatalitik dibawah irradiasi sinar UV dan sinar Visible dilakukan pada reaktor fotokatalitik seperti pada Gambar 4.11 dimana proses degradasi dari *congo red* oleh N-TiO₂ yang telah dipreparasi dapat diamati pada penurunan absorbansi *congo red* tersebut seiring berjalannya waktu.



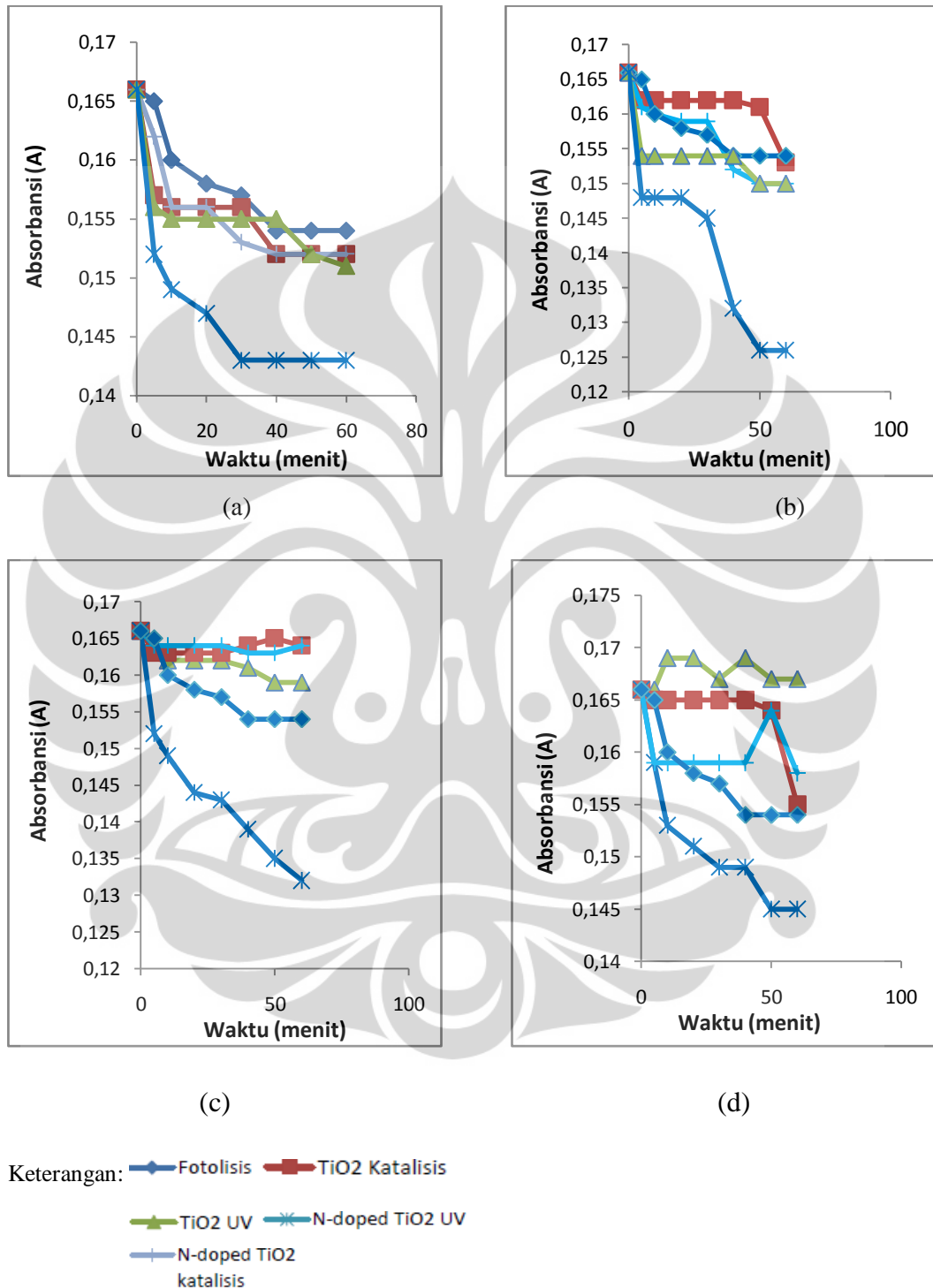
Gambar 4.11 Reaktor Fotokatalitik (a) Reaktor Bagian Luar (b) Reaktor Bagian dalam

Berikut merupakan uji aktivitas fotokatalitik dari N-TiO₂ yang telah dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 450°C:



Gambar 4.12 Kurva Penurunan Absorbansi Congo red dengan Cahaya UV oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berikut merupakan uji aktivitas fotokatalitik dari N-TiO₂ yang telah dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 600°C:

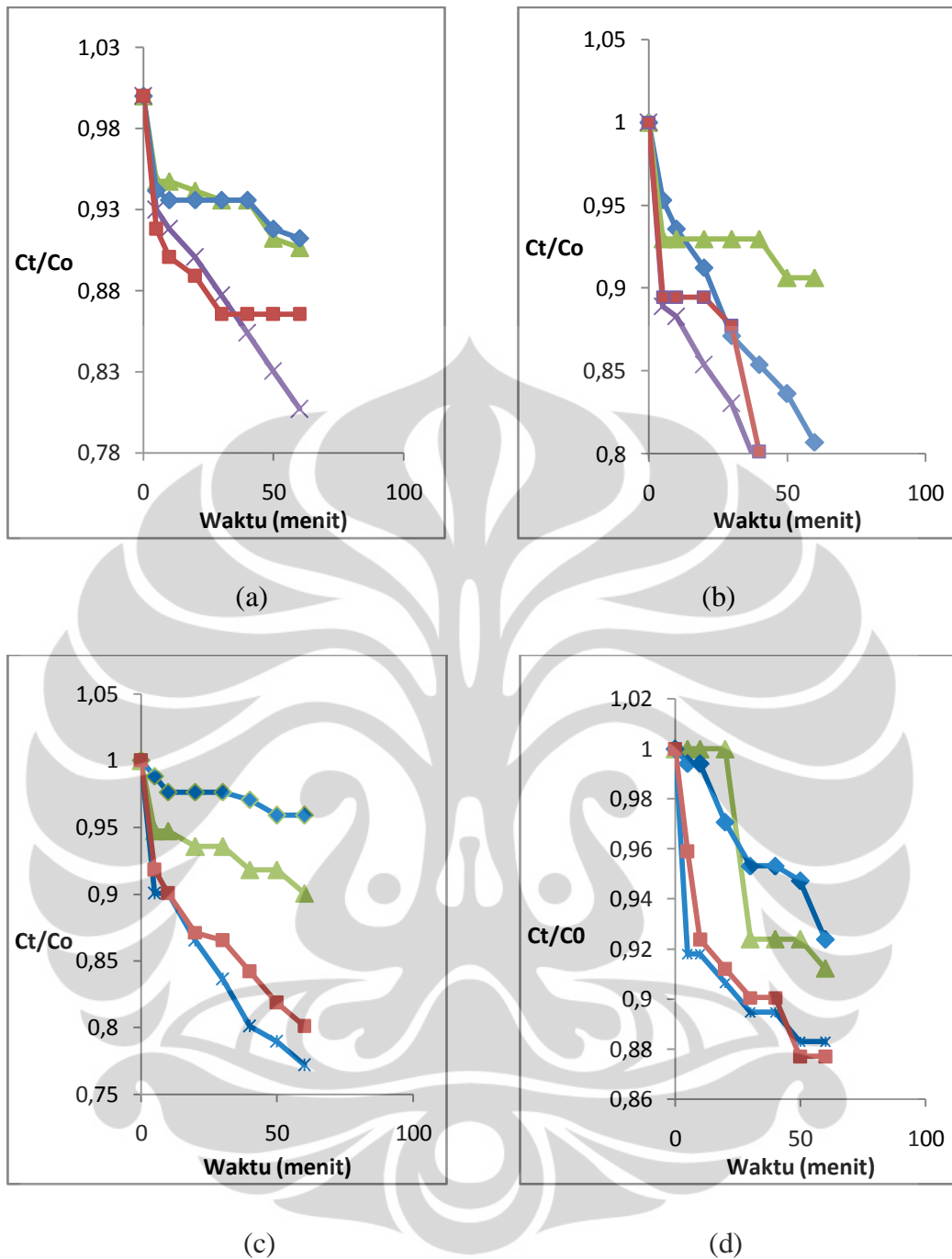


Gambar 4.13 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya Visible oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Pada uji aktivitas fotokatalitik ini perlu dibandingkan antara degradasi *congo red* karna proses fotokatalitik dengan hilangnya *congo red* karena proses adsorpsi atau fotolisis dengan irradiasi lampu UV dan lampu visible. Dari kurva penurunan absorbansi *congo red* terhadap waktu untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air dan suhu kalsinasi 450°C diatas memperlihatkan bahwa untuk kontrol adsorpsi (katalisis) dan fotolisis ternyata tidak menunjukkan penurunan absorbansi *congo red* yang signifikan yang juga berarti tidak terjadi penurunan konsentrasi yang signifikan dari *congo red* sehingga dapat dikatakan hilangnya atau terdegradasinya *congo red* benar diakibatkan oleh proses fotokatalisis.

Berdasarkan kurva diatas dapat dilihat bahwa penurunan maksimum dari absorbansi *congo red* untuk irradiasi di bawah sinar Visible terjadi pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit jika dibandingkan dengan N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit, 3 jam dan 6 jam. Hal ini mengindikasikan lebih banyaknya komponen Nitrogen yang tersisipkan pada matrik TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit dibandingkan dengan yang lain. Selain itu juga terlihat adanya kecenderungan peningkatan aktifitas fotokatalitik dibawah iradiasi sinar UV pada lama waktu andisasi 30 menit tersebut yang menunjukkan bahwa struktur *nanotube* yang terbentuk semakin baik pada waktu tersebut sehingga meningkatkan aktivitas fotokatalitiknya pula dibawah irradiasi sinar UV.¹⁴

Berikut ini merupakan perbandingan relatif antara konsentrasi akhir dan konsentrasi awal (Ct/Co) dari *congo red* yang menggambarkan fraksi dari *congo red* yang masih terdapat dalam larutan:



Gambar 4.14 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N-TiO₂ yang dianodisasi Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C

Persen *congo red* yang masih tersisa dalam larutan tersebut dapat dilihat di dalam Tabel 4.4.1 berikut:

Tabel 4.4.1 Persen *Congo Red* Tersisa yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH_4NO_3 pada Suhu Kalsinasi 450°C

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 5 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	94,73	92,98	94,15	91,81
10	94,73	91,81	93,56	90,05
20	94,15	90,05	93,56	88,88
30	93,56	87,71	93,56	86,54
40	93,56	85,37	93,56	86,54
50	91,22	83,03	91,81	86,54
60	90,64	80,69	91,22	86,54

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 30 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	5	95,32	88,88	92,98
10	10	93,56	88,30	92,98
20	20	91,22	85,37	92,98
30	30	87,13	83,03	92,98
40	40	85,37	78,94	92,98
50	50	83,62	76,01	90,64
60	60	80,69	74,25	90,64

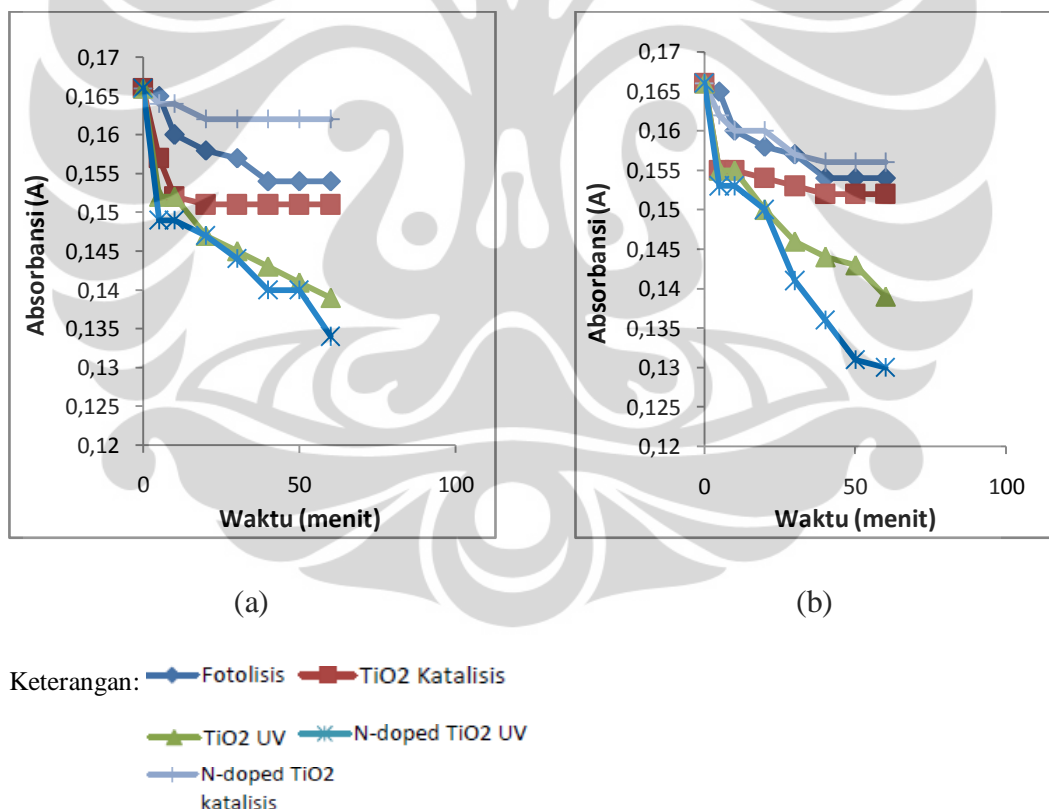
Table 4.4.1 (sambungan)

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 3 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	94,73	90,05	98,83	91,81
10	94,73	90,05	97,66	90,05
20	93,56	86,54	97,66	87,13
30	93,56	83,62	97,66	86,54
40	91,81	80,11	97,07	84,20
50	91,81	78,94	95,90	81,86
60	90,05	77,18	95,90	80,10
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 6 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	100	91,81	99,42	95,90
10	100	91,81	99,42	92,39
20	100	90,64	97,07	91,22
30	92,40	89,47	95,32	90,05
40	92,40	89,47	95,32	90,05
50	92,40	88,30	94,73	87,71
60	91,22	88,30	92,39	87,71

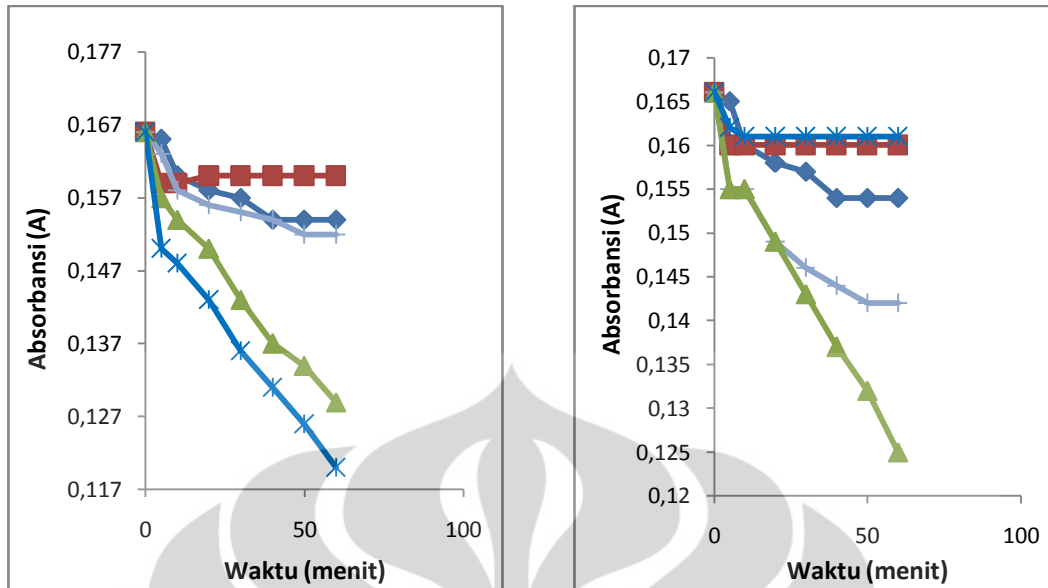
Dari Gambar 4.14 dan Tabel 4.4.1 dapat diamati bahwa pada N-TiO₂ terjadi penurunan konsentrasi relatif *congo red* yang lebih besar jika dibandingkan dengan TiO₂. Hal ini menunjukkan bahwa N-TiO₂ lebih aktif dibandingkan katalis TiO₂ karena N-TiO₂ dapat mendegradasi *congo red* lebih banyak dari pada TiO₂ dalam waktu yang sama pada sumber cahaya UV maupun visible.

Berdasarkan gambar-gambar diatas juga memperlihatkan pengaruh dari sumber cahaya yang digunakan dimana sumber cahaya UV umumnya dapat mendegradasi *congo red* lebih banyak dibandingkan sumber cahaya Visible yang ditunjukkan dari penurunan absorbansi *congo red* yang lebih besar oleh sumber cahaya UV dibandingkan dengan penurunan absorbansi *congo red* oleh sumber cahaya Visible. Hal ini disebabkan oleh energi yang lebih besar dari sumber cahaya UV (panjang gelombang: 320-400 nm) dibandingkan dengan sinar visible (panjang gelombang: 400-650 nm) sehingga energi fotonnya lebih besar untuk dapat mengaktifkan katalis.

Berikut merupakan uji aktivitas fotokatalitik dari N-TiO₂ yang telah dianodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ pada suhu kalsinasi 600°C:



Gambar 4.15.1 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya UV oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit



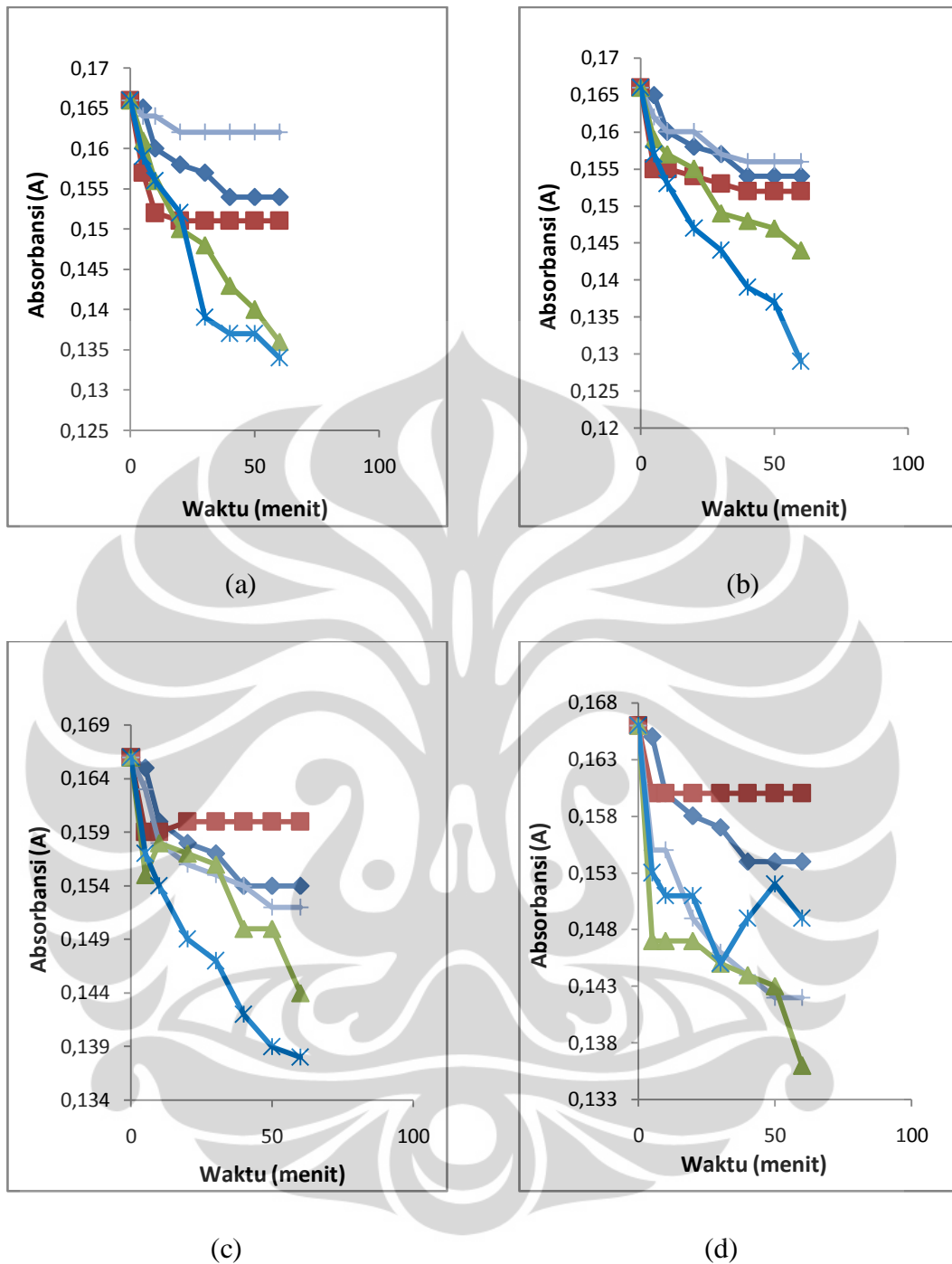
(a)

(b)

Keterangan: Fotolisis TiO2 Katalisis
 TiO2 UV N-doped TiO2 UV
 N-doped TiO2 katalisis

Gambar 4.15.2 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya UV oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 3 jam (b) 6 jam

Untuk aktifitas fotokatalisis N-TiO₂ tersebut diatas dibawah irradiasi sumber cahaya visible dapat dilihat pada kurva penurunan absorbansi *congo red* terhadap waktu dalam proses degradasi fotokatalitik pada Gambar 4.16 berikut:

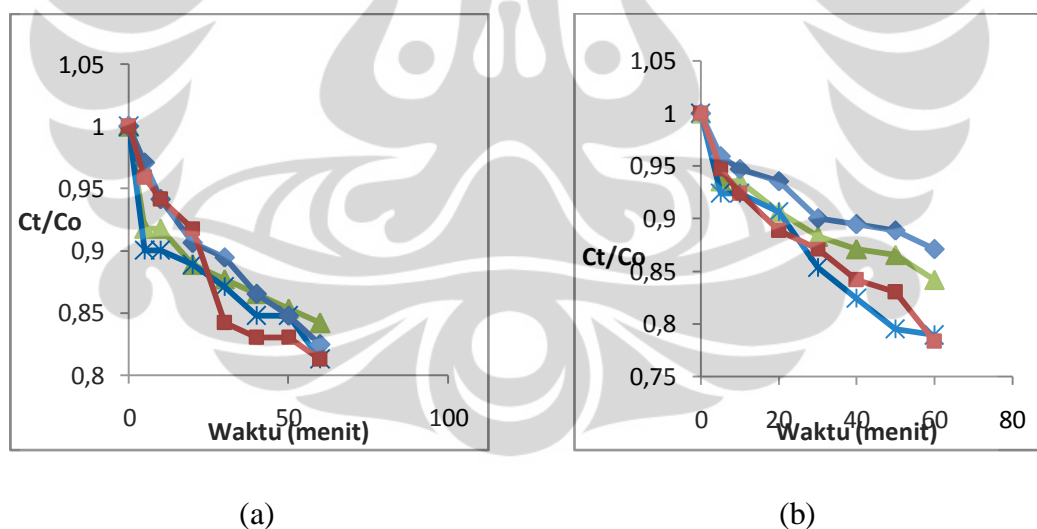


Keterangan: ◆ Fitolisis ■ TiO₂ Katalisis
▲ TiO₂ UV ✱ N-doped TiO₂ UV
+ N-doped TiO₂ katalisis

Gambar 4.16 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya Visible oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

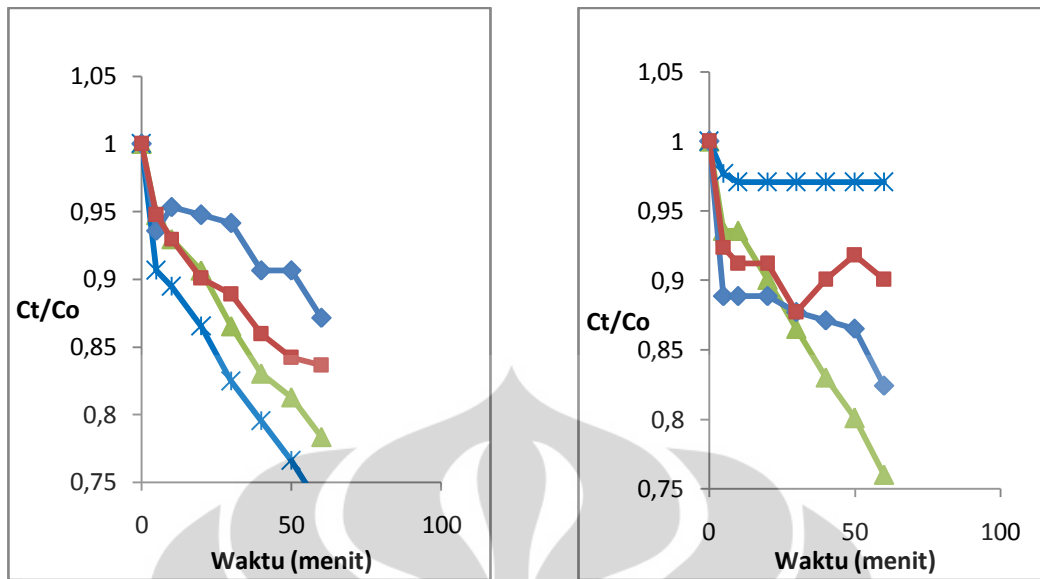
Dari hasil uji aktifitas untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air pada suhu kalsinasi 600°C di atas, penurunan maksimum dari absorbansi *congo red* pada irradiasi dibawah sinar Visible juga terjadi pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit sehingga dapat dikatakan bahwa waktu optimum untuk anodisasi plat Titanium dalam larutan HF baik pada suhu kalsinasi 450°C maupun suhu kalsinasi 600°C adalah selama 30 menit. Adapun untuk aktifitas fotokatalitik dibawah irradiasi sinar UV, aktifitas fotokatalitiknya cenderung meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu anodisasi baik pada TiO₂ maupun N-TiO₂. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu anodisasi maka semakin bagus pula struktur *nanotube* yang terbentuk sehingga semakin meningkatkan fotokatalitiknya pula dibawah irradiasi sinar UV.¹⁴

Berikut ini merupakan perbandingan relatif antara konsentrasi akhir dan konsentrasi awal (Ct/Co) dari *congo red* yang menggambarkan fraksi dari *congo red* yang masih terdapat dalam larutan:



Keterangan: ▲ TiO₂ UV ◆ TiO₂ Visible
✕ N-doped TiO₂ UV ■ N-doped TiO₂ Visible

Gambar 4.17.1 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N-TiO₂ yang dianodisasi Selama (a) 5 menit (b) 30 menit dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C



(a)

(b)

Keterangan: ▲ TiO_2 UV ◆ TiO_2 Visible
✕ N-doped TiO_2 UV ■ N-doped TiO_2 Visible

Gambar 4.17.2 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N- TiO_2 yang dianodisasi Selama (a) 3 jam dan (b) 6 jam dengan HF dalam Air, NH_4NO_3 pada Suhu Kalsinasi $600^\circ C$

Persen *congo red* yang masih tersisa dalam larutan tersebut dapat dilihat dalam Tabel 4.4.2.

Tabel 4.4.2 Persen *Congo Red* Tersisa yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH_4NO_3 pada Suhu Kalsinasi 600°C

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 5 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	91,81	90,05	97,07	95,90
10	91,81	90,05	94,15	94,15
20	88,82	88,88	90,64	91,81
30	87,71	87,13	89,47	84,20
40	86,54	84,80	86,542	83,03
50	85,37	84,79	84,79	83,03
60	84,20	81,28	82,45	81,28

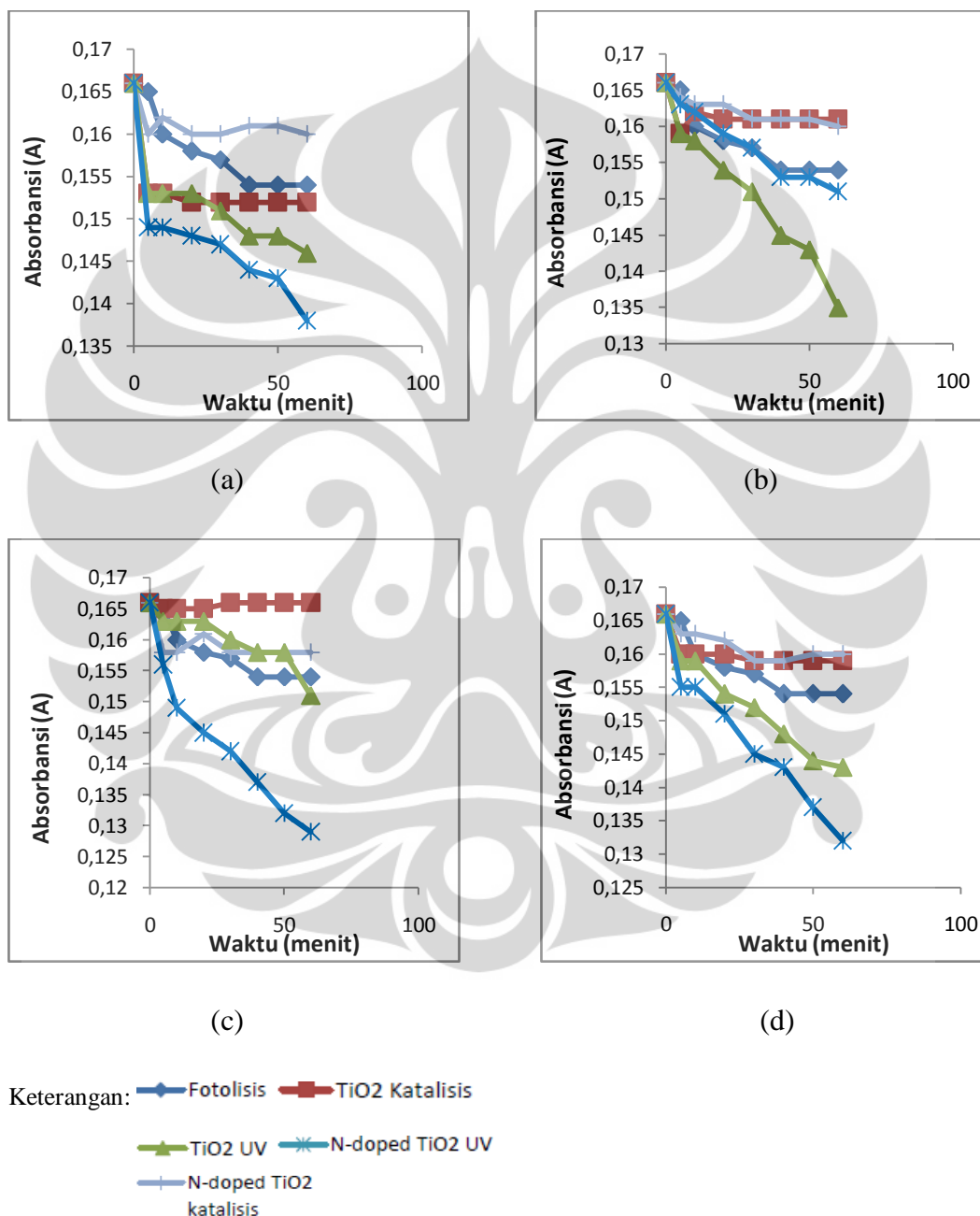
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 30 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	93,56	92,39	95,90	94,73
10	93,56	92,39	94,73	92,39
20	90,64	90,34	93,56	88,88
30	88,30	85,37	90,05	87,123
40	87,13	82,45	89,47	84,20
50	86,54	79,52	88,88	83,03
60	84,20	78,94	87,13	78,35

Tabel 4.4.2 (Sambungan)

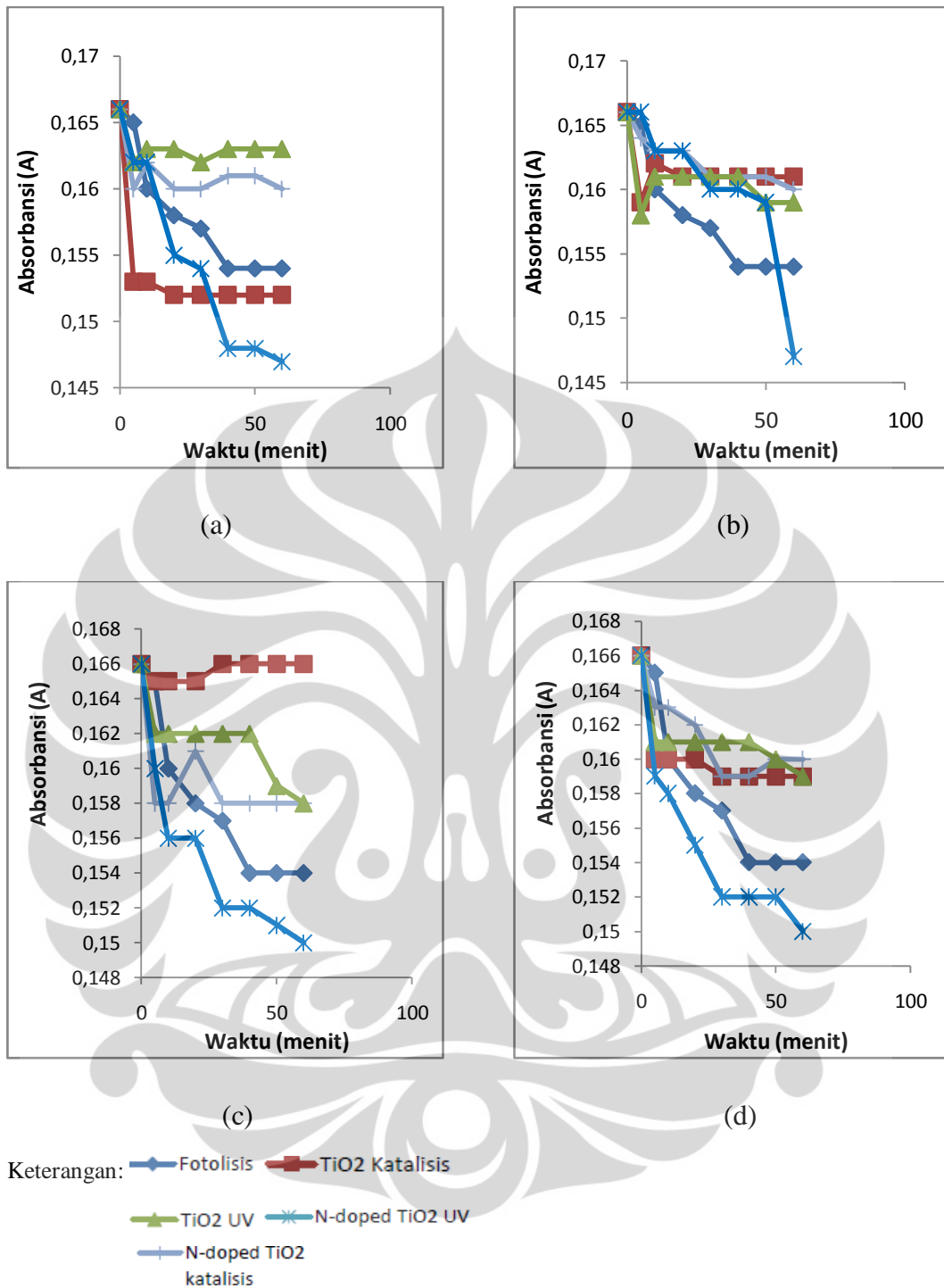
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 3 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	94,73	90,64	93,56	94,73
10	92,98	89,47	95,32	92,98
20	90,634	86,54	94,73	90,05
30	86,54	82,45	94,15	88,88
40	83,03	79,52	90,64	85,96
50	81,27	76,59	90,64	84,20
60	78,35	73,08	87,13	83,61
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 6 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	93,56	97,66	88,88	92,39
10	93,56	97,07	88,88	91,22
20	90,05	97,07	88,88	91,22
30	86,54	97,07	87,71	87,71
40	83,03	97,07	87,13	90,05
50	80,11	97,07	86,54	91,81
60	76,01	97,07	82,45	90,05

Dari Gambar 4.17 dan Tabel 4.4.2 diatas juga dapat diamati bahwa pada N-TiO₂ terjadi penurunan konsentrasi relatif *congo red* yang lebih besar jika dibandingkan dengan TiO₂ dibawah irradiasi sumber cahaya UV maupun visible. Sama halnya dengan N-TiO₂ sebelumnya yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air pada suhu kalsinasi 450°C, N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air pada suhu kalsinasi 600°C ini juga memperlihatkan pengaruh dari

sumber cahaya yang digunakan dimana sumber cahaya UV umumnya dapat mendegradasi *Congo red* lebih banyak dibandingkan sumber cahaya Visible. Berikut ini merupakan uji aktivitas fotokatalitik N-TiO₂ hasil preparasi selanjutnya:



Gambar 4.18 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya UV oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

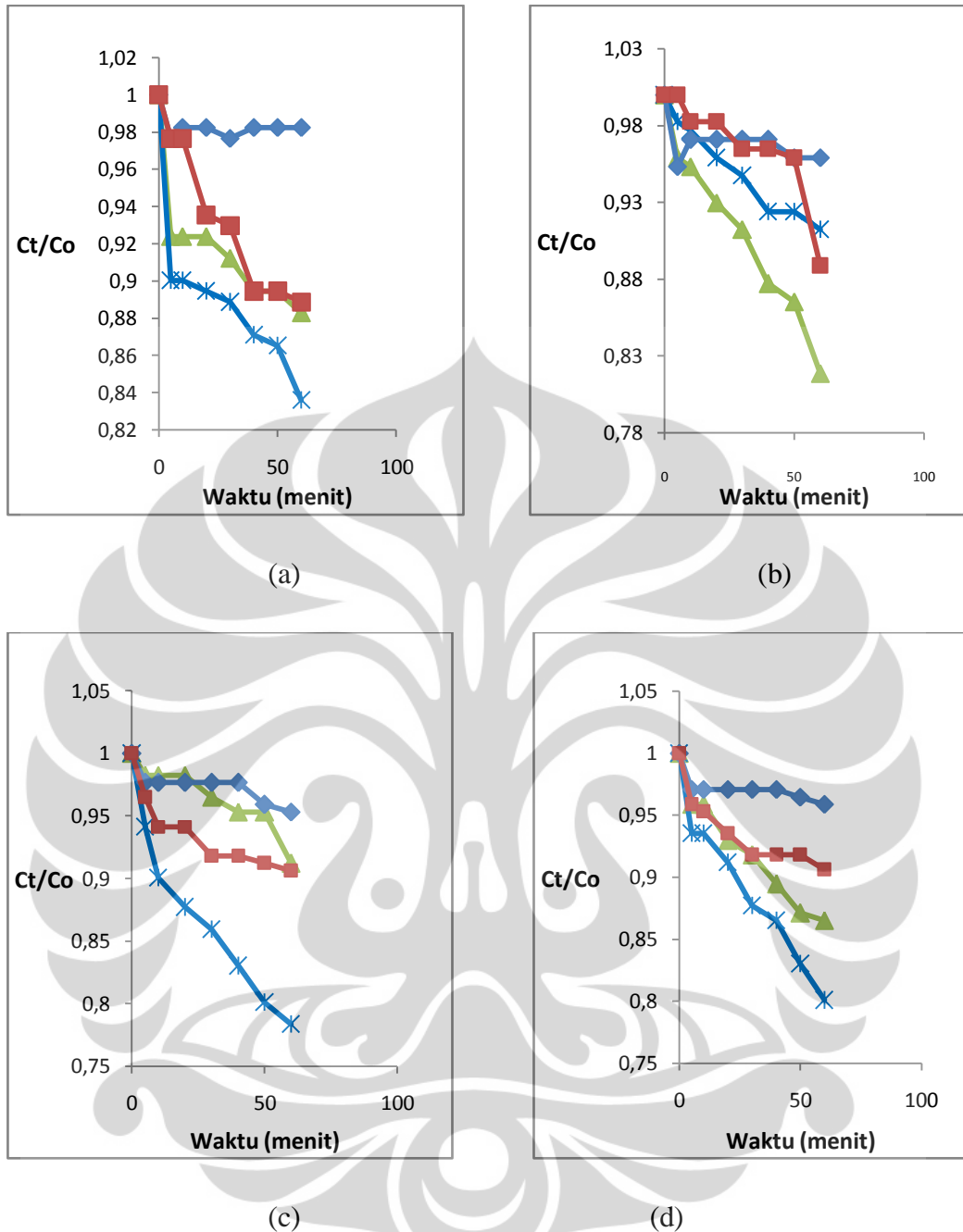


Gambar 4.19 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya Visible oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C di atas, tidak sama seperti N-TiO₂ sebelumnya namun masih dalam kecenderungan yang sama, penurunan maksimum dari absorbansi dari *congo red* pada irradiasi dibawah sinar Visible terjadi pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit dan 30 menit. Waktu optimum tersebut masih menunjukkan bahwa upaya penyisipan Nitrogen ke dalam matrik TiO₂ lebih baik dilakukan pada anodisasi dengan waktu yang tidak terlalu lama. Waktu anodisasi yang tidak terlalu lama tersebut mengoptimalkan Nitrogen yang terinkorporasi dengan TiO₂ walaupun di sisi lain struktur *nanotube* yang terbentuk masih kurang sempurna.¹⁴

Adapun untuk aktifitas fotokatalitik dibawah irradiasi sinar UV memiliki kecenderungan yang tidak sama seperti sebelumnya yaitu penurunan maksimum dari absorbansi *congo red* dibawah irradiasi sinar UV terjadi pada anodisasi selama 3 jam untuk N-TiO₂ dan juga pada anodisasi selama 30 menit untuk N-TiO₂. Hal ini terjadi karena elektrolit untuk pembentukan struktur *nanotubenya* juga berbeda dari sebelumnya yakni jika sebelumnya digunakan HF dalam air maka pada N-TiO₂ ini digunakan NH₄F dalam pelarut gliserol yang lebih kental. Oleh karena itulah waktu optimum untuk pembentukan struktur *nanotubenya* pun berbeda dengan aktifitas fotokatalitik maksimum yang pastinya juga berbeda.

Berikut ini merupakan perbandingan relatif antara konsentrasi akhir dan konsentrasi awal (Ct/Co) dari *congo red* yang menggambarkan fraksi dari *congo red* yang masih terdapat dalam larutan:



Gambar 4.20 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N-TiO₂ yang dianodisasi Selama (a) 5 menit (b) 30 menit (c) 3 jam dan (d) 6 jam dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C

Persen *congo red* yang masih tersisa dalam larutan tersebut dapat dilihat dalam Tabel 4.4.3

Tabel 4.4.3 Persen *Congo Red* Tersisa yang dianodisasi dengan NH_4F dalam Gliserol, NH_4NO_3 pada Suhu Kalsinasi 450°C

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 5 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	92,39	90,05	97,66	97,66
10	92,39	90,05	98,25	97,66
20	92,39	89,47	98,25	93,56
30	91,22	88,88	97,66	92,96
40	89,47	87,13	98,25	89,47
50	89,47	86,54	98,25	89,47
60	88,30	83,62	98,25	88,88

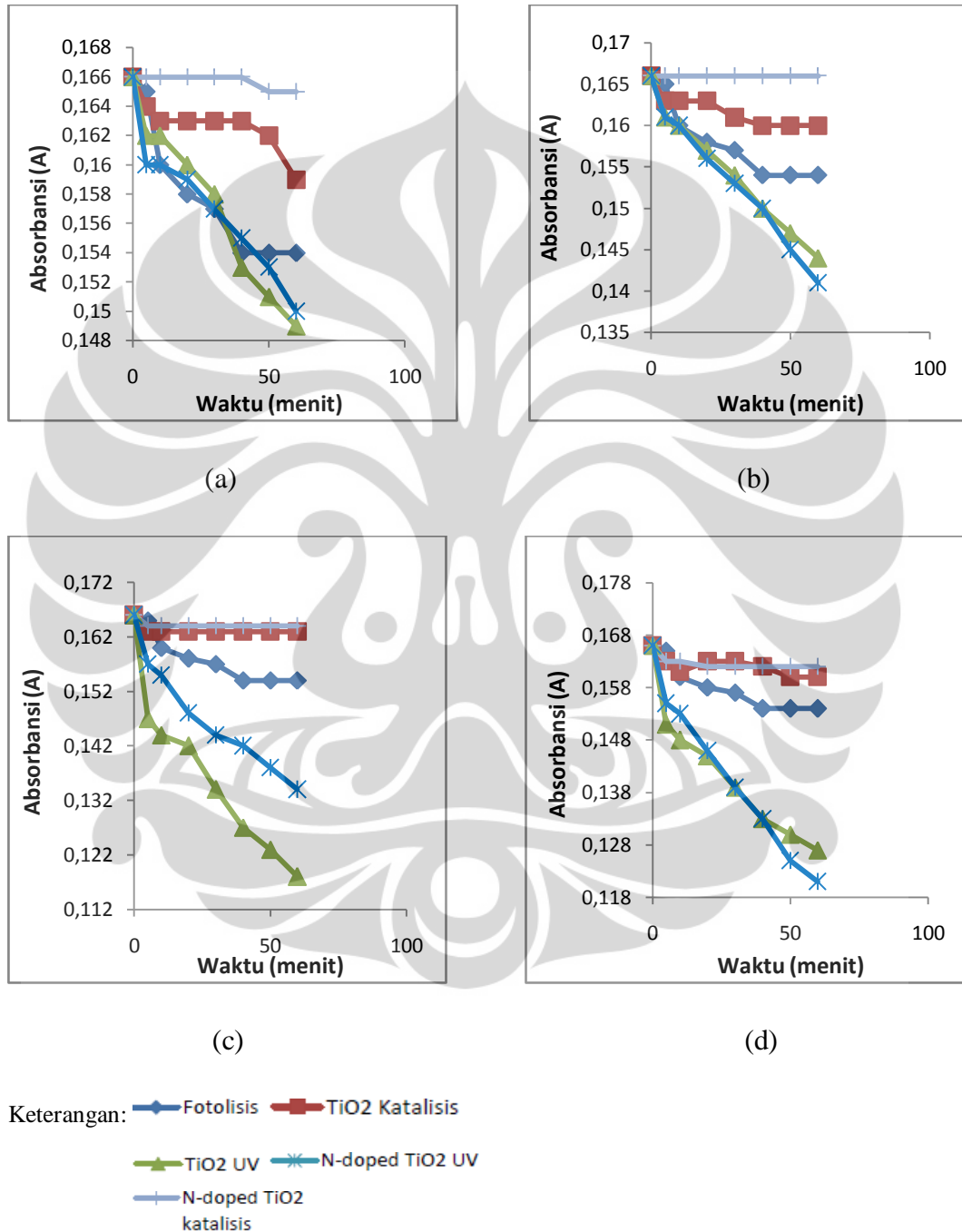
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 30 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	95,90	98,25	95,32	100
10	95,32	97,66	97,07	98,25
20	92,98	95,90	97,07	98,25
30	91,22	94,73	97,07	96,49
40	87,71	92,39	97,07	96,49
50	86,54	92,39	95,90	95,90
60	81,86	91,22	95,90	88,88

Tabel 4.4.3 (Sambungan)

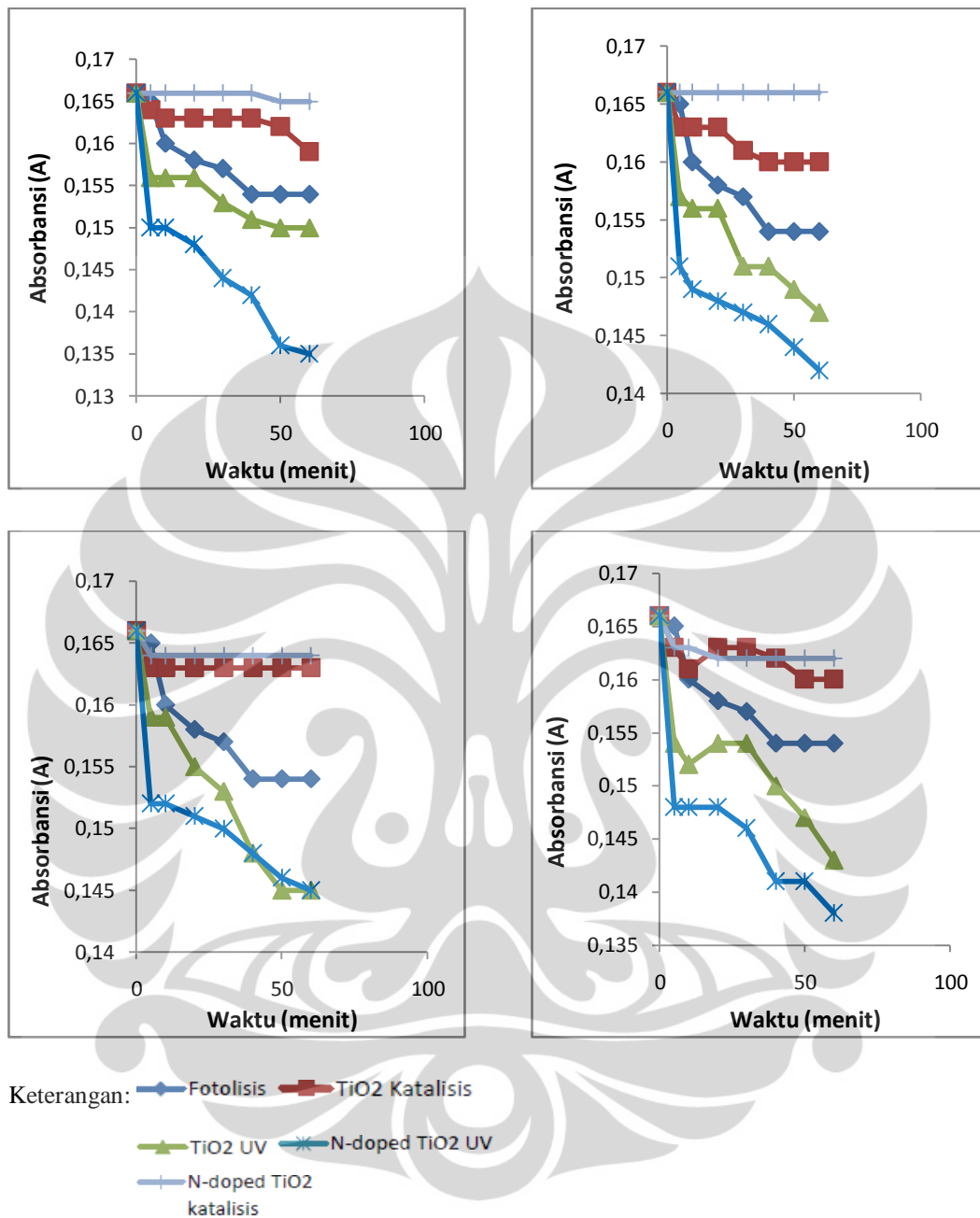
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 3 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	98,25	94,15	97,66	96,49
10	98,25	90,05	97,66	94,14
20	98,25	87,71	97,66	94,14
30	96,49	85,96	97,66	91,84
40	95,32	83,03	97,66	91,84
50	95,32	80,11	95,904	91,22
60	91,23	78,35	95,319	90,64
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 6 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	95,90	93,56	97,07	95,90
10	95,90	93,56	97,07	95,32
20	92,98	91,22	97,07	93,56
30	91,81	87,71	97,07	91,81
40	89,47	86,54	97,07	91,81
50	87,13	83,03	96,49	91,81
60	86,54	80,11	95,90	90,64

Dari Gambar 4.20 dan Tabel 4.4.3 diatas dapat diamati bahwa pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C masih memiliki kecenderungan yang sama seperti N-TiO₂ hasil preparasi sebelumnya yaitu penurunan konsentrasi relatif *congo red* oleh N-TiO₂nya lebih besar jika dibandingkan dengan TiO₂ dibawah irradiasi sumber cahaya UV maupun visible meskipun untuk irradiasi dibawah sinar UV, N-TiO₂ memiliki penurunan konsentrasi *congo red* relatif optimum pada anodisasi selama 3 jam

sedangkan TiO₂ memiliki penurunan konsentrasi relatif *congo red* optimum pada anodisasi selama 30 menit. Berikut ini adalah kurva penurunan absorbansi *congo red* oleh N-TiO₂ hasil preparasi selanjutnya:



Gambar 4.21 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya UV oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

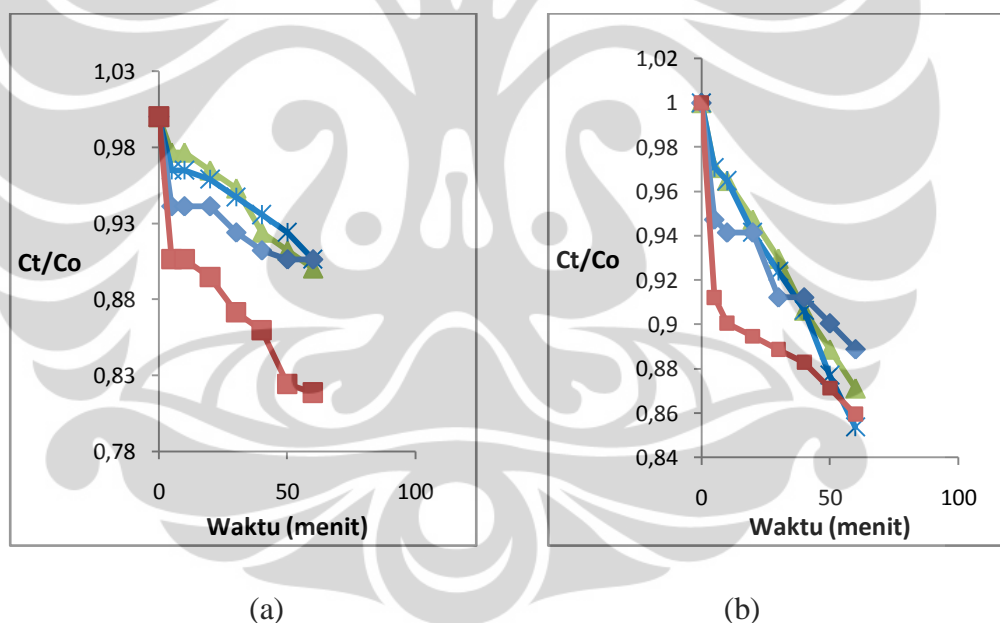


Gambar 4.22 Kurva Penurunan Absorbansi *Congo red* dengan Cahaya Visible oleh N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C Selama (a) 5menit (b) 30 menit (c) 3 jam (d) 6 jam

Berdasarkan kurva perubahan absorbansi *congo red* terhadap waktu pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 600°C diatas, penurunan maksimum dari absorbansi *congo red* masih

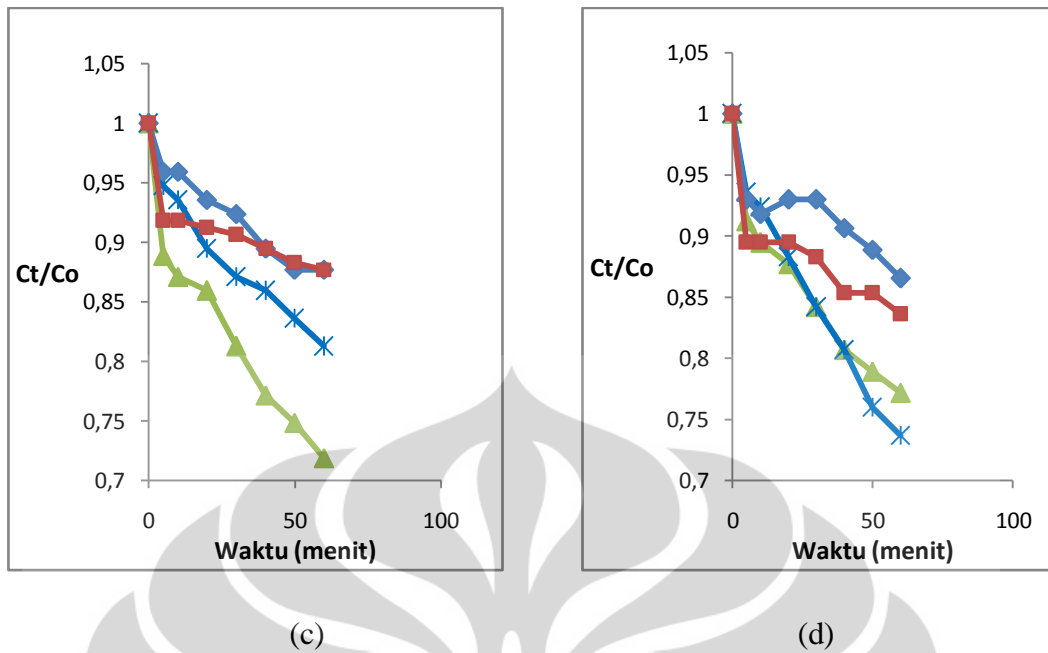
terjadi pada N-TiO₂ yang dianodisasi dalam waktu yang tidak begitu lama yaitu 5 menit. Sedangkan pada irradiasi N-TiO₂ dibawah sinar UV, penurunan maksimum absorbansinya semakin meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu anodisasi yakni hingga 6 jam. Hal ini membuktikan bahwa semakin lama anodisasi hingga waktu tertentu maka semakin baik pula struktur *nanotube* yang terbentuk sehingga kemampuan fotokatalitiknya semakin baik¹⁴. Hal yang serupa juga terjadi pada TiO₂ yang tidak di dopan Nitrogen dimana aktifitas fotokatalitiknya cenderung meningkat seiring dengan semakin lamanya waktu anodisasi hingga waktu tertentu.

Berikut ini merupakan perbandingan relatif antara konsentrasi akhir dan konsentrasi awal (Ct/Co) dari *congo red* yang menggambarkan fraksi dari *congo red* yang masih terdapat dalam larutan:



Keterangan: —▲— TiO₂ UV —◆— TiO₂ Visible
—×— N-doped TiO₂ UV —■— N-doped TiO₂ Visible

Gambar 4.23.1 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N-TiO₂ yang dianodisasi Selama (a) 5 menit (b) 30 menit dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C



Keterangan: ▲ TiO₂ UV ◆ TiO₂ Visible
✕ N-doped TiO₂ UV ■ N-doped TiO₂ Visible

Gambar 4.23.2 Kurva Perbandingan Relatif Antara Konsentrasi Akhir dan Konsentrasi Awal dari *Congo Red* oleh N-TiO₂ yang dianodisasi Selama (a) 3 jam (b) 6 jam dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C

Persen *congo red* yang masih tersisa dalam larutan tersebut dapat dilihat di dalam Tabel 4.4.4

Tabel 4.4.4 Persen *Congo Red* Tersisa yang dianodisasi dengan NH_4F dalam Gliserol, NH_4NO_3 pada Suhu Kalsinasi 600°C

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 5 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	97,66	96,49	94,15	90,64
10	97,66	96,49	94,15	90,64
20	96,49	95,90	94,15	89,47
30	95,32	94,73	92,40	87,13
40	92,39	93,56	91,22	85,96
50	91,22	92,393	90,64	82,45
60	90,05	90,63	90,63	81,86
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 30 menit			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	97,07	97,07	94,74	91,22
10	96,49	96,49	94,15	90,05
20	94,73	94,15	94,15	89,47
30	92,98	92,39	91,22	88,88
40	90,64	90,64	91,22	88,30
50	88,88	87,71	90,05	87,13
60	87,13	85,37	88,88	85,96

Tabel 4.4.4 (Sambungan)

Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 3 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	88,88	94,73	95,90	91,81
10	87,13	93,56	95,90	91,81
20	85,96	89,47	93,56	91,22
30	81,28	87,13	92,39	90,64
40	77,18	85,96	89,47	89,47
50	74,84	83,612	87,71	88,30
60	71,91	81,28	87,71	87,71
Waktu	% <i>Congo Red</i> Sisa pada Anodisasi Selama 6 jam			
	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV	TiO ₂ UV
0	100	100	100	100
5	91,22	93,56	92,98	89,47
10	89,47	92,39	91,81	89,47
20	87,71	88,30	92,98	89,47
30	84,20	84,20	92,98	88,30
40	80,69	80,69	90,64	85,37
50	78,94	76,01	88,88	85,37
60	77,19	73,67	86,54	83,62

Dari Gambar 4.23 dan Tabel 4.4.4 diatas dapat diamati bahwa pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 600°C memiliki penurunan konsentrasi relatif *congo red* lebih besar jika dibandingkan dengan TiO₂ dibawah irradiasi sumber cahaya UV maupun visible. Penurunan maksimum konsentrasi relatif dari *congo red* dibawah irradiasi sinar Visible terjadi pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit sedangkan untuk penurunan konsentrasi relatif *congo red* pada irradiasi dibawah sinar UV baik

TiO₂ maupun N-TiO₂ cenderung mengalami peningkatan seiring dengan semakin lamanya waktu anodisasi.

4.3.2 Kinetika Reaksi Fotodegradasi Congo Red

Tetapan laju degradasi *congo red* dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan kinetika Langmuir-Hinshelwood. Metode Langmuir-Hinshelwood ini mengungkapkan ketergantungan tingkat pelingkupan permukaan katalis dengan tetapan adsorpsi polutan organik pada permukaan katalis, seperti tertera di bawah ini:

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = k_d \times \frac{K_\gamma \text{ Coks}}{1 + K_\gamma \text{ Coks}} \times \frac{K_\gamma \text{ Cred}}{1 + K_\gamma \text{ Cred}} \quad (4.7)$$

Keterangan:

Red : spesi reduktor

Oks : spesi oksidator

C : konsentrasi

γ : koefisien aktifitas

K : koefisien Langmuir

k_d : konstanta laju reaksi

Persamaan 4.7 diatas dapat disederhanakan dengan asumsi bahwa konsentrasi spesi oksidator (Coks), yaitu O₂, dianggap konstan sehingga persamaan 4.7 diatas berubah menjadi:

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = k' \times \frac{K_\gamma \text{ Cred}}{1 + K_\gamma \text{ Cred}} \quad (4.8)$$

Dengan memasukkan nilai γ ke dalam koefisien Langmuir, maka persamaan 4.8 menjadi:

$$-\frac{d[\text{Red}]}{dt} = \frac{k' K' \text{ Cred}}{1 + K' \text{ Cred}} \quad (4.9)$$

kemudian dapat disusun ulang menjadi

$$\frac{1 + K' C_{red}}{K' C_{red}} d[Red] = -k' dt \quad (4.10)$$

Integrasi persamaan 4.10 menghasilkan persamaan:

$$\left(\frac{1}{K'} \ln C_t\right) - \left(\frac{1}{K'} \ln C_0\right) + (C_t - C_0) = -k' t \quad (4.11)$$

Persamaan 4.11 dapat disederhanakan menjadi:

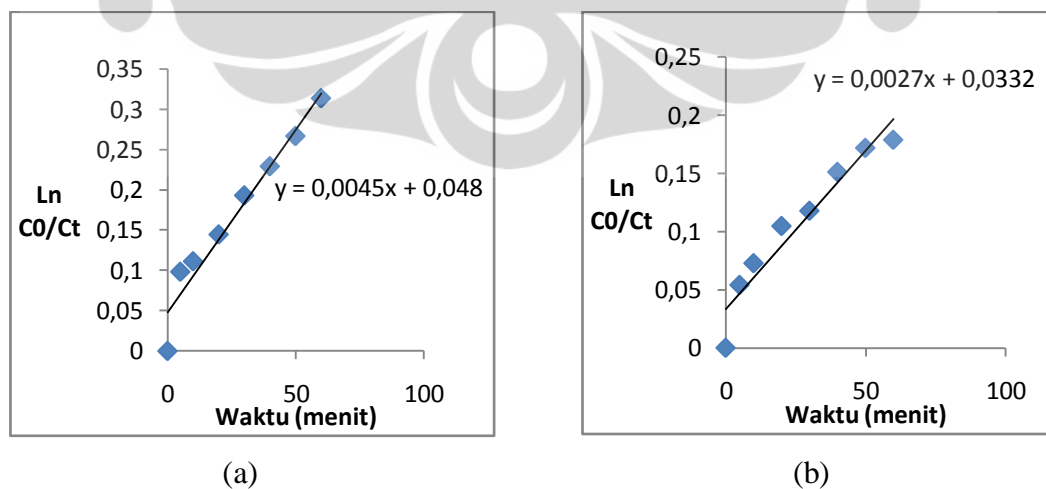
$$\left(\frac{1}{K'} \ln \frac{C_0}{C_t}\right) = k' t + (C_t - C_0) \quad (4.12)$$

Dengan asumsi bahwa adsorpsi isoterm Langmuir berlaku untuk reaksi di permukaan dan k' adalah konstanta orde satu (jika konsentrasi yg digunakan rendah, $C \ll 1$), maka bentuk akhir dari persamaan tersebut dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\ln \frac{C_0}{C_t} = k' t \quad (4.13)$$

↓
($k' = K' \cdot k'$)

Bila reaksi yang terjadi pada penelitian ini merupakan reaksi orde pertama, maka dengan pengaluran antara $\ln C_0/C_t$ terhadap waktu reaksi (t) akan menghasilkan garis yang linear, sesuai dengan persamaan 4.13. Berikut ini merupakan salah satu kurva kinetika degradasi congo red oleh N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air selama 3 jam pada suhu kalsinasi 600°C.



Gambar 4.24 Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi *Congo Red* oleh N-TiO₂ dibawah irradiasi (a) sinar UV (b) sinar Visible

Dari Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi *Congo Red* oleh N-TiO₂ diatas diperoleh garis linear dengan persamaan $y = 0,0045x + 0,048$ dengan $R^2 = 0,9499$ dan $y = 0,0027x + 0,0332$ dengan $R^2 = 0,9252$ dimana nilai kemiringannya adalah nilai tetapan laju reaksi (k') yaitu sebesar 0,0045 ppm/menit dan 0,0027 ppm/menit. Adapun penentuan N-TiO₂ hasil preparasi lainnya ditentukan dengan cara yang sama. Berikut adalah hasil perhitungannya:

Tabel 4.5.1 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi *Congo Red* pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C

Variabel	k' (ppm/menit) pada Waktu Anodisasi			
	5 menit	30 menit	3 jam	6 jam
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0012	0,0033	0,0013	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,003	0,0042	0,0037	0,001
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,001	0,001	0,0006	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0018	0,004	0,003	0,001

Dari Tabel 4.5.1 diatas untuk N-TiO₂ yang dipreparasi dengan cara anodisasi dalam larutan berair HF pada suhu kalsinasi 450°C dapat diketahui bahwa tetapan laju reaksi degradasi *congo red* oleh N-TiO₂ umumnya lebih besar dibandingkan pada TiO₂ pada sumber cahaya UV maupun visible, yang mengindikasikan lebih aktifnya katalis N-TiO₂ tersebut dibandingkan dengan TiO₂ yang tidak didoping dengan Nitrogen. Dan dari tabel tersebut juga dapat diketahui bahwa tetapan laju reaksi untuk *congo red* yang didegradasi menggunakan sumber cahaya UV lebih besar dibandingkan dengan yang menggunakan sumber cahaya Visible yang disebabkan oleh energi foton yang

lebih besar dari sumber cahaya UV dibandingkan sumber cahaya Visible sehingga akan meningkatkan pula tetapan laju reaksi degradasinya. Untuk irradiasi dibawah sinar Visible, N-TiO₂ yang mempunyai tetapan laju reaksi degradasi *congo red* terbesar adalah N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit, sesuai dengan penurunan konsentrasi relatif *congo red* terbesar oleh N-TiO₂ tersebut.

Tabel 4.5.2 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi *CongoRed* pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C

Variabel	k' (ppm/menit) pada Waktu Anodisasi			
	5 menit	30 menit	3 jam	6 jam
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,002	0,0024	0,0038	0,0041
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,002	0,0037	0,0045	0,003
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,003	0,002	0,0017	0,002
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,003	0,0035	0,0027	0,001

Dari Tabel 4.5.2 diatas untuk N-TiO₂ yang dipreparasi dengan cara anodisasi dalam larutan berair HF pada suhu kalsinasi 600°C sama seperti N-TiO₂ sebelumnya, tetapan laju reaksi degradasi *congo red* oleh N-TiO₂ tersebut diatas umumnya lebih besar dibandingkan pada TiO₂ pada sumber cahaya UV maupun visible. Selain itu N-TiO₂ dibawah irradiasi sinar UV yang memiliki tetapan laju degradasi *congo red* terbesar adalah N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit sehingga dapat dikatakan bahwa preparasi N-TiO₂ yang paling baik dengan metode anodisasi dalam larutan berair HF baik pada suhu kalsinasi 450°C ataupun 600°C adalah anodisasi yang dilakukan selama 30 menit dimana memberi tetapan laju reaksi degradasi *congo red* terbesar dibanding yang lainnya.

Tabel 4.5.3 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi *CongoRed* pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 450°C

Variabel	k' (ppm/menit) pada Waktu Anodisasi			
	5 menit	30 menit	3 jam	6 jam
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0012	0,0029	0,0014	0,0023
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0036	0,0015	0,002	0,0032
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0006	0,0003	0,0001	0,0004
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0014	0,0015	0,002	0,0013

Berdasarkan data dari beberapa tabel diatas, pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol cenderung memiliki tetapan laju reaksi degradasi *congo red* yang lebih besar dibandingkan dengan TiO₂ baik dibawah irradiasi sumber cahaya UV maupun Visible. Berbeda dengan N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air, pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C ini memiliki tetapan laju reaksi degradasi terbesar pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit. Waktu anodisasi yang tidak terlalu lama memaksimalkan penyisipan komponen nitrogen ke dalam matrik TiO₂ sehingga akan meningkatkan pula laju reaksi degradasi dari *congo red* oleh N-TiO₂ tersebut.

Tabel 4.5.4 Hasil Perhitungan Tetapan Laju Reaksi Degradasi *Congo Red* pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam Air, NH₄NO₃ pada Suhu Kalsinasi 600°C

Variabel	k' (ppm/menit) pada Waktu Anodisasi			
	5 menit	30 menit	3 jam	6 jam
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0017	0,0021	0,004	0,003
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0013	0,0024	0,003	0,004
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0013	0,0016	0,002	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0027	0,0017	0,001	0,002

Dari data beberapa tabel diatas, pada N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 600°C ini juga cenderung memiliki tetapan laju reaksi degradasi *congo red* yang lebih besar dibandingkan dengan TiO₂ baik dibawah irradiasi sumber cahaya UV maupun Visible. Sama halnya dengan N-TiO₂ sebelumnya yang juga dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol namun pada suhu kalsinasi 450°C, pada N-TiO₂ ini juga memiliki tetapan laju reaksi degradasi *congo red* terbesar pada N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit. Waktu yang tidak terlalu lama yaitu 5 menit atau 30 menit terbukti adalah waktu optimum untuk penyisipan komponen Nitrogen ke dalam matrik TiO₂ baik yang dianodisasi dengan larutan berair HF ataupun yang dianodisasi dengan larutan agak kental NH₄F dalam gliserol.

Adapun dari beberapa N-TiO₂ yang telah dipreparasi diatas, untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air, N-TiO₂ hasil anodisasi yang dikalsinasi pada suhu 450°C memiliki aktifitas fotokatalitik yang lebih baik dibandingkan dengan N-TiO₂ hasil anodisasi yang dikalsinasi pada suhu 600°C. Hal ini dapat dijelaskan karena pada suhu 450°C struktur kristal TiO₂ yang terbentuk adalah *anatase* dimana struktur kristal TiO₂ *anatase* lebih fotoaktif

dibandingkan dengan struktur kristal *rutile*¹⁹. Sedangkan untuk N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, aktifitas fotokatalitiknya lebih baik pada hasil anodisasi yang dikalsinasi pada suhu 600°C. Hal ini mungkin terjadi karena pada suhu 600°C, ion F⁻ yang berasal dari NH₄F berhasil diusir dari N-TiO₂ yang disintesis. Adapun keberadaan ion F⁻ dalam N-TiO₂ sebagai pengotor dapat mengurangi aktifitas fotokatalitik dari N-TiO₂ yang disintesis sehingga penghilangan sempurna ion F⁻ pada suhu kalsinasi 600°C akan mengembalikan aktifitas fotokatalitik menjadi baik jika dibandingkan dengan N-TiO₂ yang masih mengandung pengotor ion F⁻.¹⁴

Adapun berdasarkan gambar-gambar penurunan absorbansi *congo red* terhadap waktu, tabel penurunan konsentrasi relatif *congo red* terhadap waktu juga tabel tetapan laju reaksi degradasi *congo red* untuk masing-masing N-TiO₂ yang telah dipreparasi di atas, dari semua variasi preparasi meliputi waktu anodisasi, suhu kalsinasi dan jenis elektrolit menunjukkan bahwa preparasi optimum yang menghasilkan penurunan konsentrasi relatif *congo red* terbesar adalah pada N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air baik pada suhu kalsinasi 450°C/600°C dibandingkan dengan N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol pada suhu kalsinasi 450°C/600°C. Hal ini membuktikan bahwa ternyata untuk upaya penyisipan Nitrogen ke dalam matrik TiO₂ pelarut elektrolit yang agak encer lebih baik dibandingkan dengan pelarut elektrolit yang agak kental. Alasannya adalah karena di dalam pelarut yang agak encer lebih mudah terjadi migrasi anion yang mengandung Nitrogen menuju anoda (plat Ti) dibandingkan dengan pelarut elektrolit yang agak kental (viskositasnya mengganggu migrasi anion yang mengandung Nitrogen).

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat diambil beberapa kesimpulan yakni sebagai berikut:

1. Telah berhasil disintesis TiO_2 yang didoping dengan Nitrogen melalui metode anodisasi dengan elektrolit HF dalam air dan elektrolit NH_4F dalam gliserol disertai dengan NH_4NO_3 sebagai sumber dopan Nitrogen
2. Pada uji aktivitas fotokatalitik terhadap degradasi senyawa *congo red*, diperoleh bahwa N- TiO_2 memiliki tetapan laju degradasi yang lebih besar daripada degradasi senyawa *congo red* oleh TiO_2 baik menggunakan sumber cahaya UV maupun cahaya tampak walaupun perbedaannya belum signifikan
3. Preparasi optimum untuk sintesis N- TiO_2 adalah pada anodisasi dengan elektrolit HF dalam air, NH_4NO_3 sebagai sumber dopan Nitrogen serta dikalsinasi pada suhu 450°C dengan waktu optimum anodisasi selama 30 menit

5.2 Saran

Dalam mensintesis N- TiO_2 diperlukan suatu sumber nitrogen lain yang lebih efektif untuk disisipkan pada matrik kristal TiO_2 sehingga dapat diperoleh hasil degradasi senyawa organik yang lebih signifikan dibandingkan menggunakan sumber nitrogen NH_4NO_3 seperti contohnya senyawa yang mengandung anion Nitrogen seperti beberapa garam asam amino, garam azida dan lain sebagainya. Uji aktifitas fotodegradasi oleh N- TiO_2 dapat ditingkatkan dengan menerapkan sistem reaktor fotoelektrokatalitik yang mendukung peningkatan dari aktivitas fotokatalitik atau fotoelektrokatalitiknya. Selain itu, untuk pengujian aktivitas menggunakan cahaya tampak, diperlukan sumber cahaya tampak yang memiliki filter panjang gelombang sehingga menghindari interferensi karena masih terdapatnya intensitas panjang gelombang UV.

DAFTAR PUSTAKA

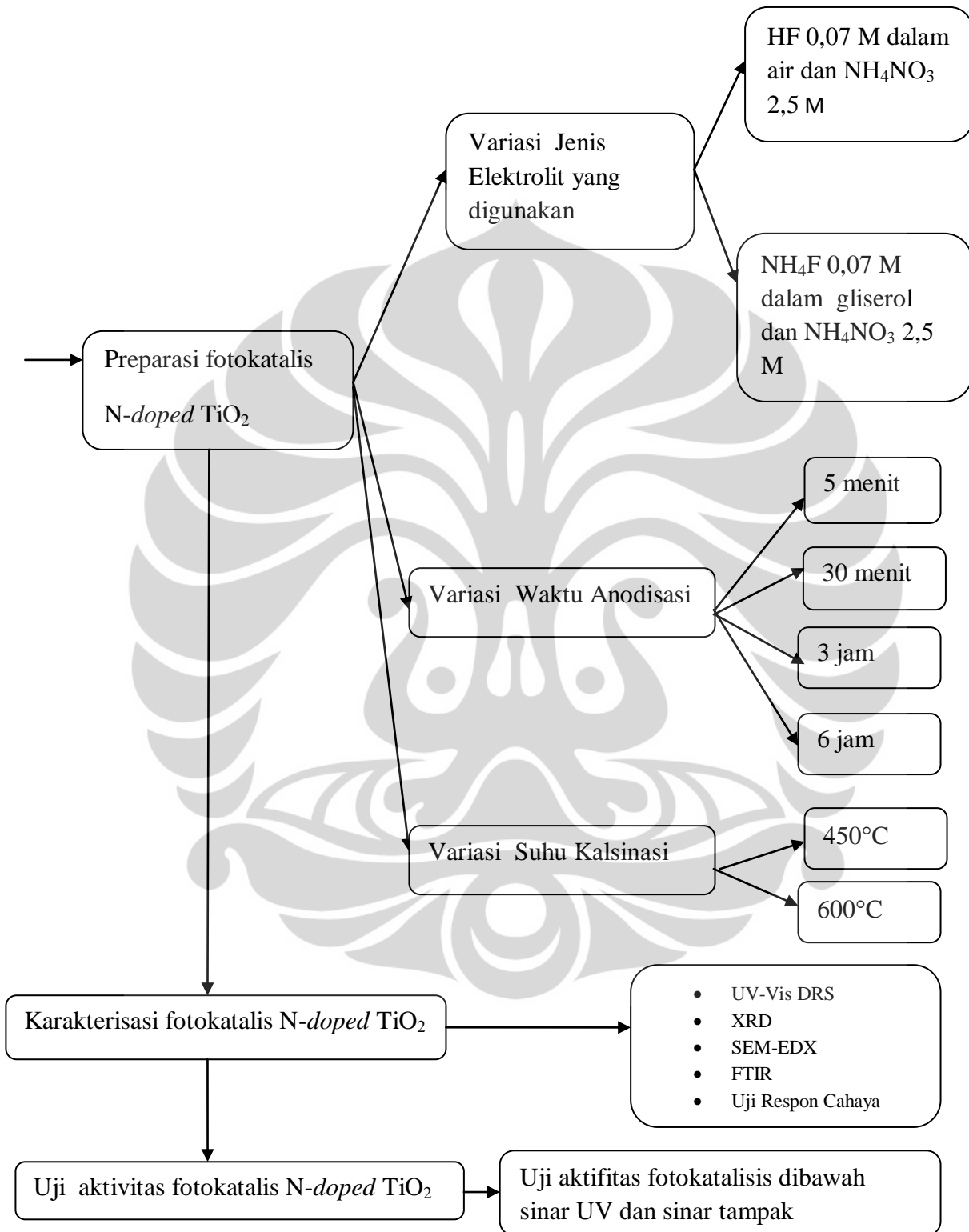
1. Mouli, P.C, Mohan, S.V & Reddy, S.J. (2004). Electrochemical Processes for the Remediation and Contaminated Soil: Emerging Technology. *Journal of scientific and Industrial Research*, 63, pp 11-19.
2. Gunlazuardi, J.(2000). Fotoelektrokatalisis untuk Detoksifikasi Air, Prosiding. *Seminar Nasional Elektrokimia*, 1-21.
3. Hoffmann, M.R., Martin, S.T., Choi, W., & Bahnemann, D.W. (1995). Environmental Application of Semiconductor Photocatalysis. *Chem. Rev.*, 95, 69-96.
4. Fujishima, A., Hashimoto, K., & Watanabe, T. (1999). *TiO₂ Photocatalysis Fundamentals and Applications*. Japan: BKC, Inc.
5. Zaleska, A. (2008). Doped-TiO₂: A Review. *Recent Patents on Engineering*, 2, 157-164.
6. Asahi, R., Morikawa, T., Ohwaki, T., Aoki, K., & Taga, Y. (2001). Visible Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titanium Dioxide. *Science*, 293, 269-271.
7. Diwald, O., Thompson, T.L., Zubkov, T., Walck, S.D., & Yates, J.T. (2004). Photochemical Activity of Nitrogen-Doped Rutile TiO₂(110) in Visible Light. *J. Phys. Chem. B*, 108 (19), 6004-6008
8. Tang, Y.C., Huang, X.H., Yu, H.Q. & Tang, L.H.(2012). Nitrogen-Doped TiO₂ Photocatalyst Prepared by Mechanochemical Method: Doping Mechanisms and Visible Photoactivity of Pollutant Degradation. *Hindawi Publishing Corporation International Journal of Photoenergy*, Article ID 960726, 10 pages.
9. Hashimoto, K., Irie, H., & Fujishima, A. (2007). TiO₂ Photocatalysis: A Historical Overview and Future Prospects. *AAPPS Bulletin December*, 17, 6.
10. Liu, G., Wang, X., Wang, L., Chen, Z., Li, F., Qing G., & Cheng, H.M. (2009). Drastically Enhanced Photocatalytic Activity in Nitrogen doped Mesoporous TiO₂ with Abundant Surface States. *Journal of Colloid and Interface Science*, 334, 171-175.

11. Zhao, L., Jiang, Q., & Lian, J. (2009). Visible-Light Photocatalytic Activity of Nitrogen-doped TiO₂ Thin Film Prepared by Pulsed Laser Deposition. *Applied Surface Science*, 254, 4620–4625.
12. Lestari, Dian Novita. (2009). *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.
13. Morikawa, T., Asahi, R., Ohwaki, T., Aoki, K., Suzuki, K., & Taga, Y. (2002). Visible-Light Photocatalyst-Nitrogen Doped Titanium Dioxide. *R&D Review of Toyota CRDL*, 40, 3.
14. Shankar, K., Chhay, K.T., Mor, G.K., & Grimes, C.A. (2006). An Electrochemical Strategy to Incorporate Nitrogen in Nanostructured TiO₂ Thin Films: Modification of Bandgap and Photoelectrochemical Properties. *J. Phys. D: Appl. Phys*, 39, 2361–2366.
15. Adachi, M., Murata, Y., Takao, J., Jiu, J., Sakamoto, M., & Wang, F. (2004). Highly Efficient Dye-Sensitized Solar Cells with a Titania Thin-Film Electrode Composed of a Network Structure of Single-Crystal-like TiO₂ Nanowires Made by the "Oriented Attachment" Mechanism. *J. Am. Chem. Soc.*, 126, 14943–14949.
16. Zhu, K., Neale, N. R., Miedaner, A., & Frank, A. J. (2007). Enhanced Charge-Collection Efficiencies and Light Scattering in Dye-Sensitized Solar Cells Using Oriented TiO₂ Nanotubes Arrays. *Nano Lett.*, 7, 69–74.
17. Kuang, D., Brillet, J., Chen, P., Takata, M., Uchida, S., Miura, H., Sumioka, K., Zakeerudin, S. M., & Grätzel, M. (2008). Application of Highly Ordered TiO₂ Nanotube Arrays in Flexible Dye-Sensitized Solar Cells. *American Chemical Society Nano*, 2, 6, 1113-1116.
18. Nadiroh. (2011). *Sintesa N-doped TiO₂/ Zeolit dan Uji Aktivitas Fotokatalisi Terhadap Degradasi Congo Red*. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI, Depok.
19. Terzian, R & Serpon. (1998). Heterogeneous Photocatalyzed Oxidation of Cresote Components: Mineralization of Xylenols by Illuminated TiO₂ in

- Oxygenated Aqueous Media. *J Photochem. Photobiol. A: Chemistry*, 89, 163-175.
20. Abonen, P. (2001). *Aerosol Production and Crystalization of Titanium Dioxide from Metal Alkoxide Droplet*. Finland: Technical Research Centre.
 21. Linsebigler, A.L, Guangquan, L. & Yates, J.T. (1995). Photocatalysis on TiO₂ Surface: Principles, Mechanism and Selected Result. *Chem. Rev*, 95, 735-758.
 22. Satterfield, C. N. (1991). *Heterogenous Catalyst in Industrial Practice* (2nd ed.). New York: Mc Graw-Hill, Inc.
 23. Dmitry V. Bavykin & Frank C. Walsh. (2010). Titanate and Titania Nanotubes Synthesis, Properties and Applications. *RSC Nanoscience & Nanotechnology No. 12. Thomas Graham House, Science Park, Milton Road, Cambridge CB4 0WF, UK*.
 24. Tian-Hua, XU., Chen-Lu, S., Yong, L., & Gao-rong, H. (2006). Band Structure of TiO₂ doped with N, C and B. *J. Zhejiang Univ SCIENCE B.*,7(4):299-303.
 25. Chen, Xiaobo & Burda, Clemens. (2008). The electronic Origin of The Visible-Light Absorption Properties of C-, N- and S-Doped TiO₂ materials. *J. Am.Chem. Soc.*, 130 (15), 5018-5019.
 26. Konishi, K., Kubo, T., & Nakahira, A. (2004). Characterization of Some Properties of TiO₂ on Ti surface by Anodization in Acid Solution. *14th International Conference on the Properties of Water and Steam in Kyoto*, 391-394.
 27. Cydzik, E.K., Kowalski, K., & Glazowska, I. (2006). Electrochemical Formation of Bioactive Surface Layer on Titanium. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 18, 147-150.
 28. Lai, Y.K., Huang, J.Y., Zhanga, H.F., Subramaniam, V.P., Tang, Y.X., Gong, D.G., Sundar, L., Sun, L., Chen, Z., & Lin, C.j. (2010). Nitrogen-doped TiO₂ Nanotube Array Films with Enhanced Photocatalytic Activity under Various Light Sources. *Journal of Hazardous Materials*, 184, 855–863.

29. Milad, A.M., Kassim, M.B., Daud, W.R.(2011). Fabrication of Carbon Doped TiO₂ Nanotubes via *In-situ* Anodization of Ti-foil in Acidic Medium. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, 74.
30. Mohapatra, S.K., Misra, M., Mahajan, V.K., & Raj, K.S. (2007). A Novel Method for the Synthesis of Titania Nanotubes Using Sonoelectrochemical Method and Its Application for Photoelectrochemical Splitting of Water. *Journal of Catalysis*, 246, 362-369.
31. Lu, N., Zhao, H., Li, J., Quan, X., & Chen, S. (2008). Characterization of Boron-doped TiO₂ Nanotube Arrays Prepared by Electrochemical Method and Its Visible Light Activity. *J. Phys. Chem.*, 62, 668–673.
32. Galstyan, V., Vomiero, E.C.A., Faglia, G., & Sberveglieri, G. (2011). TiO₂ Nanotubular and Nanoporous Arrays by Electrochemical Anodization on Different Substrates. *RSC Advances*, 1, 1038–1044
33. Murphy, A.B. (2007). Band-gap Determination from Diffuse Reflectance Measurements of Semiconductor Films, and Application to Photoelectrochemical Water-Splitting. *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 91, 1326–1337.
34. Lopez, T., Sanchez, E., Bosch, P., Meas, Y., & Gomez, R. (1992). FTIR and UV-Vis (Diffuse Reflectance) Characterization of TiO₂, Sol-Gel. *Materials Chemistry and Physics*, 32, 141-152.
35. Oliveira, C., Gonçalves, L., Almeida, B.G., Tavares, C.J., Carvalho, S., Vaz, Galindo, F.A., Henriques, M., Susano, M., & Oliveira, R. (2008). XRD and FTIR Analysis of Ti–Si–C–ON Coatings for Biomedical Applications. *Surface & Coatings Technology*, 203, 490–494.
36. Bahnemann, D. (2004). Photocatalytic Water Treatment: Solar Energy Application. *Solar Energy*, 77, 445–459.
37. Alwitt, Robert S. (2002). *Anodizing*. Northbrook: Boundary Technologies, Inc.
38. Purwanti, A. (2012). *Studi Pembuatan TiO₂ Nanotube dengan Teknik Anodisasi pada Plat Titanium dan Aplikasinya untuk Sel Surya Tersensitasi Zat Warna*. Karya Utama Sarjana Kimia FMIPA UI, Depok.

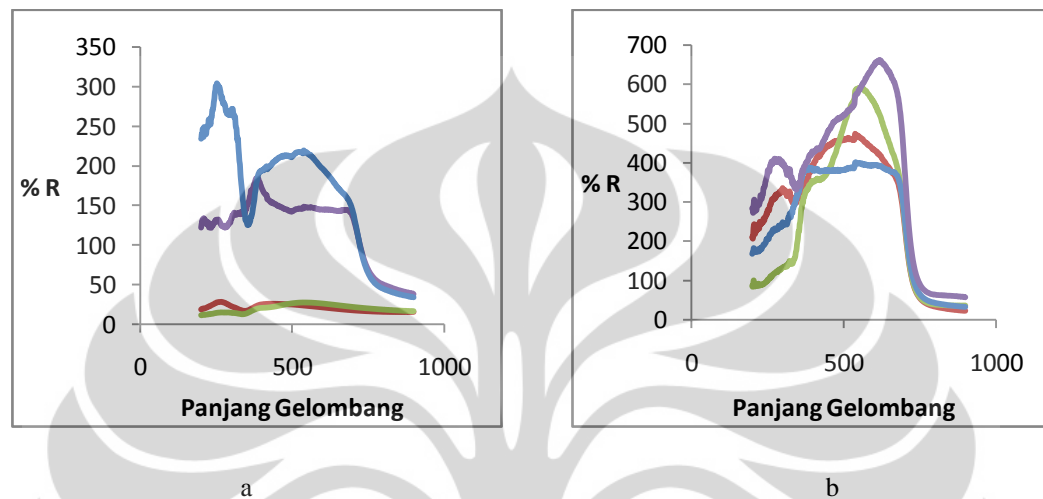
LAMPIRAN 1
DIAGRAM ALIR PENELITIAN



LAMPIRAN 2

Perhitungan Nilai Celah Energi pada TiO₂ dan N-TiO₂

- 1) Anodisasi plat Titanium dengan HF dalam air, NH₄NO₃, tegangan 15 Volt, suhu kalsinasi 450°C



Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 1. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Reflektan vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

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

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

Keterangan: F(R) = Faktor Kubelka-Munk

K = Koefisien Absorpsi

S = Koefisien Scattering

R = Nilai Reflektan yang diukur

$$K = A(E - E_g)^m ; m = 1/2$$

$$F(R) = \frac{A(h\nu - E_g)^{1/2}}{S}$$

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

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 (h\nu - E_g)$$

$$F(R)^2 = \left(\frac{A}{S}\right)^2 h\nu - \left(\frac{A}{S}\right)^2 E_g$$

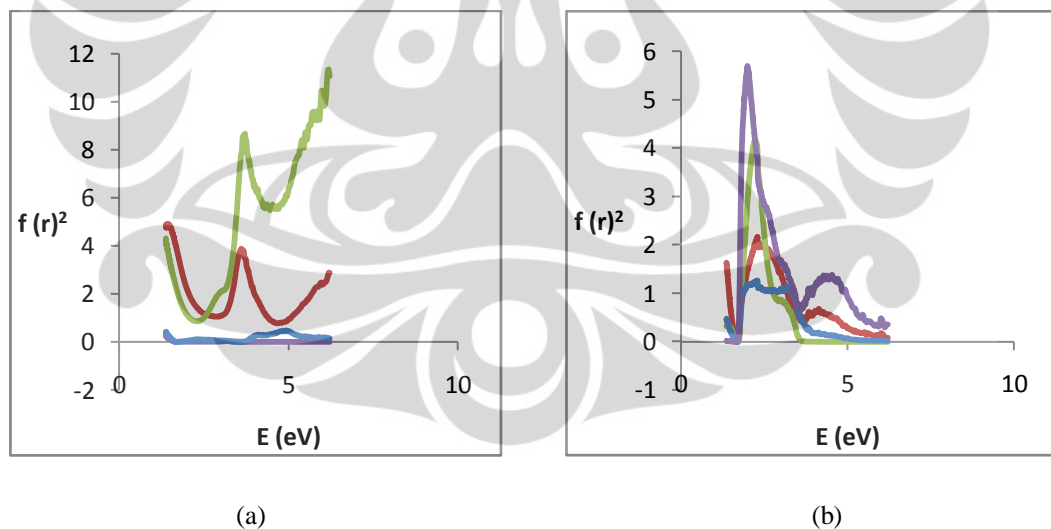
$$\begin{array}{cccc} \downarrow & \downarrow & \downarrow & \downarrow \\ y & b & x & \pm & a \end{array}$$

Nilai x pada saat y = 0 merupakan nilai energi celah (*band gap*)

Keterangan: A= Konstanta Proporsional

Eg= Energi Gap (Energi celah)

Dengan memplotkan F(R) terhadap hv dan ekstrapolasi daerah linearnya maka dapat ditentukan nilai hv pada F(R) =0, yang tidak lain adalah nilai energi celah dari spesi pengabsorpsi. Dengan pendekatan tersebut energi celah lapisan tipis TiO₂ maupun N-TiO₂ ditentukan.



Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit

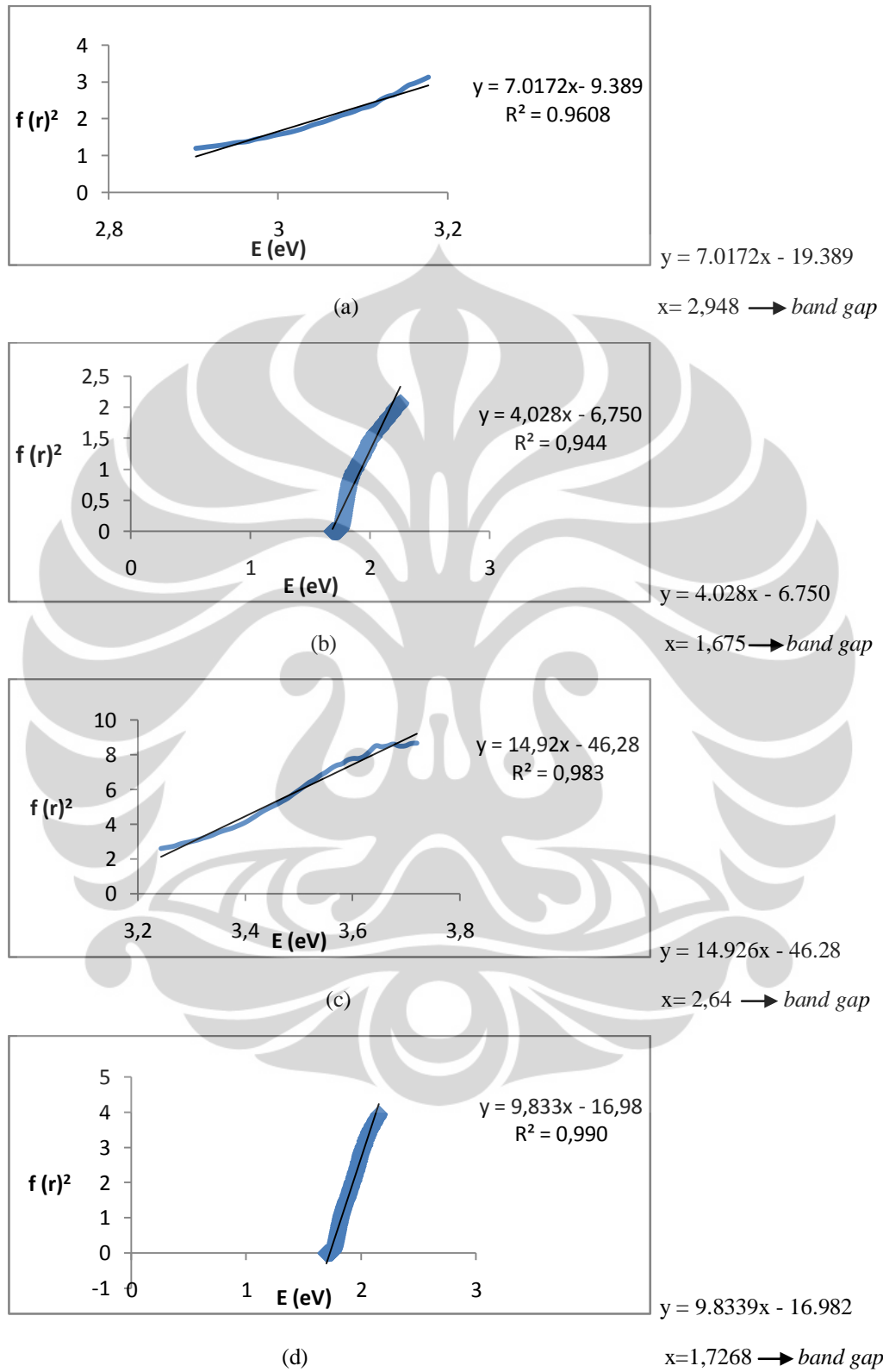
— N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit

— N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam

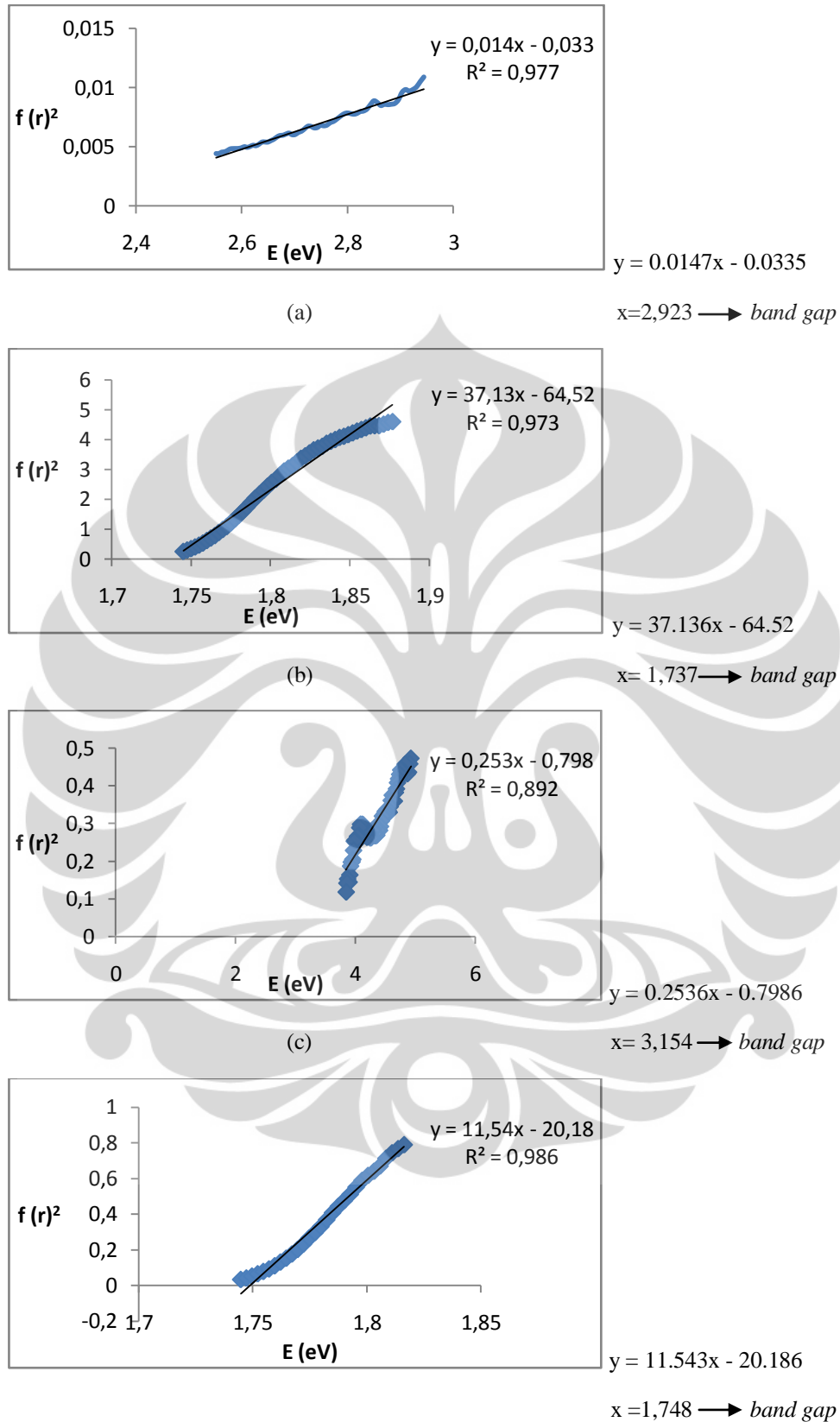
— N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 2. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Faktor Kubelka Munk vs. Energi) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

Ekstrapolasi garis linear dari kurva diatas:

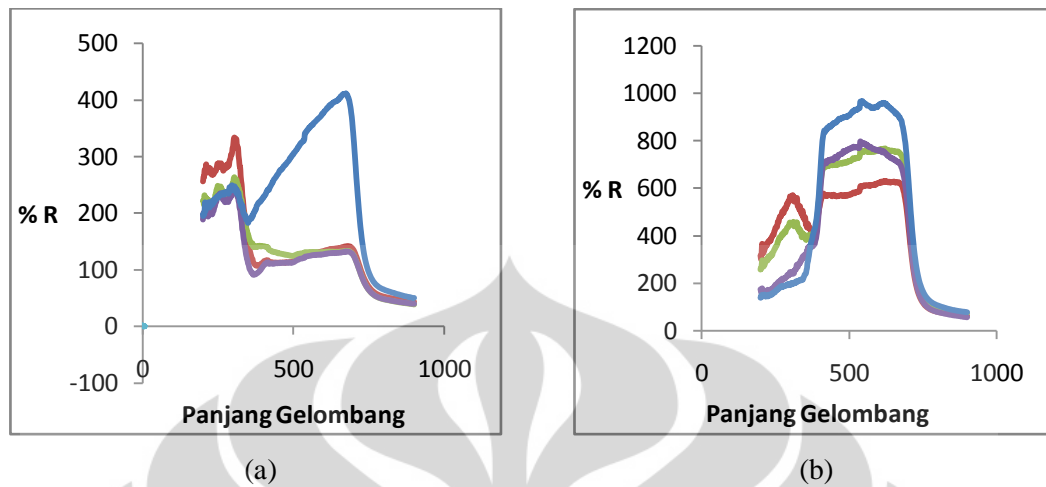


Gambar 3. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 5 menit (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 30 menit



Gambar 4. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 3 jam (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 6 jam

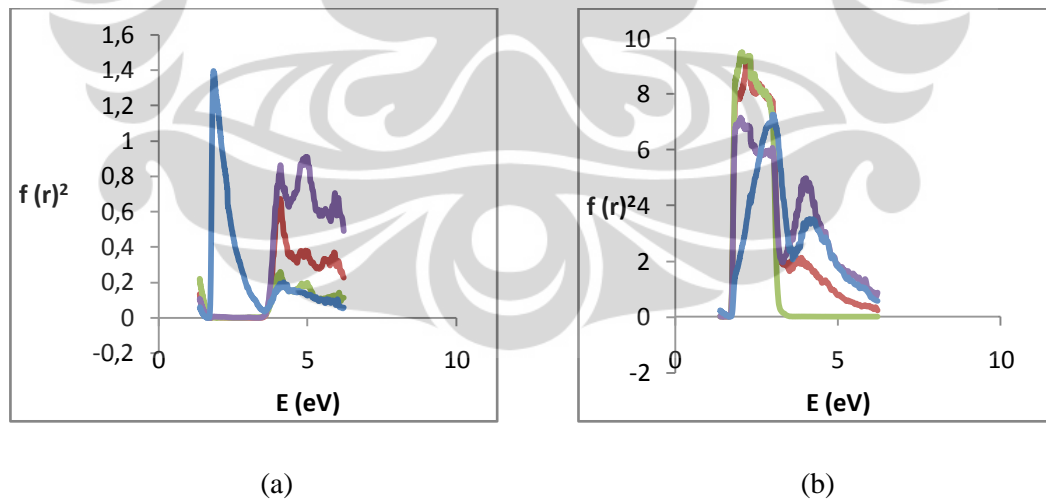
- 2) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 , tegangan 15 Volt, suhu kalsinasi 600°C



Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 5. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Reflektan vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

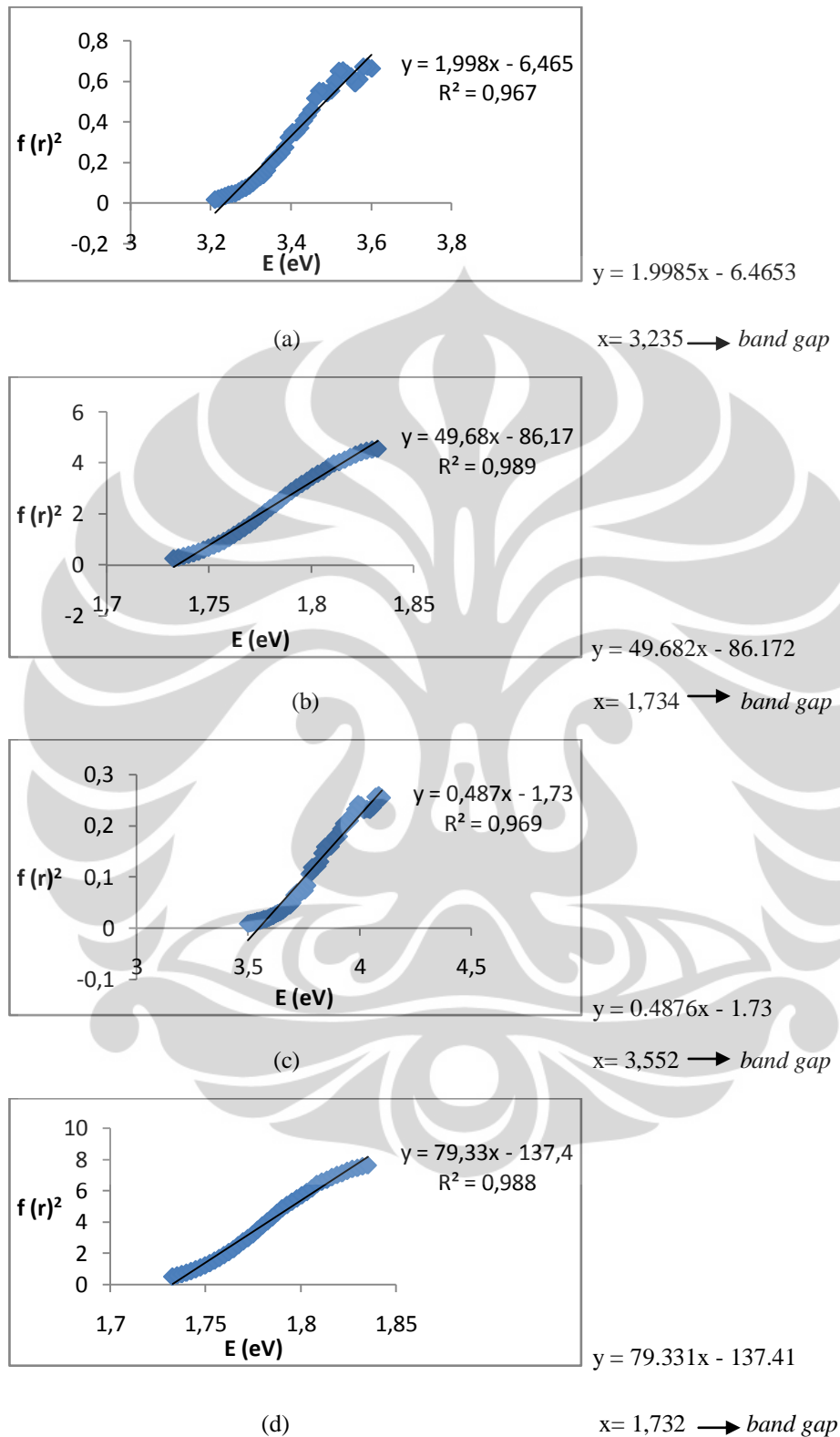
Plot $F(r)^2$ terhadap $E (h\nu)$ sebagai berikut:



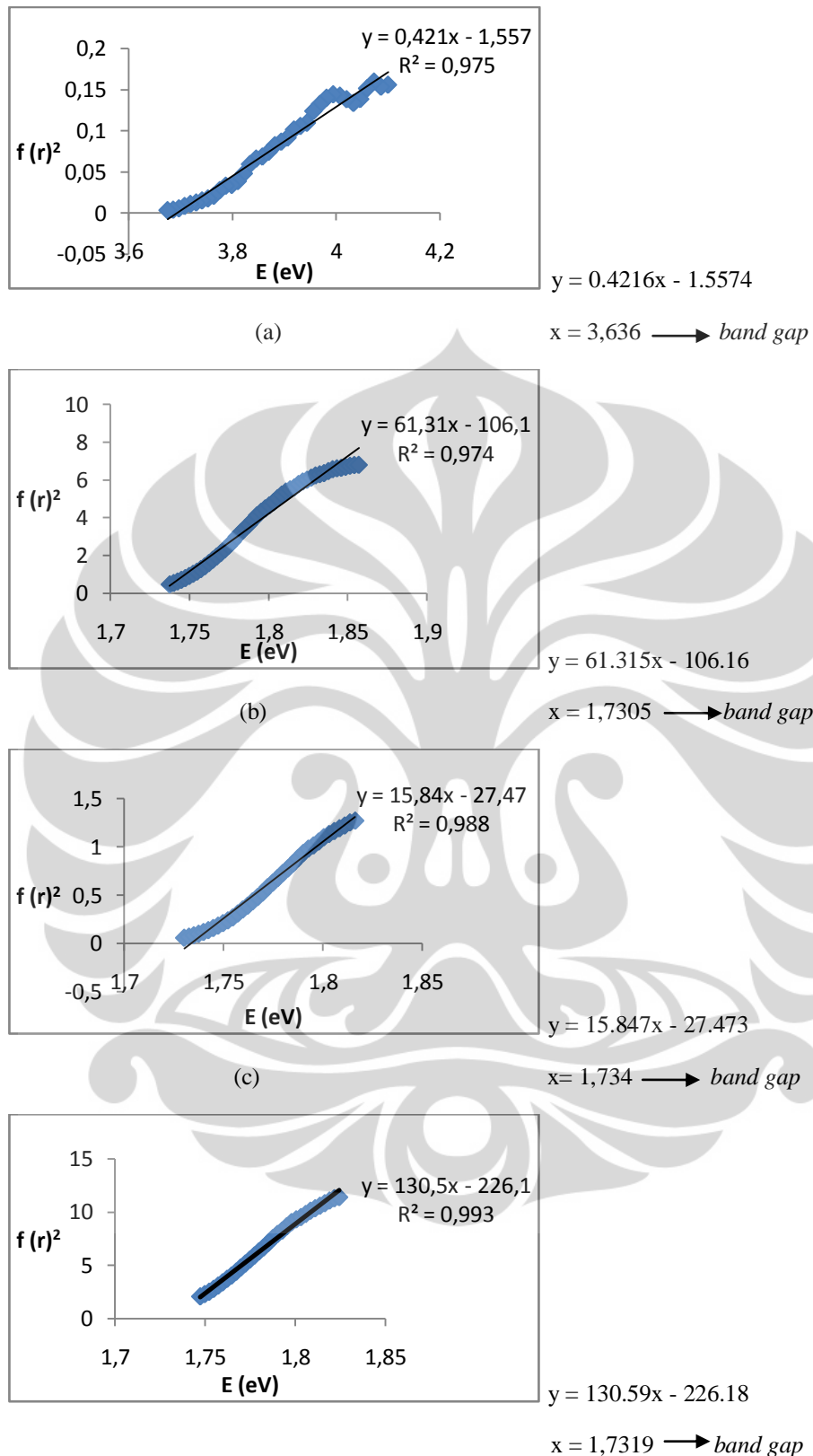
Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 6. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Faktor Kubelka Munk vs. Energi) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

Ekstrapolasi garis linear dari kurva diatas:

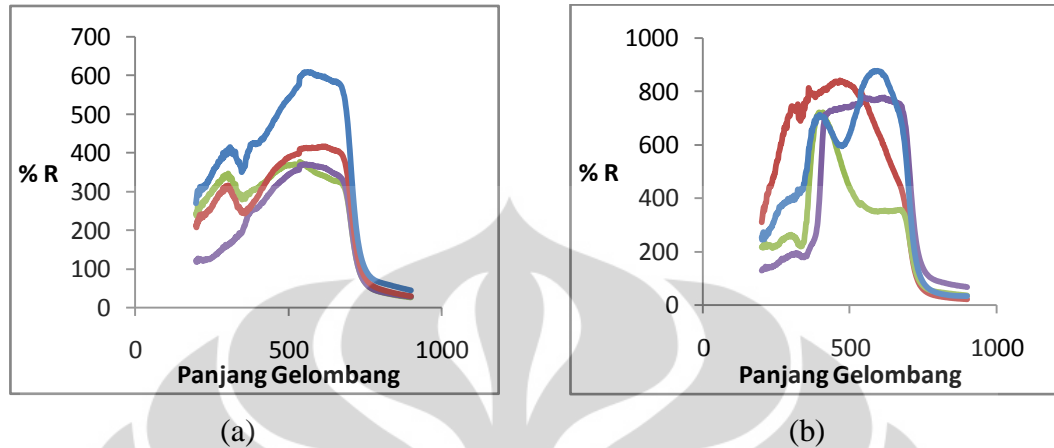


Gambar 7. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 5 menit (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 30 menit



Gambar 8. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 3 jam (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 6 jam

- 3) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 , tegangan 15 Volt, suhu kalsinasi 450°C

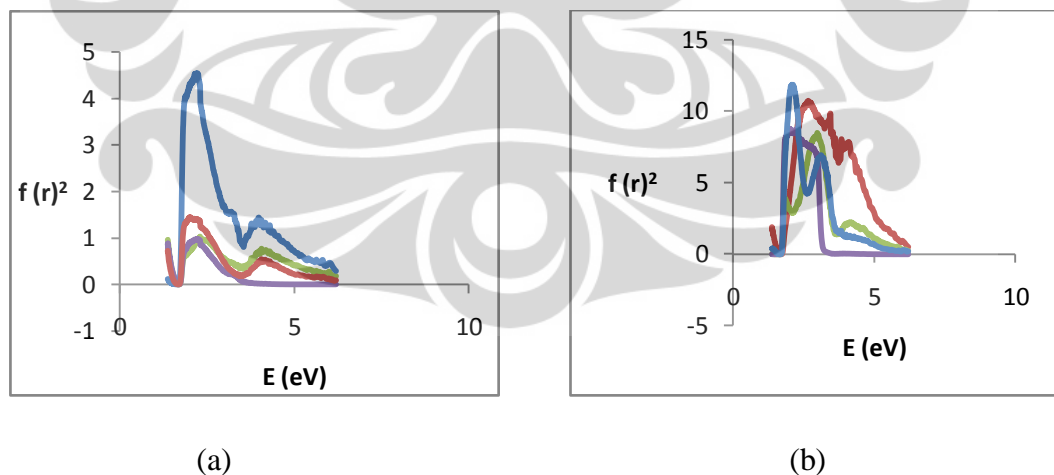


Keterangan:

- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 9. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Reflektan vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

Plot antara $f(r)^2$ sebagai berikut:

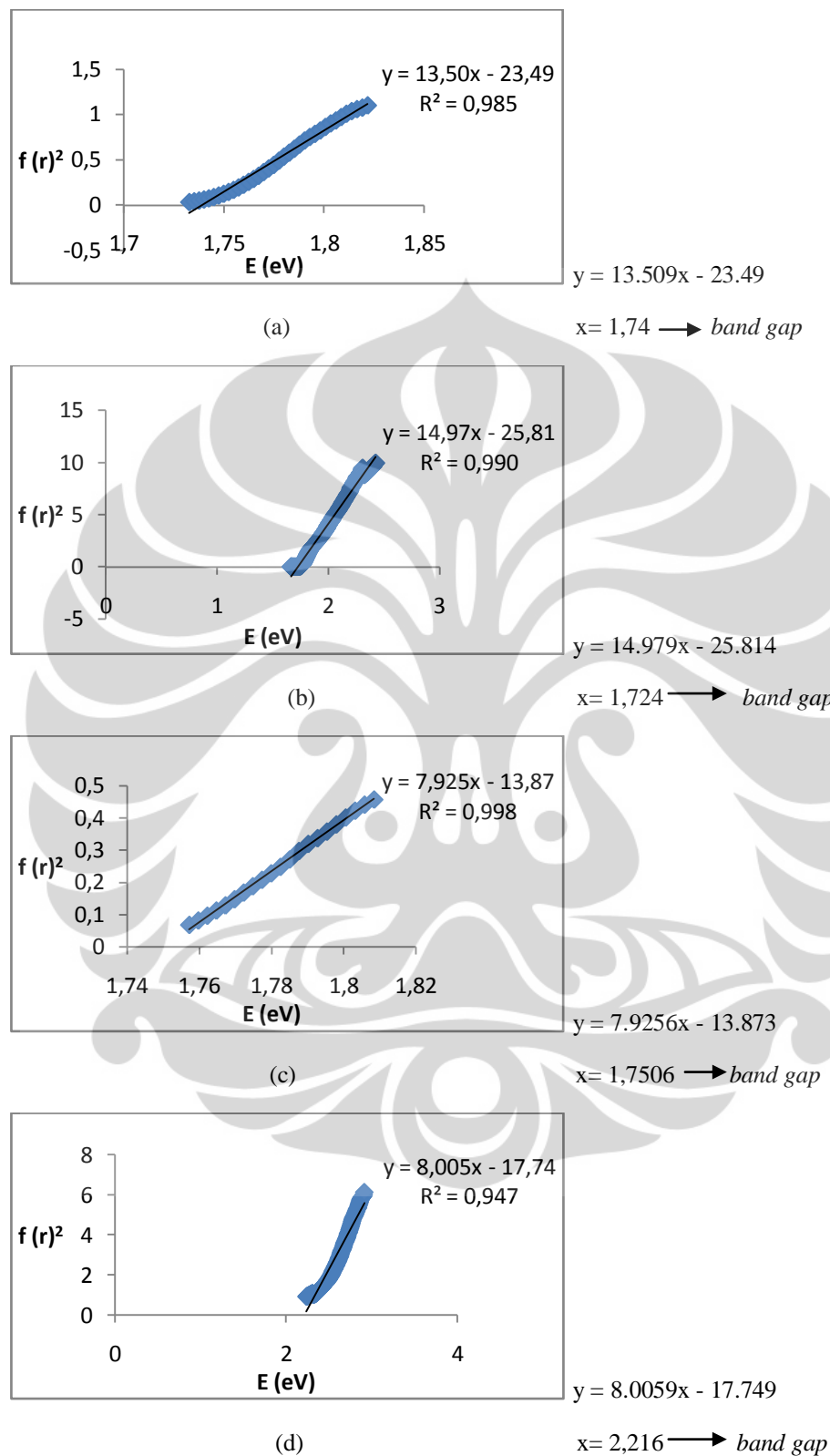


Keterangan:

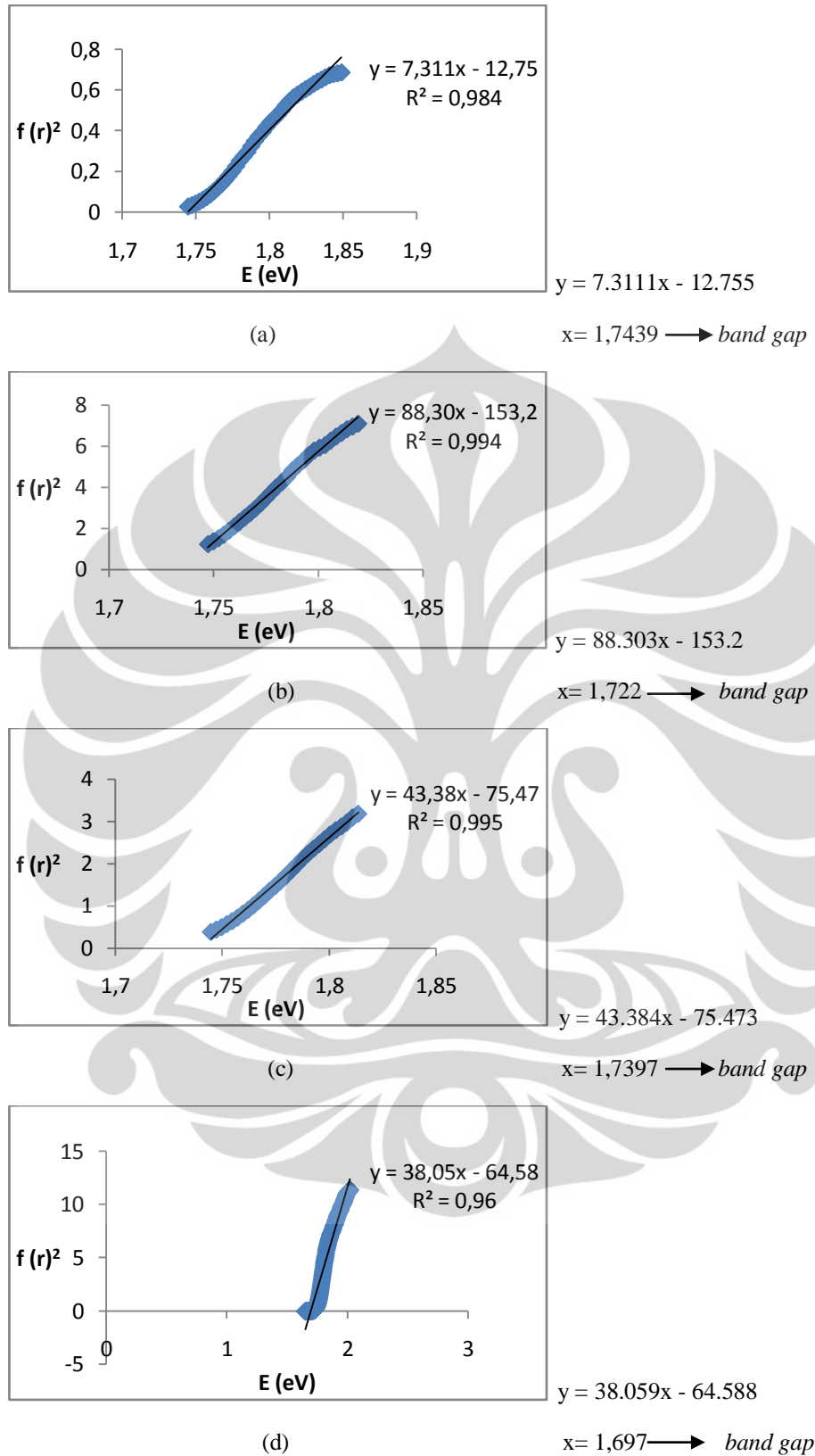
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
- N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 10. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Faktor Kubelka Munk vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

Ekstrapolasi daerah linearnya:

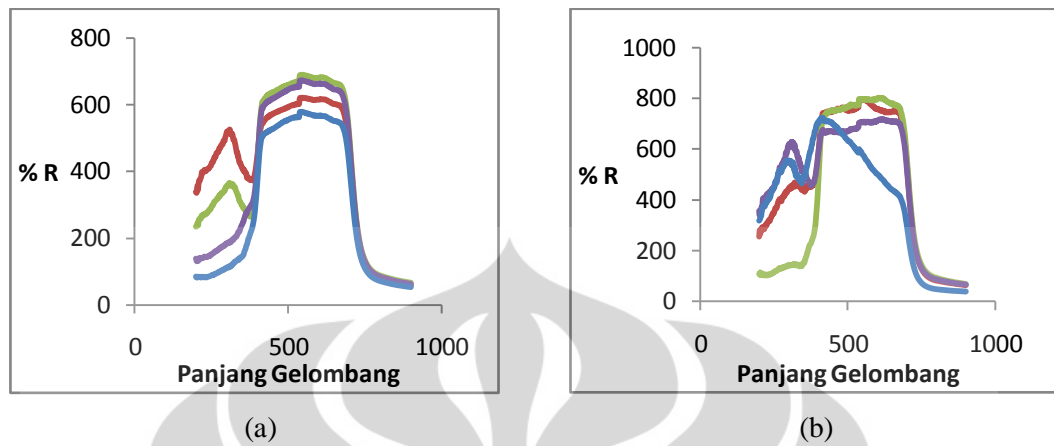


Gambar 11. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 5 menit (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 30 menit



Gambar 12. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 3 jam (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 6 jam

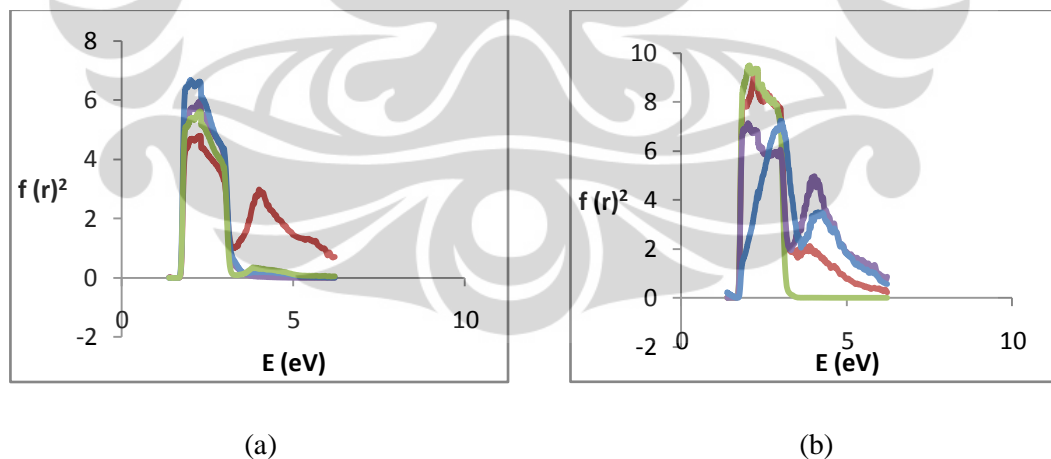
- 4) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 , tegangan 15 Volt, suhu kalsinasi 600°C



Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 13. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Reflektan vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

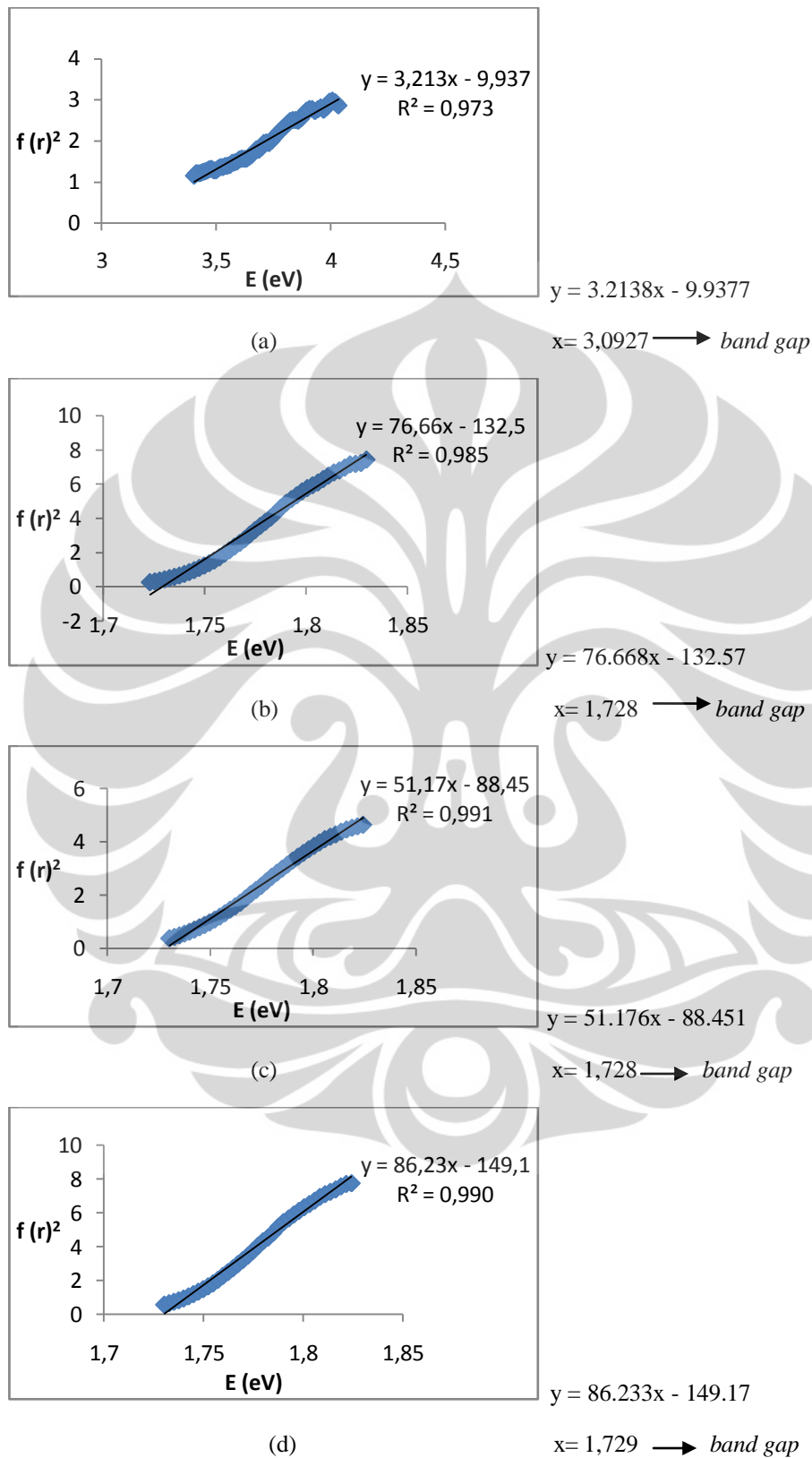
Kurva plot antara $F(r)^2$ dengan $E (h\nu)$ sebagai berikut:



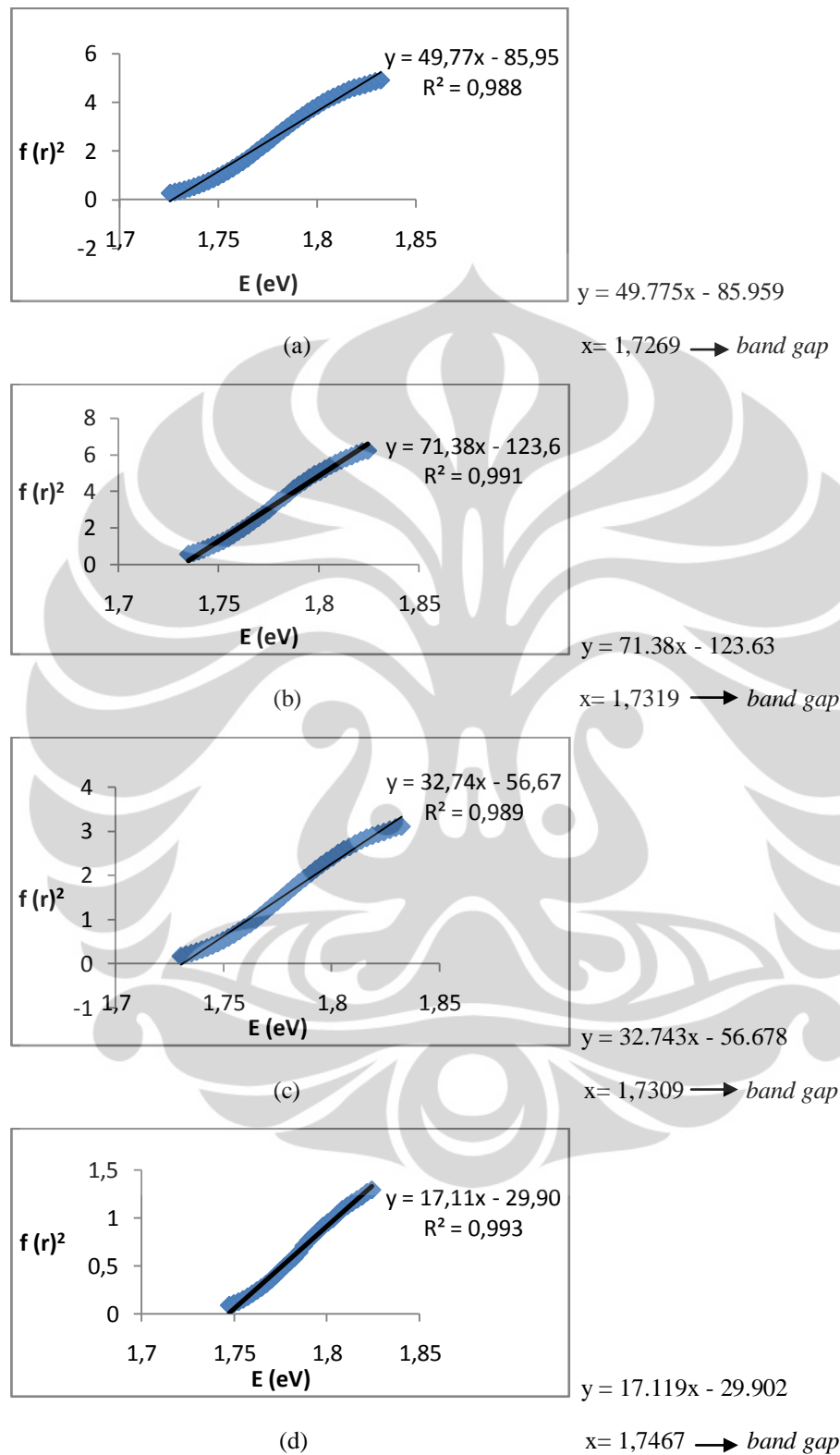
Keterangan: — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 5 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 30 menit
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 3 jam
 — N-TiO₂ yang dianodisasi selama 6 jam

Gambar 14. Spektrum *Diffuse Reflektan* (Faktor Kubelka Munk vs. Panjang Gelombang) pada (a) N-TiO₂ dan (b) TiO₂

Ekstrapolasi daerah linearnya:



Gambar 15. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 5 menit (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu 30 menit

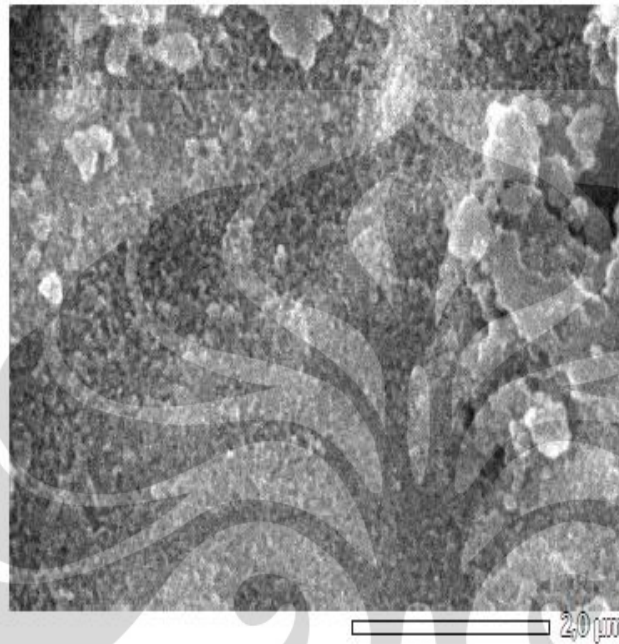


Gambar 16. Ekstrapolasi Garis Linear Kurva Faktor Kubelka Munk vs. Energi (a) N-TiO₂ (b) TiO₂ pada waktu anodisasi 3 jam (c) N-TiO₂ (d) TiO₂ pada waktu anodisasi 6 ja

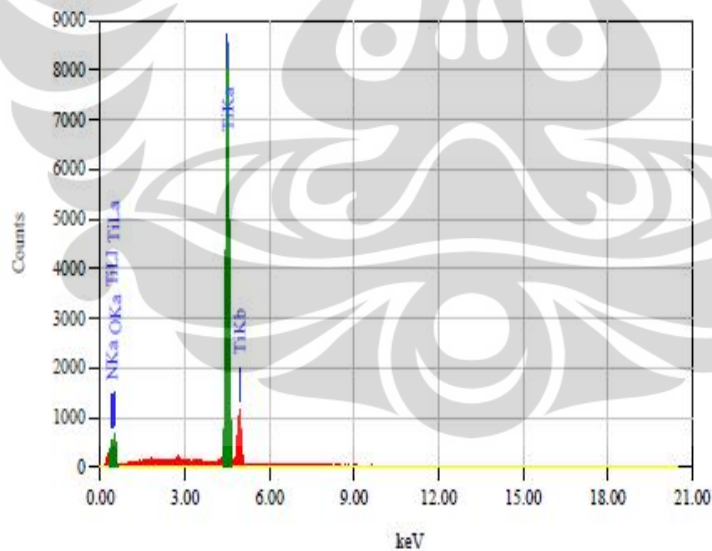
LAMPIRAN 3

Hasil Pengukuran SEM-EDX Untuk N-TiO₂

- 1) N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan HF dalam air dan NH₄NO₃



Title : IMG2
 Instrument :
 Volt : 20,00 kV
 Mag. : x 20,000
 Date : 2012/05/23
 Pixel : 640 x 480

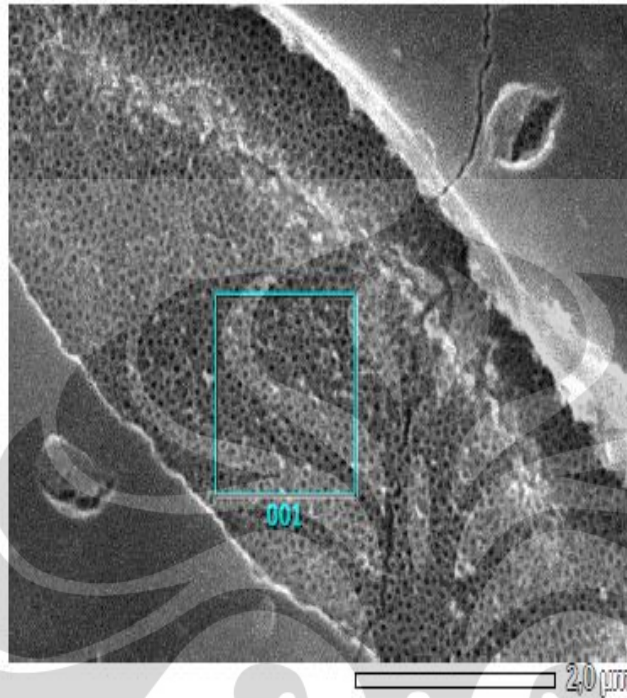


Acquisition Parameter
 Instrument : 6390(LA)
 Acc. Voltage : 20.0 kV
 Probe Current: 1.00000 nA
 PHA mode : T4
 Real Time : 81.73 sec
 Live Time : 50.00 sec
 Dead Time : 38 %
 Counting Rate: 4935 cps
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
 Fitting Coefficient : 0.1696

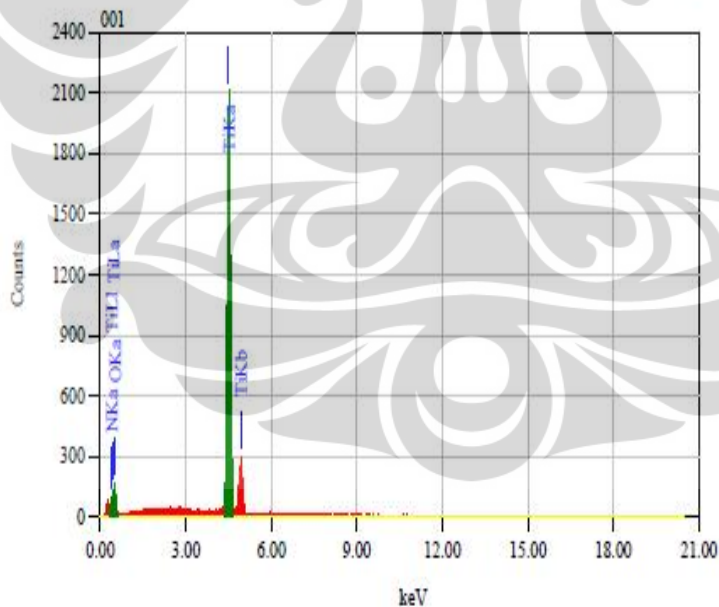
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
N K ⁺	0.392	2.32	0.19	5.26				8.4183
O K ⁺	0.525	22.82	1.13	45.21				5.2664
Ti K	4.508	74.85	0.21	49.53				86.3153
Total		100.00		100.00				

- 2) N-TiO₂ yang dipreparasi anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol dan NH₄NO₃



Title : IMG2

Instrument :
Volt : 20,00 kV
Mag. : x 20,000
Date : 2012/05/23
Pixel : 640 x 480



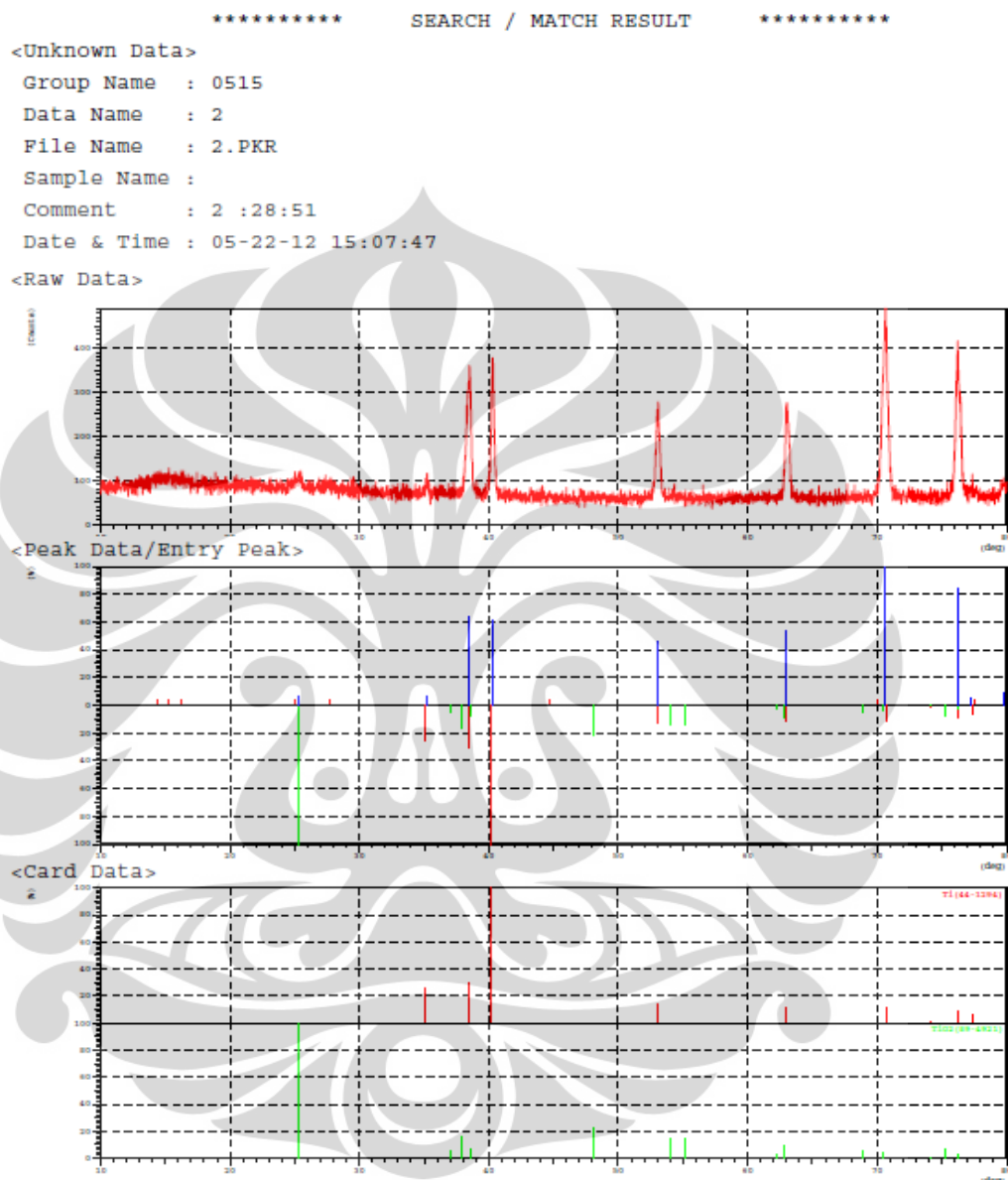
Acquisition Parameter
Instrument : 6390(LA)
Acc. Voltage : 20.0 kV
Probe Current: 1.000000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 38.30 sec
Live Time : 30.00 sec
Dead Time : 21 %
Counting Rate: 1788 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis
Fitting Coefficient : 0.1857

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
N K ^α	0.392	0.33	0.14	0.75				1.2671
O K	0.525	24.67	0.81	49.25				6.2506
Ti K	4.508	75.00	0.16	50.00				92.4823
Total		100.00		100.00				

LAMPIRAN 4

Hasil Karakterisasi XRD



***** SEARCH / MATCH RESULT *****

Group Name : 0515
 Data Name : 2
 File Name : 2.PKR
 Sample Name :
 Comment : 2 :28:51

<Entry Card>

No.	Card	Chemical Formula	S	L	d	I	R
		Chemical Name (Mineral Name)	Dx		WT%	S.G.	
1	44-1294	Ti	0.712	0.889(8/17)	0.881	0.282	0.221
		Titanium		4.51		P63/mmc	
2	89-4921	TiO ₂	0.230	0.357(5/18)	0.762	0.034	0.009
		(Anatase, syn)		3.91		I41/amd	

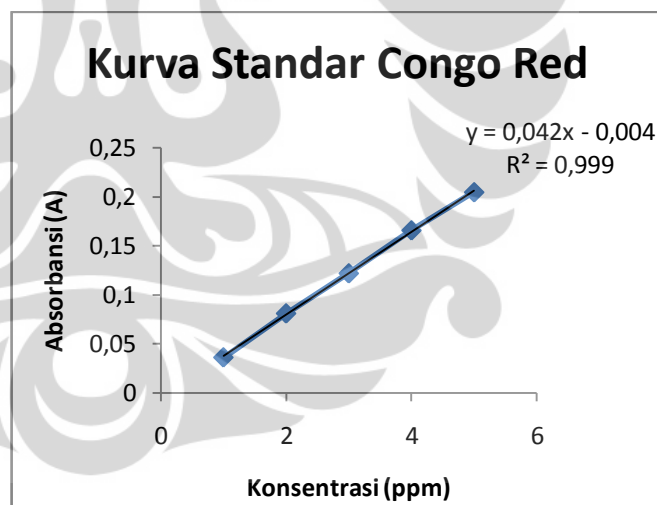
LAMPIRAN 5

Perhitungan Kadar degradasi *Congo Red*

Fotolisis

Waktu (menit)	Absorbansi Fotolisis
0	0.166
5	0.165
10	0.16
20	0.158
30	0.157
40	0.154
50	0.154
60	0.154

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (A)
1	0.036
2	0.081
3	0.122
4	0.166
5	0.205



- 1) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Degradasi Congo red 4ppm

Waktu (menit)	Absorbansi (A)					
	TiO ₂ UV	TiO ₂ Visible	TiO ₂ katalisis	N-TiO ₂ UV	N-TiO ₂ Visible	N-TiO ₂ katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.157	0.156	0.157	0.154	0.152	0.162
10	0.157	0.155	0.156	0.152	0.149	0.156
20	0.156	0.155	0.156	0.149	0.147	0.156
30	0.155	0.155	0.156	0.145	0.143	0.153
40	0.155	0.155	0.152	0.141	0.143	0.152
50	0.151	0.152	0.152	0.137	0.143	0.152
60	0.15	0.151	0.152	0.133	0.143	0.152

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C TiO ₂ Visible (ppm)	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ Visible	C/C0 TiO ₂ UV	C/C0 TiO ₂ Visible	C/Co N-TiO ₂ UV	C/Co N-TiO ₂ Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.83	3.8	3.76	3.71	0.95	0.94	0.93	0.92
10	3.83	3.78	3.71	3.64	0.95	0.94	0.92	0.9
20	3.8	3.78	3.64	3.59	0.94	0.94	0.9	0.89
30	3.78	3.78	3.54	3.5	0.94	0.94	0.88	0.87
40	3.78	3.78	3.45	3.5	0.94	0.94	0.85	0.87
50	3.69	3.71	3.35	3.5	0.91	0.92	0.83	0.87
60	3.66	3.69	3.26	3.5	0.91	0.91	0.81	0.87

- 2) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi (A)					
	TiO ₂ UV	TiO ₂ Visible	TiO ₂ katalisis	N-TiO ₂ UV	N-TiO ₂ Visible	N-TiO ₂ katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.158	0.154	0.162	0.147	0.148	0.161
10	0.155	0.154	0.162	0.146	0.148	0.16
20	0.151	0.154	0.162	0.141	0.148	0.159
30	0.144	0.154	0.162	0.137	0.145	0.159
40	0.141	0.154	0.162	0.13	0.132	0.152
50	0.138	0.15	0.161	0.125	0.126	0.15
60	0.133	0.15	0.153	0.122	0.126	0.15

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ Visible	C/C0 TiO ₂ UV	C/C0 TiO ₂ Visible	C/Co N-TiO ₂ UV	C/Co N-TiO ₂ Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.85	3.76	3.59	3.62	0.95	0.93	0.88	0.90
10	3.78	3.76	3.57	3.62	0.94	0.93	0.88	0.90
20	3.69	3.76	3.45	3.62	0.91	0.93	0.85	0.90
30	3.52	3.76	3.35	3.54	0.87	0.93	0.83	0.90
40	3.45	3.76	3.19	3.24	0.85	0.93	0.79	0.80
50	3.38	3.66	3.07	3.09	0.84	0.91	0.76	0.77
60	3.26	3.66	3	3.09	0.81	0.91	0.74	0.77

- 3) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi (A)					
	TiO_2 UV	TiO_2 Visible	TiO_2 katalisis	N- TiO_2 UV	N- TiO_2 Visible	N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.157	0.164	0.163	0.149	0.152	0.164
10	0.157	0.162	0.163	0.149	0.149	0.164
20	0.155	0.162	0.163	0.143	0.144	0.164
30	0.155	0.162	0.163	0.138	0.143	0.164
40	0.152	0.161	0.164	0.132	0.139	0.163
50	0.152	0.159	0.165	0.13	0.135	0.163
60	0.149	0.159	0.164	0.127	0.132	0.164

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
	0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1
5	3.83	3.99	3.64	3.71	0.95	0.99	0.90	0.92
10	3.83	3.95	3.64	3.64	0.95	0.98	0.90	0.90
20	3.78	3.95	3.50	3.52	0.94	0.98	0.87	0.87
30	3.78	3.95	3.38	3.50	0.94	0.98	0.84	0.87
40	3.71	3.92	3.24	3.40	0.92	0.97	0.80	0.84
50	3.71	3.88	3.19	3.31	0.92	0.96	0.79	0.82
60	3.64	3.88	3.12	3.24	0.90	0.96	0.77	0.80

- 4) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.166	0.165	0.165	0.152	0.159	0.159
10	0.166	0.165	0.165	0.152	0.153	0.159
20	0.166	0.161	0.165	0.15	0.151	0.159
30	0.153	0.158	0.165	0.148	0.149	0.159
40	0.153	0.158	0.165	0.148	0.149	0.159
50	0.153	0.157	0.164	0.146	0.145	0.164
60	0.151	0.153	0.155	0.146	0.145	0.158

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	4.04	4.02	3.71	3.87	0.95	0.99	0.90	0.92
10	4.040	4.02	3.71	3.73	0.95	0.98	0.90	0.90
20	4.04	3.92	3.66	3.69	0.94	0.98	0.87	0.87
30	3.73	3.85	3.62	3.64	0.936	0.98	0.84	0.87
40	3.73	3.85	3.62	3.64	0.92	0.97	0.80	0.84
50	3.73	3.83	3.57	3.54	0.92	0.96	0.79	0.82
60	3.69	3.73	3.57	3.54	0.90	0.96	0.77	0.80

- 5) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.152	0.161	0.157	0.149	0.159	0.164
10	0.152	0.156	0.152	0.149	0.156	0.164
20	0.147	0.15	0.151	0.147	0.152	0.162
30	0.145	0.148	0.151	0.144	0.139	0.162
40	0.143	0.143	0.151	0.14	0.137	0.162
50	0.141	0.14	0.151	0.14	0.137	0.162
60	0.139	0.136	0.151	0.134	0.134	0.162

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/C0 N- TiO_2 UV	C/C0 N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.71	3.92	3.64	3.87	0.92	0.97	0.90	0.96
10	3.71	3.80	3.64	3.80	0.92	0.94	0.90	0.94
20	3.59	3.66	3.59	3.71	0.89	0.91	0.89	0.92
30	3.54	3.62	3.52	3.40	0.88	0.90	0.87	0.84
40	3.50	3.50	3.43	3.35	0.87	0.87	0.85	0.83
50	3.45	3.43	3.43	3.35	0.85	0.85	0.85	0.83
60	3.40	3.33	3.28	3.28	0.84	0.82	0.81	0.81

- 6) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.155	0.159	0.155	0.153	0.157	0.162
10	0.155	0.157	0.155	0.153	0.153	0.16
20	0.15	0.155	0.154	0.15	0.147	0.16
30	0.146	0.149	0.153	0.141	0.144	0.157
40	0.144	0.148	0.152	0.136	0.139	0.156
50	0.143	0.147	0.152	0.131	0.137	0.156
60	0.139	0.144	0.152	0.13	0.129	0.156

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/Co TiO_2 UV	C/Co TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.78	3.87	3.73	3.83	0.94	0.96	0.92	0.95
10	3.78	3.83	3.73	3.73	0.94	0.95	0.92	0.92
20	3.66	3.78	3.66	3.59	0.91	0.94	0.91	0.89
30	3.57	3.64	3.45	3.52	0.88	0.91	0.85	0.87
40	3.52	3.62	3.33	3.40	0.87	0.90	0.82	0.84
50	3.504	3.59	3.2	3.36	0.87	0.89	0.80	0.83
60	3.40	3.52	3.19	3.17	0.84	0.87	0.79	0.78

- 7) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.157	0.155	0.159	0.15	0.157	0.163
10	0.154	0.158	0.159	0.148	0.154	0.158
20	0.15	0.157	0.16	0.143	0.149	0.156
30	0.143	0.156	0.16	0.136	0.147	0.155
40	0.137	0.15	0.16	0.131	0.142	0.154
50	0.134	0.15	0.16	0.126	0.139	0.152
60	0.129	0.144	0.16	0.12	0.138	0.152

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.83	3.78	3.66	3.83	0.95	0.94	0.91	0.95
10	3.76	3.85	3.62	3.76	0.93	0.95	0.90	0.93
20	3.66	3.83	3.50	3.64	0.91	0.95	0.87	0.90
30	3.50	3.80	3.33	3.59	0.87	0.94	0.82	0.89
40	3.36	3.66	3.21	3.47	0.83	0.91	0.80	0.86
50	3.28	3.66	3.103	3.40	0.81	0.91	0.77	0.84
60	3.17	3.52	2.95	3.38	0.78	0.87	0.73	0.84

- 8) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.155	0.147	0.16	0.162	0.153	0.155
10	0.155	0.147	0.16	0.161	0.151	0.155
20	0.149	0.147	0.16	0.161	0.151	0.149
30	0.143	0.145	0.16	0.161	0.145	0.146
40	0.137	0.144	0.16	0.161	0.149	0.144
50	0.132	0.143	0.16	0.161	0.152	0.142
60	0.125	0.136	0.16	0.161	0.149	0.142

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.049	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.78	3.59	3.95	3.73	0.94	0.89	0.98	0.92
10	3.78	3.59	3.92	3.69	0.94	0.89	0.97	0.91
20	3.64	3.59	3.92	3.69	0.90	0.89	0.97	0.91
30	3.50	3.54	3.92	3.54	0.87	0.88	0.97	0.88
40	3.36	3.52	3.92	3.64	0.83	0.87	0.97	0.90
50	3.24	3.50	3.92	3.71	0.80	0.87	0.97	0.92
60	3.07	3.33	3.92	3.64	0.76	0.82	0.97	0.90

- 9) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.153	0.162	0.153	0.149	0.162	0.16
10	0.153	0.163	0.153	0.149	0.162	0.162
20	0.153	0.163	0.152	0.148	0.155	0.16
30	0.151	0.162	0.152	0.147	0.154	0.16
40	0.148	0.163	0.152	0.144	0.148	0.161
50	0.148	0.163	0.152	0.143	0.148	0.161
60	0.146	0.163	0.152	0.138	0.147	0.16

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.73	3.95	3.64	3.95	0.92	0.98	0.90	0.98
10	3.73	3.97	3.64	3.95	0.92	0.98	0.90	0.98
20	3.73	3.97	3.62	3.78	0.92	0.98	0.90	0.93
30	3.69	3.95	3.59	3.76	0.91	0.98	0.88	0.93
40	3.62	3.97	3.52	3.62	0.90	0.98	0.87	0.90
50	3.62	3.97	3.50	3.62	0.90	0.98	0.87	0.90
60	3.57	3.97	3.38	3.59	0.88	0.98	0.84	0.89

- 10) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.159	0.158	0.159	0.163	0.166	0.164
10	0.158	0.161	0.162	0.162	0.163	0.163
20	0.154	0.161	0.161	0.159	0.163	0.163
30	0.151	0.161	0.161	0.157	0.16	0.161
40	0.145	0.161	0.161	0.153	0.16	0.161
50	0.143	0.159	0.161	0.153	0.159	0.161
60	0.135	0.159	0.161	0.151	0.147	0.16

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/C0 N- TiO_2 UV	C/C0 N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.87	3.85	3.97	4.04	0.96	0.95	0.98	1
10	3.85	3.92	3.95	3.97	0.95	0.97	0.98	0.98
20	3.76	3.92	3.88	3.97	0.93	0.97	0.96	0.98
30	3.69	3.92	3.83	3.90	0.91	0.97	0.95	0.97
40	3.54	3.92	3.73	3.90	0.88	0.97	0.92	0.97
50	3.50	3.87	3.73	3.87	0.87	0.96	0.92	0.96
60	3.31	3.87	3.69	3.59	0.82	0.96	0.91	0.89

- 11) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.163	0.162	0.165	0.156	0.16	0.158
10	0.163	0.162	0.165	0.149	0.156	0.158
20	0.163	0.162	0.165	0.145	0.156	0.161
30	0.16	0.162	0.166	0.142	0.152	0.158
40	0.158	0.162	0.166	0.137	0.152	0.158
50	0.158	0.159	0.166	0.132	0.151	0.158
60	0.151	0.158	0.166	0.129	0.15	0.158

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.97	3.95	3.80	3.90	0.98	0.98	0.94	0.97
10	3.97	3.95	3.65	3.80	0.98	0.98	0.90	0.94
20	3.97	3.95	3.54	3.80	0.98	0.98	0.88	0.94
30	3.90	3.95	3.47	3.71	0.97	0.98	0.86	0.92
40	3.85	3.95	3.35	3.71	0.95	0.98	0.83	0.92
50	3.85	3.87	3.24	3.69	0.95	0.96	0.80	0.91
60	3.69	3.85	3.17	3.66	0.91	0.95	0.78	0.91

- 12) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.159	0.161	0.16	0.155	0.159	0.163
10	0.159	0.161	0.16	0.155	0.158	0.163
20	0.154	0.161	0.16	0.151	0.155	0.162
30	0.152	0.161	0.159	0.145	0.152	0.159
40	0.148	0.161	0.159	0.143	0.152	0.159
50	0.144	0.16	0.159	0.137	0.152	0.16
60	0.143	0.159	0.159	0.132	0.15	0.16

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/C0 N- TiO_2 UV	C/C0 N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.87	3.92	3.78	3.87	0.96	0.97	0.94	0.96
10	3.87	3.92	3.78	3.85	0.96	0.97	0.94	0.95
20	3.76	3.92	3.69	3.78	0.93	0.97	0.91	0.94
30	3.71	3.92	3.54	3.71	0.93	0.97	0.88	0.92
40	3.62	3.92	3.50	3.71	0.90	0.97	0.87	0.92
50	3.52	3.90	3.35	3.71	0.87	0.97	0.83	0.92
60	3.50	3.87	3.24	3.66	0.87	0.96	0.80	0.91

- 13) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.162	0.156	0.164	0.16	0.15	0.166
10	0.162	0.156	0.163	0.16	0.15	0.166
20	0.16	0.156	0.163	0.159	0.148	0.166
30	0.158	0.153	0.163	0.157	0.144	0.166
40	0.153	0.151	0.163	0.155	0.142	0.166
50	0.151	0.15	0.162	0.153	0.136	0.165
60	0.149	0.15	0.159	0.15	0.135	0.165

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/C0 N- TiO_2 UV	C/C0 N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.95	3.80	3.90	3.66	0.98	0.94	0.97	0.91
10	3.95	3.80	3.90	3.66	0.98	0.94	0.97	0.91
20	3.90	3.80	3.87	3.62	0.97	0.94	0.96	0.90
30	3.85	3.73	3.83	3.52	0.95	0.92	0.95	0.87
40	3.73	3.69	3.78	3.47	0.92	0.91	0.94	0.86
50	3.69	3.66	3.73	3.33	0.91	0.91	0.92	0.82
60	3.64	3.66	3.66	3.31	0.90	0.91	0.91	0.82

- 14) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.161	0.157	0.163	0.161	0.151	0.166
10	0.16	0.156	0.163	0.16	0.149	0.166
20	0.157	0.156	0.163	0.156	0.148	0.166
30	0.154	0.151	0.161	0.153	0.147	0.166
40	0.15	0.151	0.16	0.15	0.146	0.166
50	0.147	0.149	0.16	0.145	0.144	0.166
60	0.144	0.147	0.16	0.141	0.142	0.166

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.92	3.83	3.92	3.69	0.97	0.95	0.97	0.91
10	3.90	3.80	3.90	3.64	0.97	0.94	0.97	0.90
20	3.83	3.80	3.80	3.62	0.95	0.94	0.94	0.90
30	3.76	3.69	3.73	3.59	0.93	0.91	0.92	0.89
40	3.66	3.69	3.66	3.57	0.91	0.91	0.91	0.88
50	3.59	3.64	3.54	3.52	0.89	0.90	0.88	0.87
60	3.52	3.59	3.45	3.47	0.87	0.89	0.85	0.86

- 15) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.147	0.159	0.163	0.157	0.152	0.164
10	0.144	0.159	0.163	0.155	0.152	0.164
20	0.142	0.155	0.163	0.148	0.151	0.164
30	0.134	0.153	0.163	0.144	0.15	0.164
40	0.127	0.148	0.163	0.142	0.148	0.164
50	0.123	0.145	0.163	0.138	0.146	0.164
60	0.118	0.145	0.163	0.134	0.145	0.164

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/Co N- TiO_2 UV	C/Co N- TiO_2 Visible
0	4.09	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.59	3.87	3.83	3.71	0.89	0.96	0.95	0.92
10	3.52	3.87	3.78	3.71	0.87	0.96	0.94	0.92
20	3.47	3.78	3.62	3.69	0.86	0.94	0.90	0.91
30	3.28	3.73	3.52	3.66	0.81	0.92	0.87	0.91
40	3.12	3.62	3.47	3.62	0.77	0.90	0.86	0.90
50	3.02	3.54	3.38	3.57	0.75	0.88	0.84	0.88
60	2.91	3.54	3.28	3.54	0.72	0.88	0.81	0.88

- 16) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	Absorbansi TiO_2 UV	Absorbansi TiO_2 Visible	Absorbansi TiO_2 katalisis	Absorbansi N- TiO_2 UV	Absorbansi N- TiO_2 Visible	Absorbansi N- TiO_2 katalisis
0	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166	0.166
5	0.151	0.154	0.163	0.155	0.148	0.163
10	0.148	0.152	0.161	0.153	0.148	0.163
20	0.145	0.154	0.163	0.146	0.148	0.162
30	0.139	0.154	0.163	0.139	0.146	0.162
40	0.133	0.15	0.162	0.133	0.141	0.162
50	0.13	0.147	0.16	0.125	0.141	0.162
60	0.127	0.143	0.16	0.121	0.138	0.162

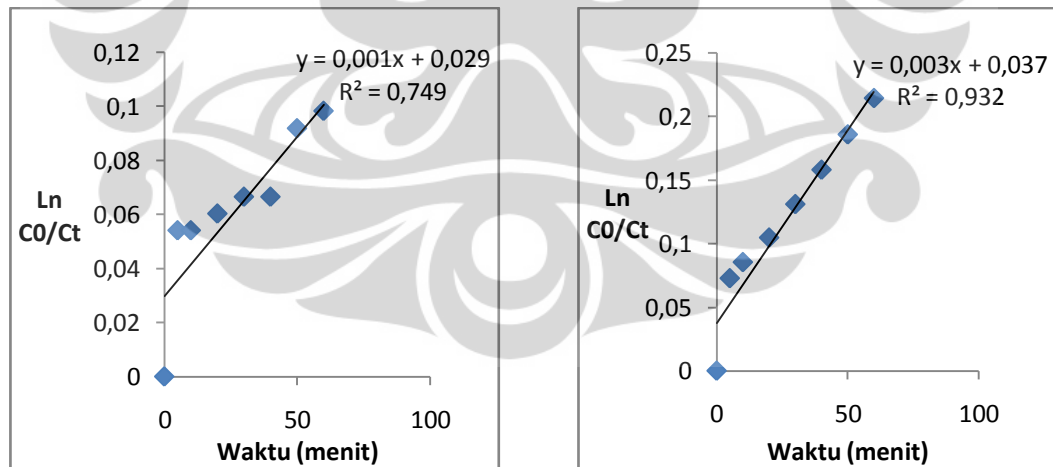
Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C TiO_2 Visible	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2 Visible	C/C0 TiO_2 UV	C/C0 TiO_2 Visible	C/C0 N- TiO_2 UV	C/C0 N- TiO_2 Visible
0	4.04	4.04	4.04	4.04	1	1	1	1
5	3.69	3.76	3.78	3.62	0.91	0.93	0.94	0.90
10	3.62	3.71	3.73	3.62	0.90	0.92	0.92	0.90
20	3.54	3.76	3.57	3.62	0.88	0.93	0.88	0.90
30	3.40	3.76	3.40	3.57	0.84	0.93	0.84	0.88
40	3.26	3.66	3.26	3.45	0.81	0.91	0.81	0.85
50	3.19	3.59	3.07	3.45	0.79	0.89	0.76	0.85
60	3.12	3.50	2.98	3.38	0.78	0.87	0.74	0.84

LAMPIRAN 6

Hasil Analisa Kinetika Langmuir-Hinshelwood

- 1) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln C_0/Ct	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2/C_0	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C}_0$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.83	1.06	0.05	3.76	1.08	0.07
10	3.833	1.06	0.05	3.71	1.09	0.09
20	3.80	1.06	0.06	3.64	1.11	0.11
30	3.78	1.07	0.07	3.54	1.14	0.13
40	3.78	1.07	0.07	3.45	1.17	0.16
50	3.69	1.10	0.09	3.35	1.20	0.19
60	3.66	1.10	0.10	3.26	1.24	0.22

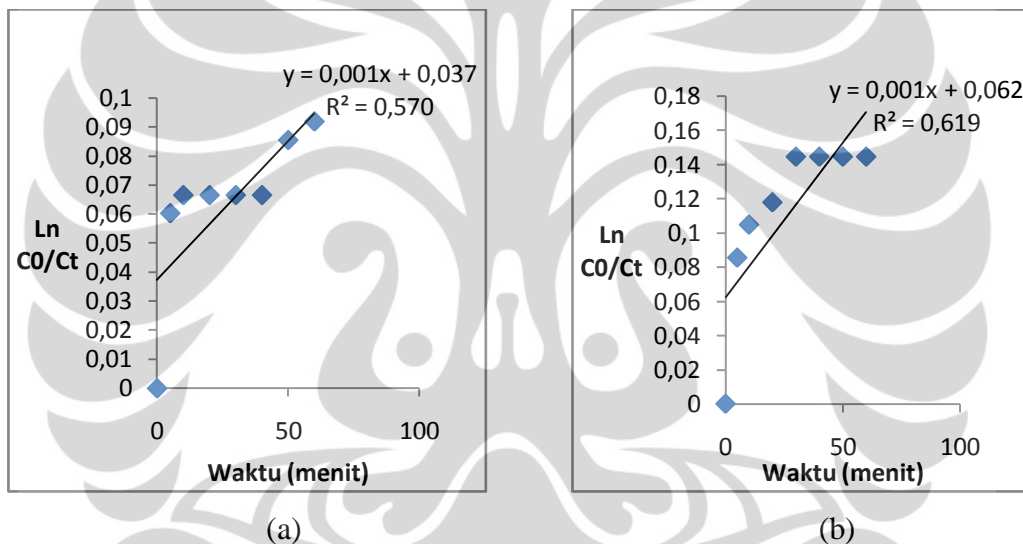


(a)

(b)

Gambar 1. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.80	1.06	0.06	3.71	1.09	0.09
10	3.78	1.07	0.07	3.64	1.11	0.11
20	3.78	1.07	0.07	3.59	1.13	0.12
30	3.78	1.07	0.07	3.50	1.16	0.15
40	3.78	1.07	0.07	3.50	1.16	0.15
50	3.71	1.09	0.09	3.50	1.16	0.15
60	3.69	1.10	0.09	3.50	1.16	0.15

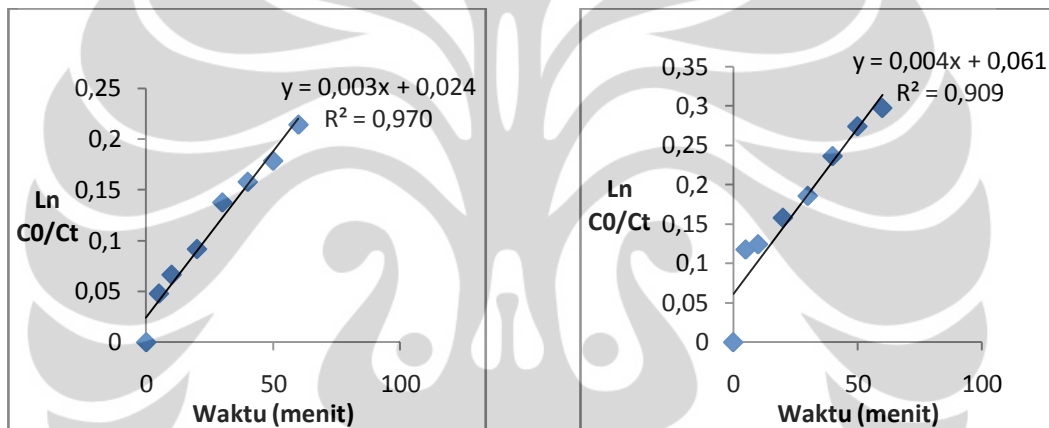


Gambar 2. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0012
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,003
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0018

- 2) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2/C_0	Ln C_0/C_t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.85	1.05	0.05	3.59	1.13	0.12
10	3.78	1.07	0.07	3.57	1.13	0.12
20	3.69	1.10	0.09	3.45	1.17	0.16
30	3.52	1.15	0.14	3.36	1.20	0.19
40	3.45	1.17	0.16	3.19	1.27	0.24
50	3.38	1.20	0.18	3.07	1.32	0.27
60	3.26	1.24	0.22	3	1.35	0.30

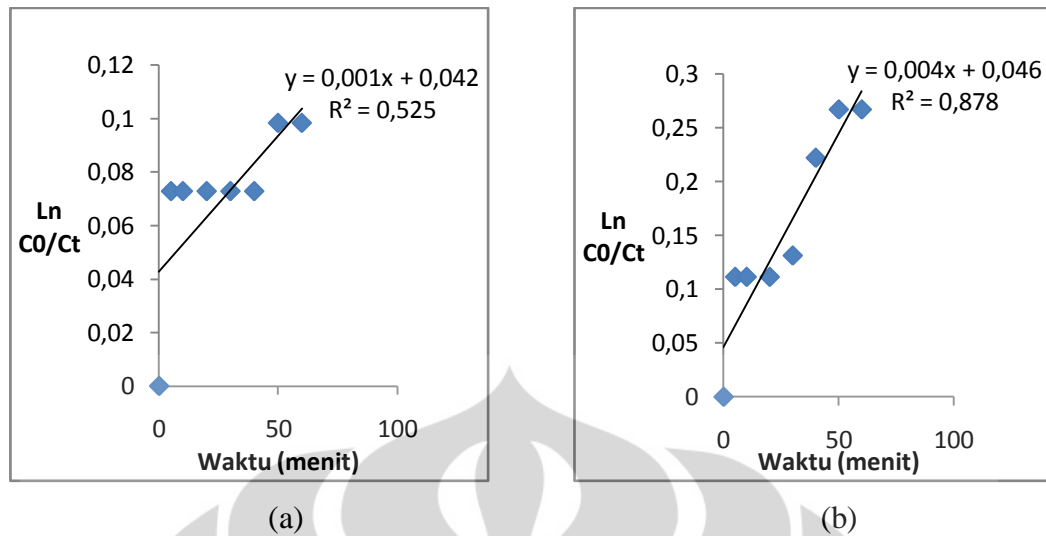


(a)

(b)

Gambar 3. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N- TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 Visible	C N- TiO_2/C_0	Ln C_0/C_t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
10	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
20	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
30	3.76	1.08	0.07	3.54	1.14	0.13
40	3.76	1.08	0.07	3.24	1.25	0.22
50	3.66	1.10	0.10	3.10	1.31	0.27
60	3.66	1.10	0.10	3.10	1.31	0.27

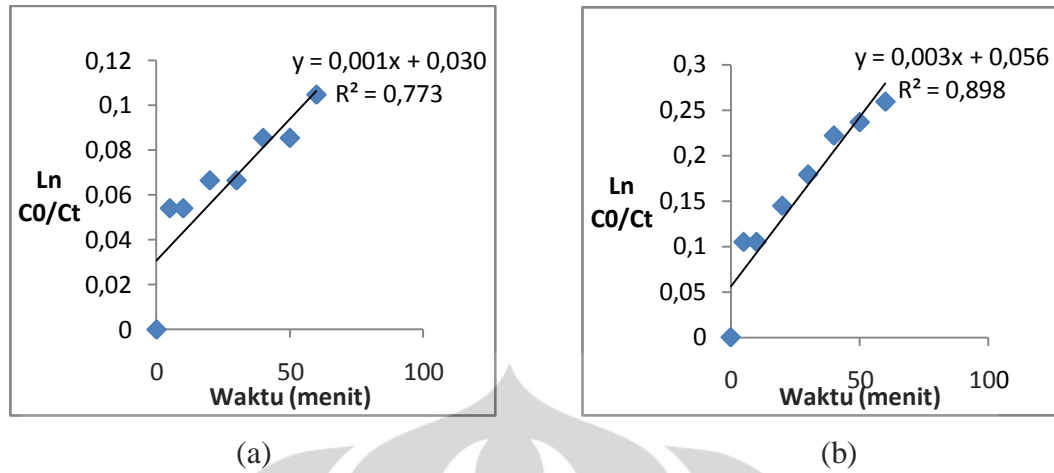


Gambar 4. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO_2 + UV	0,0033
Congo Red + N-TiO_2 + UV	0,0042
Congo Red + TiO_2 + Visible	0,001
Congo Red + N-TiO_2 + Visible	0,004

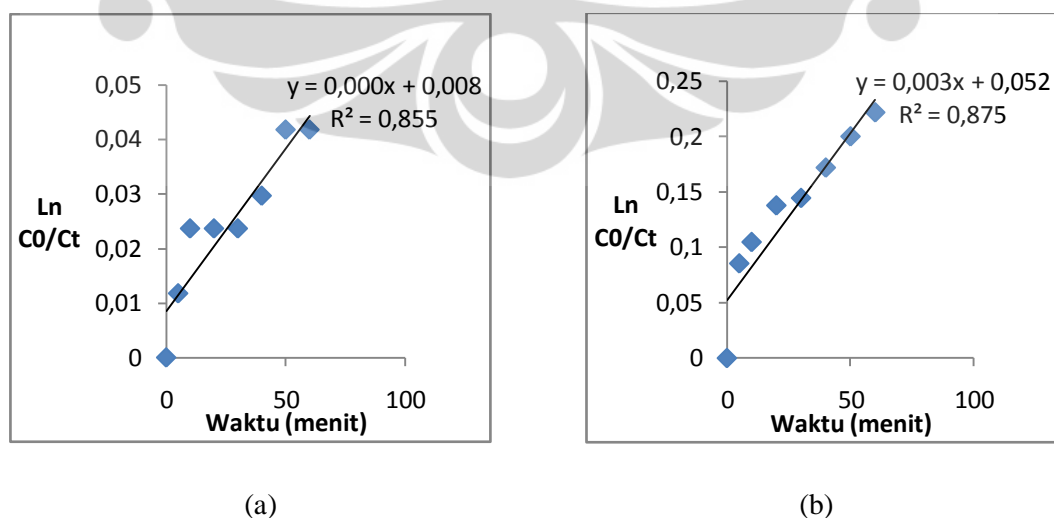
3) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/C_t$	Ln C_0/C_t	C N-TiO_2 UV	C $\text{N-TiO}_2/C_0$	Ln $C \text{ N-TiO}_2/C_0$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.83	1.06	0.05	3.64	1.11	0.11
10	3.83	1.06	0.05	3.64	1.11	0.11
20	3.78	1.07	0.07	3.50	1.16	0.15
30	3.78	1.07	0.07	3.38	1.20	0.18
40	3.71	1.09	0.09	3.24	1.25	0.22
50	3.71	1.09	0.09	3.19	1.27	0.24
60	3.64	1.11	0.11	3.12	1.30	0.26



Gambar 5. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N-TiO_2 Visible	C $\text{N-TiO}_2/\text{C0}$	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.99	1.01	0.01	3.71	1.09	0.09
10	3.95	1.02	0.02	3.64	1.11	0.11
20	3.95	1.02	0.02	3.52	1.15	0.14
30	3.95	1.02	0.02	3.50	1.16	0.15
40	3.92	1.03	0.03	3.40	1.19	0.17
50	3.87	1.04	0.04	3.31	1.22	0.20
60	3.87	1.04	0.04	3.24	1.25	0.22

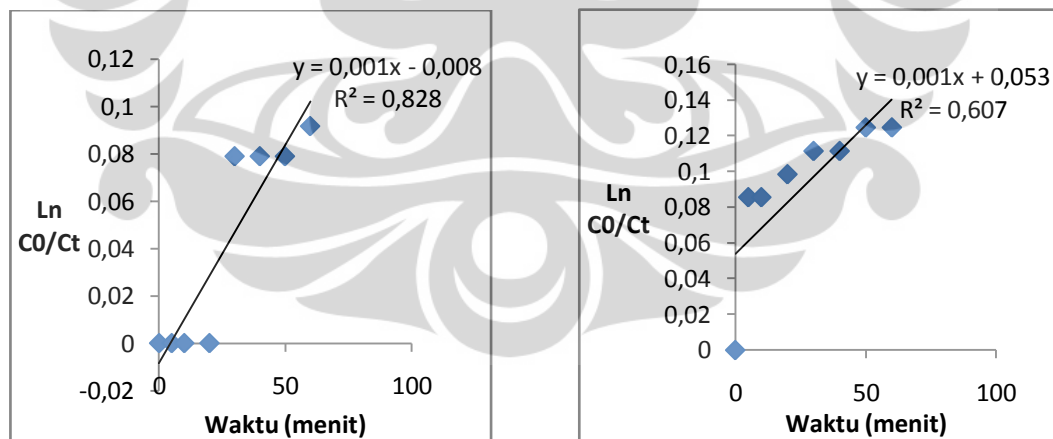


Gambar 6. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0013
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0037
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0006
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,003

4) Anodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	4.04	1	0	3.71	1.09	0.09
10	4.04	1	0	3.71	1.09	0.09
20	4.04	1	0	3.66	1.10	0.10
30	3.73	1.08	0.08	3.62	1.12	0.11
40	3.73	1.08	0.08	3.62	1.12	0.11
50	3.73	1.08	0.08	3.57	1.13	0.13
60	3.69	1.10	0.09	3.57	1.13	0.13

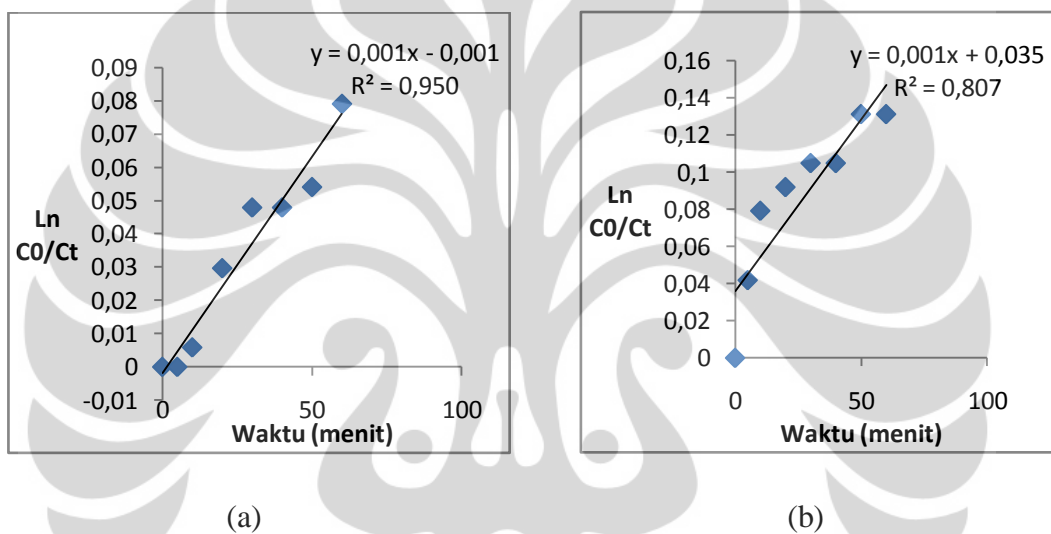


(a)

(b)

Gambar 7. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C ₀ /C _t	Ln C ₀ /C _t	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C ₀	Ln C _{N-TiO₂} /C ₀
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	4.02	1.01	0	3.87	1.04	0.04
10	4.02	1.01	0.01	3.73	1.08	0.08
20	3.92	1.03	0.03	3.69	1.10	0.09
30	3.85	1.05	0.05	3.64	1.11	0.11
40	3.85	1.05	0.05	3.64	1.11	0.11
50	3.83	1.06	0.05	3.54	1.14	0.13
60	3.87	1.04	0.04	3.24	1.25	0.22

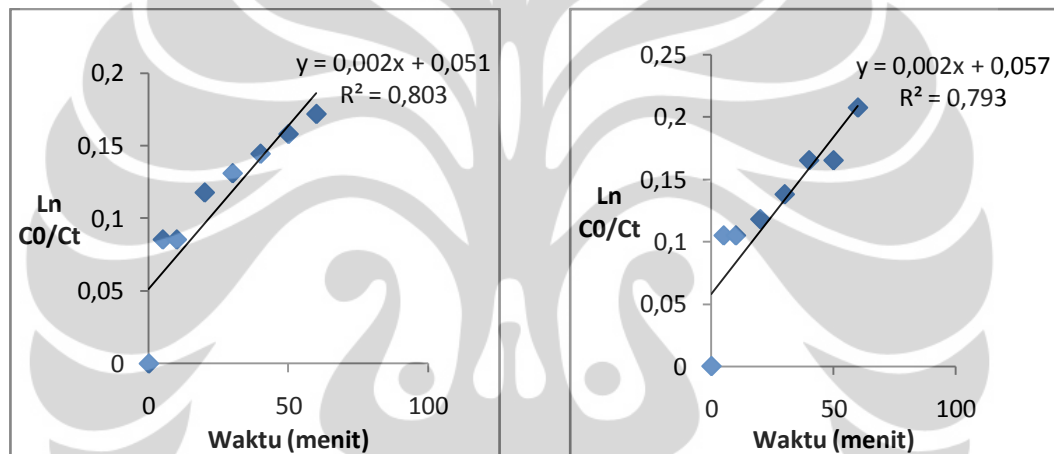


Gambar 8. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,001
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,001

5) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2/C_0	LnCN- TiO_2/C_0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.71	1.09	0.09	3.64	1.11	0.11
10	3.71	1.09	0.09	3.64	1.11	0.11
20	3.59	1.13	0.12	3.59	1.13	0.12
30	3.54	1.14	0.13	3.52	1.15	0.14
40	3.50	1.16	0.15	3.43	1.8	0.17
50	3.45	1.17	0.16	3.43	1.18	0.17
60	3.40	1.19	0.17	3.28	1.23	0.21

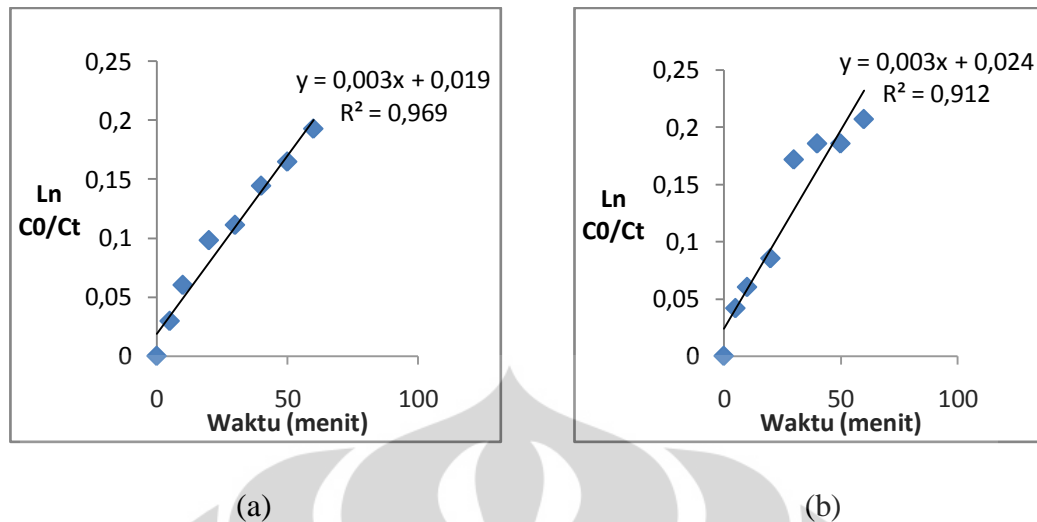


(a)

(b)

Gambar 9. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N- TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 Visible	C N- TiO_2/C_0	LnCN- TiO_2/C_0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.92	1.03	0.03	3.87	1.04	0.04
10	3.80	1.06	0.06	3.80	1.06	0.06
20	3.66	1.10	0.10	3.71	1.09	0.09
30	3.62	1.12	0.11	3.40	1.19	0.17
40	3.50	1.16	0.15	3.36	1.20	0.19
50	3.43	1.18	0.17	3.36	1.20	0.19
60	3.33	1.21	0.19	3.28	1.23	0.21

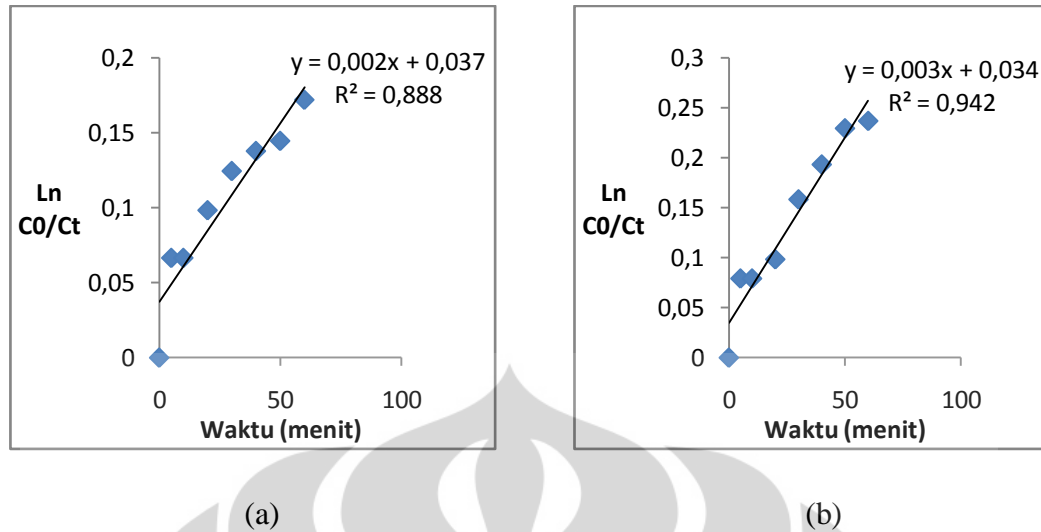


Gambar 10. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO_2 + UV	0,002
Congo Red + N-TiO_2 + UV	0,002
Congo Red + TiO_2 + Visible	0,003
Congo Red + N-TiO_2 + Visible	0,003

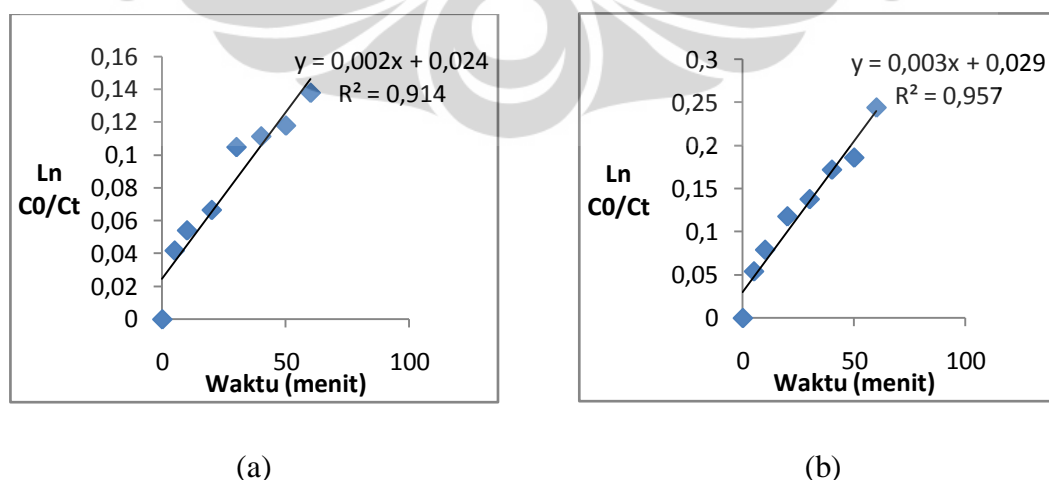
6) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N-TiO_2 UV	C $\text{N-TiO}_2/\text{C0}$	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.78	1.07	0.07	3.73	1.08	0.08
10	3.78	1.07	0.07	3.73	1.08	0.08
20	3.66	1.10	0.10	3.66	1.10	0.10
30	3.57	1.13	0.13	3.45	1.17	0.16
40	3.52	1.15	0.14	3.33	1.21	0.19
50	3.50	1.16	0.15	3.21	1.26	0.23
60	3.40	1.19	0.17	3.19	1.27	0.24



Gambar 11. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/C_t$	Ln C_0/C_t	C N-TiO_2 Visible	C $\text{N-TiO}_2/C_0$	Ln C_0/C_t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.87	1.04	0.04	3.83	1.06	0.05
10	3.83	1.06	0.05	3.73	1.08	0.08
20	3.78	1.07	0.07	3.59	1.13	0.12
30	3.64	1.11	0.11	3.52	1.15	0.14
40	3.62	1.12	0.11	3.40	1.19	0.17
50	3.59	1.13	0.12	3.36	1.20	0.19
60	3.52	1.15	0.14	3.17	1.28	0.24

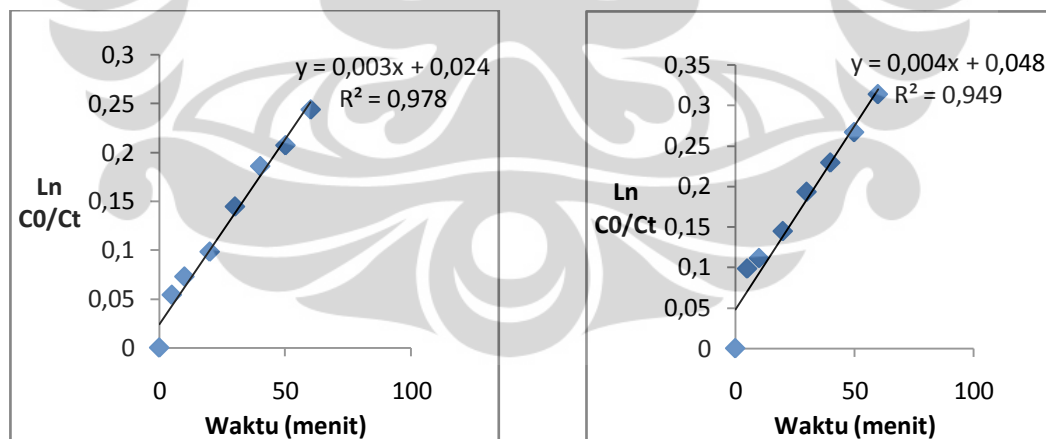


Gambar 12. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0024
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0037
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,002
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0035

7) Anodisasi dengan HF dalam air, NH₄NO₃ selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C ₀ /C _t	Ln C ₀ /C _t	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ /C ₀	Ln C ₀ /C _t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.83	1.06	0.05	3.66	1.10	0.10
10	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
20	3.66	1.10	0.10	3.50	1.16	0.15
30	3.50	1.16	0.15	3.33	1.21	0.19
40	3.36	1.20	0.19	3.2	1.26	0.23
50	3.28	1.23	0.21	3.09	1.31	0.27
60	3.17	1.28	0.24	2.95	1.37	0.31

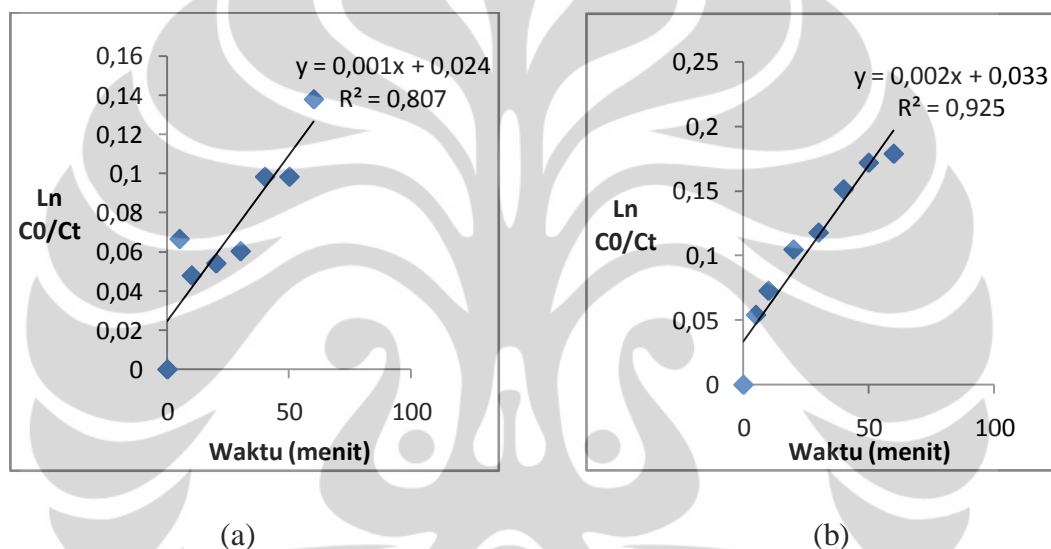


(a)

(b)

Gambar 13. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln C ₀ /C _t	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C ₀	LnCN-TiO ₂ /C ₀
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.78	1.07	0.07	3.83	1.06	0.05
10	3.85	1.05	0.05	3.76	1.08	0.07
20	3.83	1.06	0.05	3.64	1.11	0.11
30	3.80	1.06	0.06	3.59	1.13	0.12
40	3.66	1.10	0.10	3.47	1.16	0.15
50	3.66	1.10	0.10	3.40	1.19	0.17
60	3.52	1.15	0.14	3.38	1.20	0.18

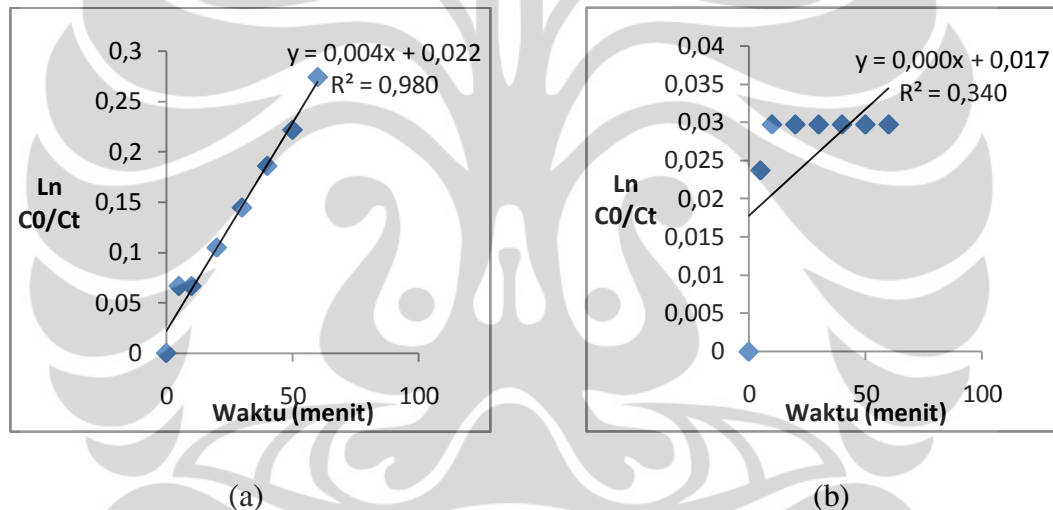


Gambar 14. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0038
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0045
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0017
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0027

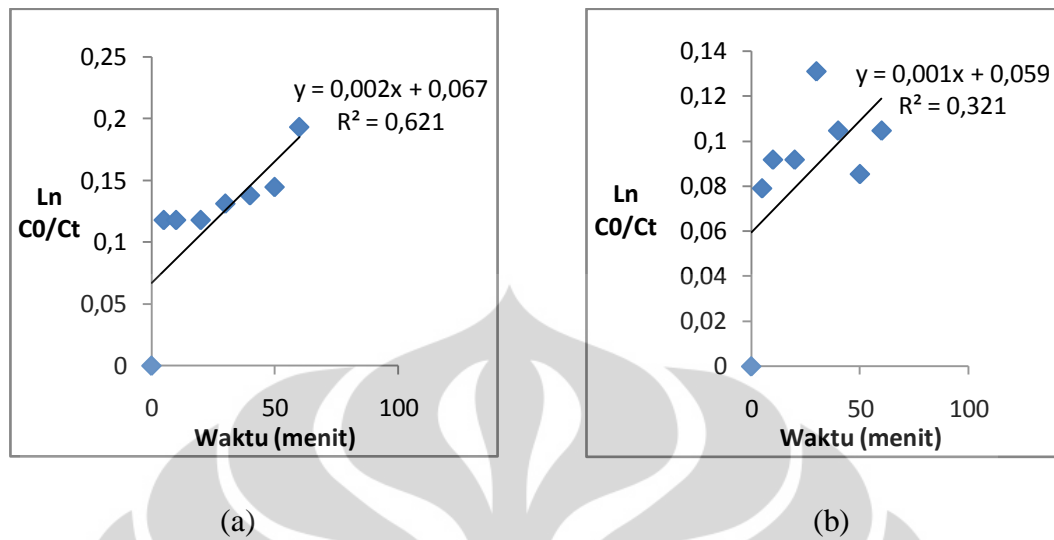
8) Anodisasi dengan HF dalam air, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 UV	C N- TiO_2/C_0	LnCN- TiO_2/C_0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.78	1.07	0.07	3.95	1.02	0.02
10	3.78	1.07	0.07	3.92	1.03	0.03
20	3.64	1.11	0.11	3.92	1.03	0.03
30	3.50	1.16	0.15	3.92	1.03	0.03
40	3.36	1.20	0.19	3.92	1.03	0.03
50	3.24	1.25	0.22	3.92	1.03	0.03
60	3.07	1.32	0.27	3.92	1.03	0.03



Gambar 15. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N- TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{C}_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 Visible	C N- TiO_2/C_0	LnCN- TiO_2/C_0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.59	1.13	0.12	3.73	1.08	0.08
10	3.59	1.13	0.12	3.69	1.109	0.09
20	3.59	1.13	0.12	3.69	1.10	0.09
30	3.54	1.14	0.13	3.54	1.14	0.13
40	3.52	1.15	0.14	3.64	1.11	0.11
50	3.50	1.16	0.15	3.71	1.09	0.09
60	3.33	1.21	0.19	3.64	1.12	0.11

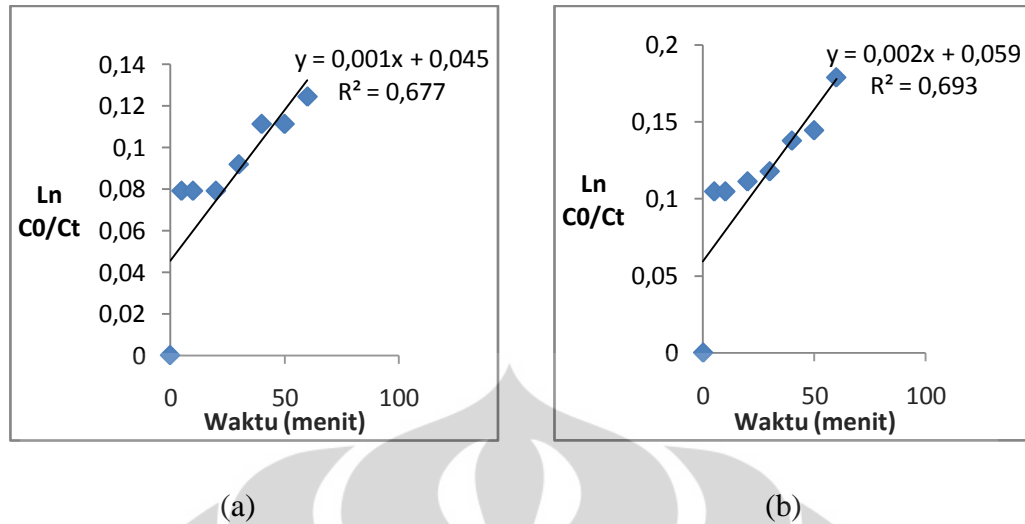


Gambar 16. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO_2 + UV	0,0041
Congo Red + N-TiO_2 + UV	0,003
Congo Red + TiO_2 + Visible	0,002
Congo Red + N-TiO_2 + Visible	0,001

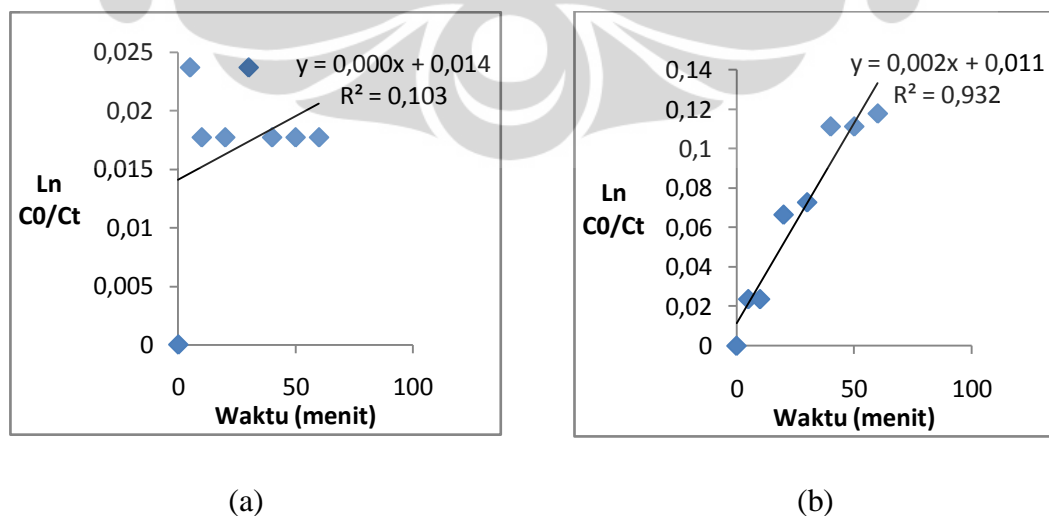
9) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 5 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C O/Ct	Ln C_0/C_t	C N-TiO_2 UV	C $\text{N-TiO}_2/\text{C}_0$	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C}_0$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.73	1.08	0.08	3.64	1.11	0.11
10	3.73	1.08	0.08	3.64	1.11	0.11
20	3.73	1.08	0.08	3.62	1.12	0.11
30	3.69	1.10	0.09	3.59	1.13	0.12
40	3.62	1.12	0.11	3.52	1.15	0.14
50	3.62	1.12	0.11	3.50	1.16	0.15
60	3.57	1.13	0.13	3.38	1.20	0.18



Gambar 17. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/C_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 Visible	C N- TiO_2/C_0	Ln $C_N\text{-TiO}_2/C_0$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.95	1.02	0.02	3.95	1.02	0.02
10	3.97	1.02	0.02	3.95	1.02	0.02
20	3.97	1.02	0.02	3.78	1.07	0.07
30	3.95	1.02	0.02	3.76	1.08	0.07
40	3.97	1.02	0.02	3.62	1.12	0.11
50	3.97	1.02	0.02	3.62	1.12	0.11
60	3.97	1.02	0.02	3.59	1.13	0.12

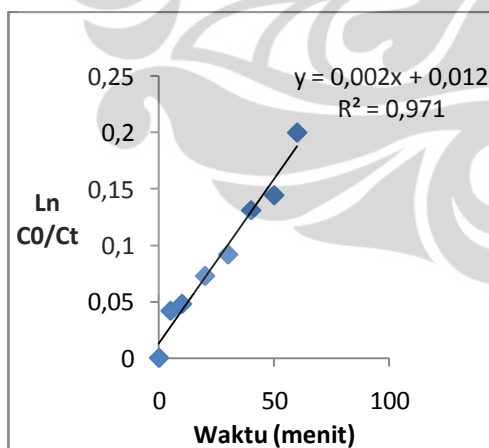


Gambar 18. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

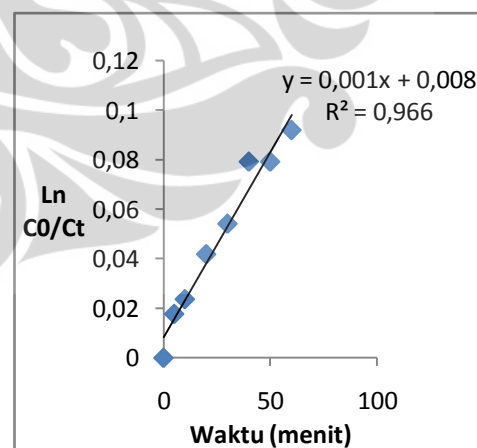
Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0014
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,002
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,002

10) Anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ selama 30 menit dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.87	1.04	0.04	3.97	1.02	0.02
10	3.85	1.05	0.05	3.95	1.02	0.02
20	3.76	1.08	0.07	3.87	1.04	0.04
30	3.69	1.10	0.09	3.83	1.06	0.05
40	3.54	1.14	0.13	3.73	1.08	0.08
50	3.50	1.16	0.15	3.73	1.08	0.08
60	3.31	1.22	0.20	3.69	1.10	0.09



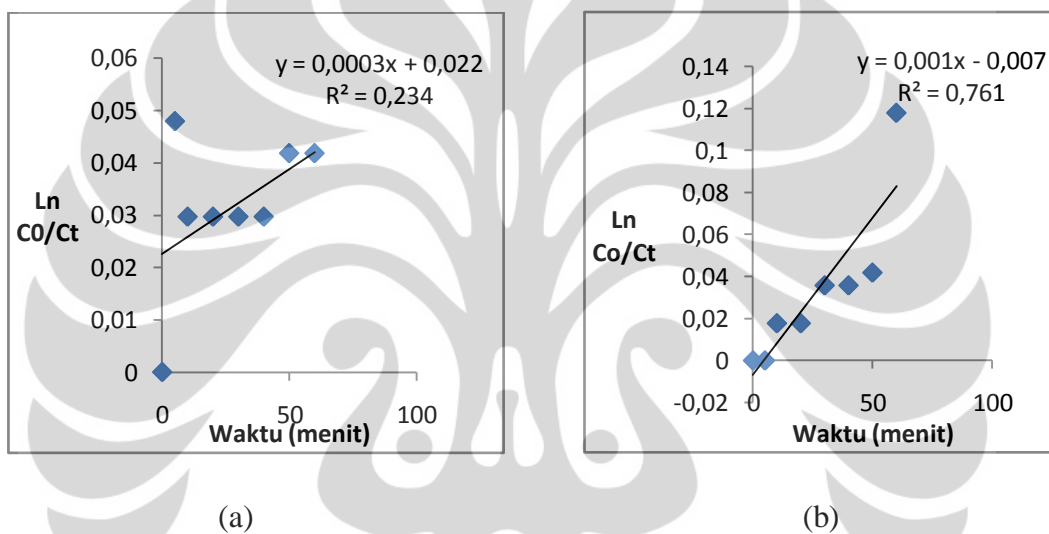
(a)



(b)

Gambar 19. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.85	1.05	0.05	4.04	1	0
10	3.92	1.03	0.03	3.97	1.02	0.02
20	3.92	1.03	0.03	3.97	1.02	0.02
30	3.92	1.03	0.03	3.90	1.04	0.04
40	3.92	1.03	0.03	3.90	1.04	0.04
50	3.87	1.04	0.04	3.87	1.04	0.04
60	3.87	1.04	0.04	3.59	1.13	0.12

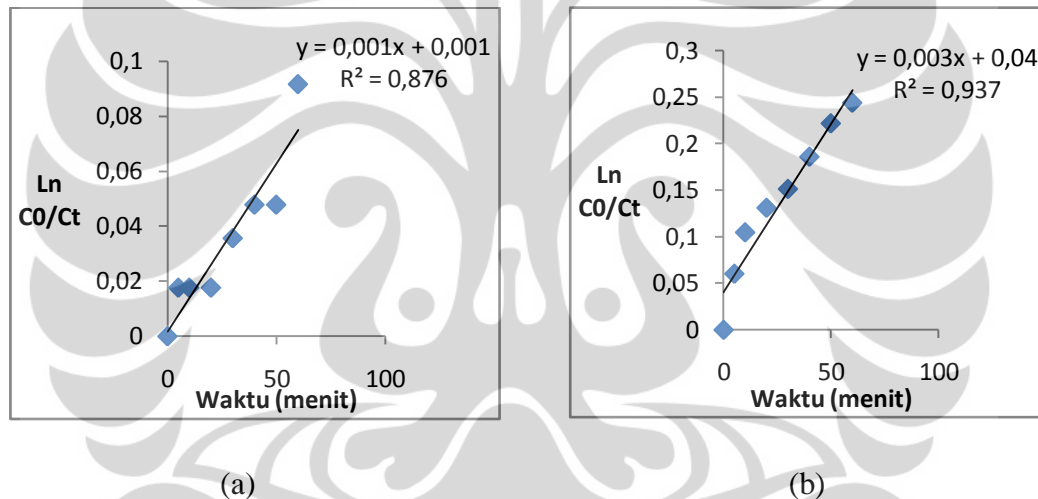


Gambar 20. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0029
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0015
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0003
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0015

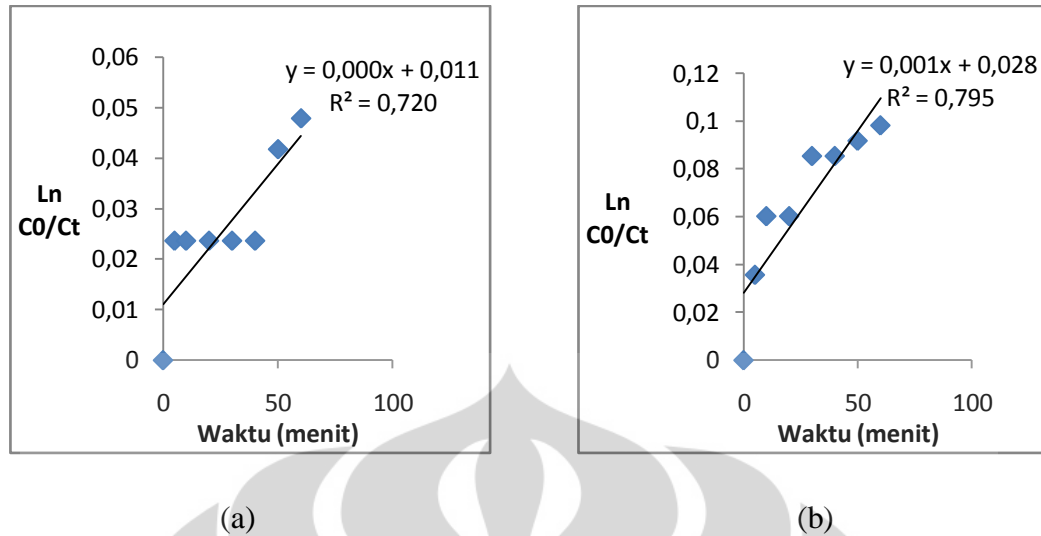
11) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N- TiO_2 UV	C N- $\text{TiO}_2/\text{C0}$	LnCN- $\text{TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.97	1.02	0.02	3.80	1.06	0.06
10	3.97	1.02	0.02	3.64	1.11	0.11
20	3.97	1.02	0.02	3.54	1.14	0.13
30	3.90	1.04	0.04	3.47	1.16	0.15
40	3.85	1.05	0.05	3.36	1.20	0.19
50	3.85	1.05	0.05	3.24	1.25	0.22
60	3.69	1.10	0.09	3.17	1.28	0.24



Gambar 21. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N- TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N- TiO_2 Visible	C N- $\text{TiO}_2/\text{C0}$	LnCN- $\text{TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.95	1.02	0.02	3.90	1.04	0.04
10	3.95	1.02	0.02	3.80	1.06	0.06
20	3.95	1.02	0.02	3.80	1.06	0.06
30	3.95	1.02	0.02	3.71	1.09	0.09
40	3.95	1.02	0.02	3.71	1.09	0.09
50	3.87	1.04	0.04	3.69	1.10	0.09
60	3.85	1.05	0.05	3.66	1.10	0.10

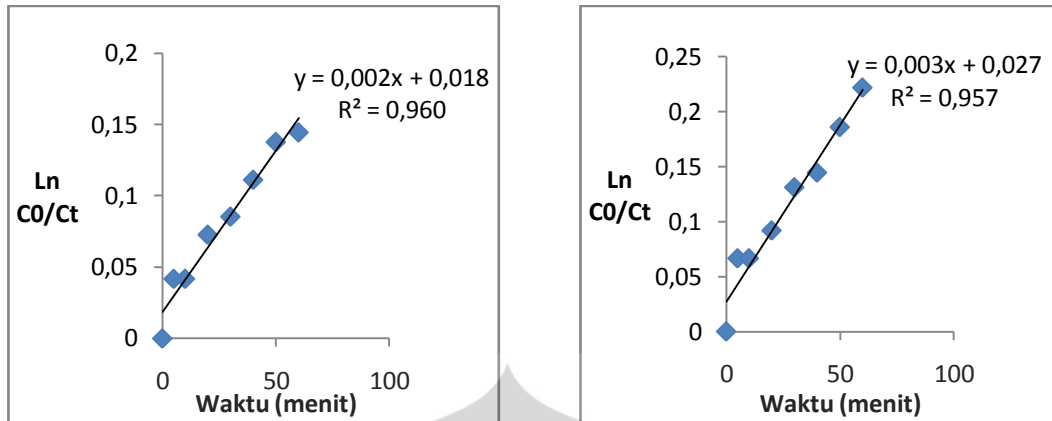


Gambar 22. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO_2 + UV	0,0012
Congo Red + N-TiO_2 + UV	0,0036
Congo Red + TiO_2 + Visible	0,0006
Congo Red + N-TiO_2 + Visible	0,0014

12) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 450°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln C_0/Ct	C N-TiO_2 UV	C $\text{N-TiO}_2/\text{C}_0$	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C}_0$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.87	1.04	0.04	3.78	1.07	0.07
10	3.87	1.04	0.04	3.78	1.07	0.07
20	3.76	1.08	0.07	3.69	1.10	0.09
30	3.71	1.09	0.09	3.54	1.14	0.13
40	3.62	1.12	0.11	3.50	1.16	0.15
50	3.52	1.15	0.14	3.36	1.20	0.19
60	3.50	1.16	0.15	3.24	1.25	0.22

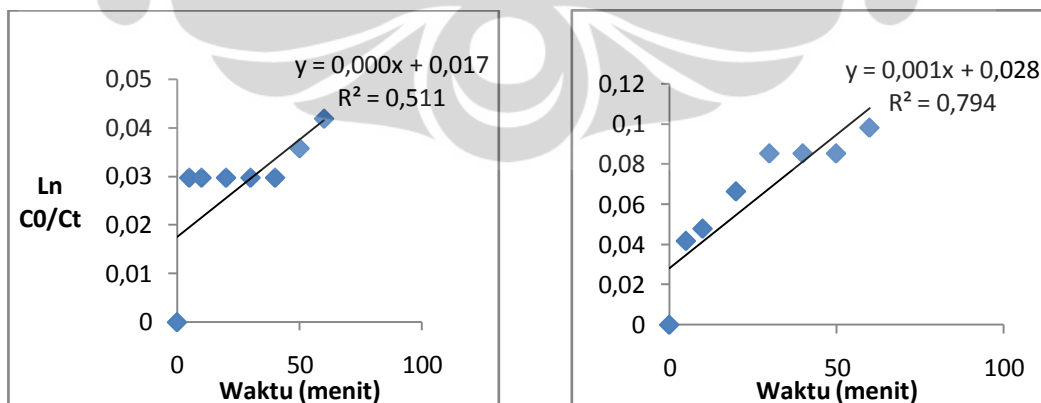


(a)

(b)

Gambar 23. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.92	1.03	0.03	3.87	1.04	0.04
10	3.92	1.03	0.03	3.85	1.05	0.05
20	3.92	1.03	0.03	3.78	1.07	0.07
30	3.92	1.03	0.03	3.71	1.09	0.09
40	3.92	1.03	0.03	3.71	1.09	0.09
50	3.90	1.04	0.04	3.71	1.09	0.09
60	3.87	1.04	0.04	3.66	1.10	0.10



(a)

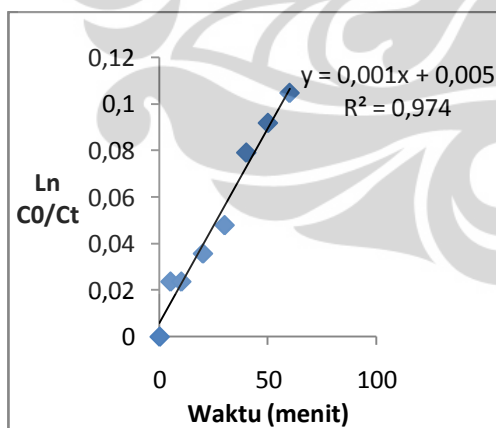
(b)

Gambar 24. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

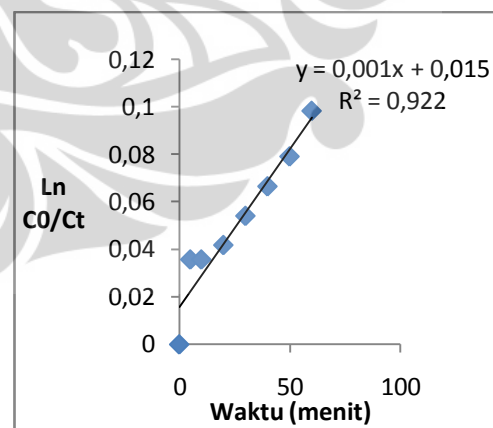
Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0023
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0032
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0004
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0013

13) Anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ selama 5menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.95	1.02	0.02	3.90	1.04	0.04
10	3.95	1.02	0.02	3.90	1.04	0.04
20	3.90	1.04	0.04	3.87	1.04	0.04
30	3.85	1.05	0.05	3.83	1.06	0.05
40	3.73	1.08	0.08	3.78	1.07	0.07
50	3.69	1.10	0.09	3.73	1.08	0.08
60	3.64	1.11	0.11	3.67	1.10	0.10



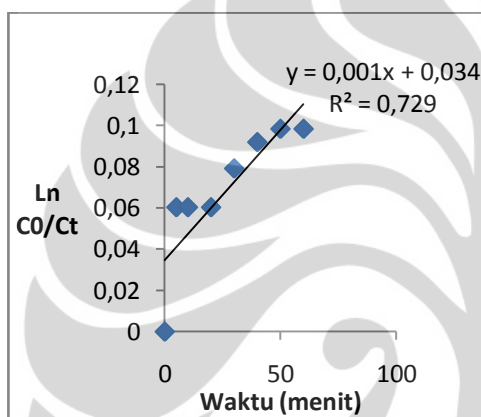
(a)



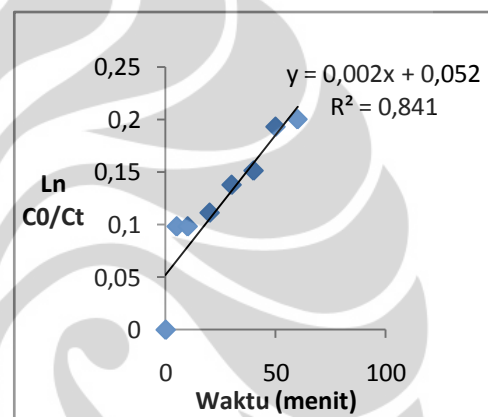
(b)

Gambar 25. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.80	1.06	0.06	3.66	1.10	0.10
10	3.80	1.06	0.06	3.66	1.10	0.10
20	3.80	1.06	0.06	3.62	1.12	0.11
30	3.73	1.08	0.08	3.52	1.15	0.14
40	3.69	1.10	0.09	3.47	1.16	0.15
50	3.66	1.10	0.10	3.33	1.21	0.19
60	3.66	1.10	0.10	3.31	1.22	0.20



(a)



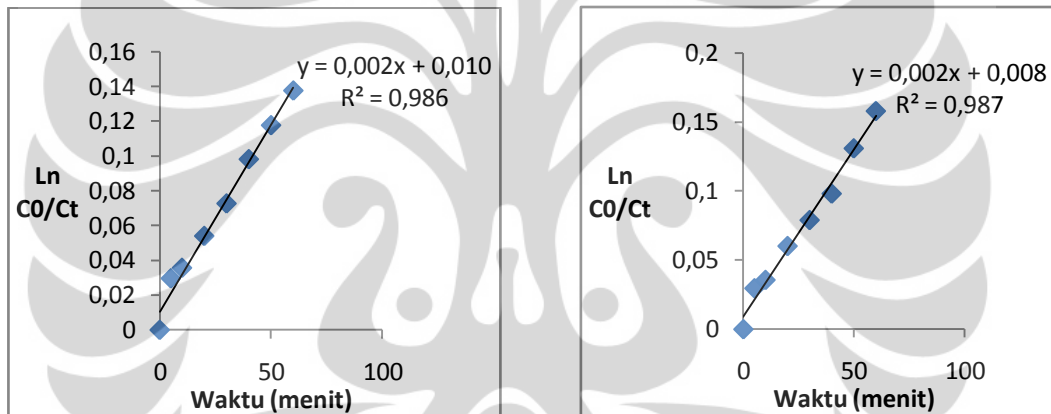
(b)

Gambar 26. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,0017
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,0013
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,0013
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,0027

14) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 30menit dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N- TiO_2 UV	C N- $\text{TiO}_2/\text{C0}$	LnCN- $\text{TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.92	1.03	0.03	3.92	1.03	0.03
10	3.90	1.04	0.04	3.90	1.04	0.04
20	3.83	1.06	0.06	3.80	1.06	0.06
30	3.76	1.08	0.07	3.73	1.08	0.08
40	3.66	1.10	0.10	3.66	1.10	0.10
50	3.59	1.13	0.12	3.54	1.14	0.13
60	3.52	1.15	0.14	3.45	1.17	0.16

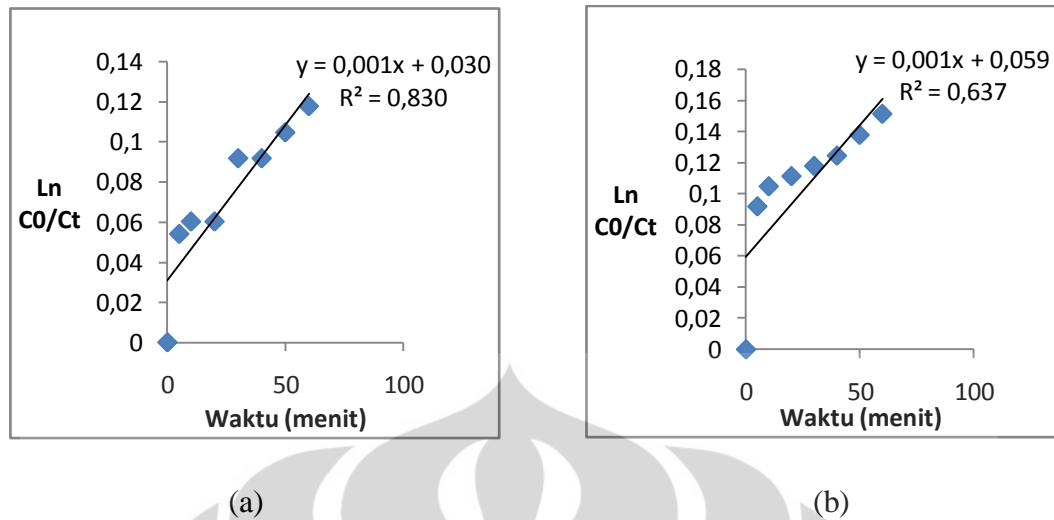


(a)

(b)

Gambar 27. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N- TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N- TiO_2 Visible	C N- $\text{TiO}_2/\text{C0}$	LnCN- $\text{TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.83	1.06	0.05	3.69	1.10	0.09
10	3.80	1.06	0.06	3.64	1.11	0.11
20	3.80	1.06	0.06	3.62	1.12	0.11
30	3.69	1.10	0.09	3.59	1.13	0.12
40	3.69	1.10	0.09	3.57	1.13	0.12
50	3.64	1.11	0.11	3.52	1.15	0.14
60	3.59	1.13	0.12	3.47	1.16	0.15

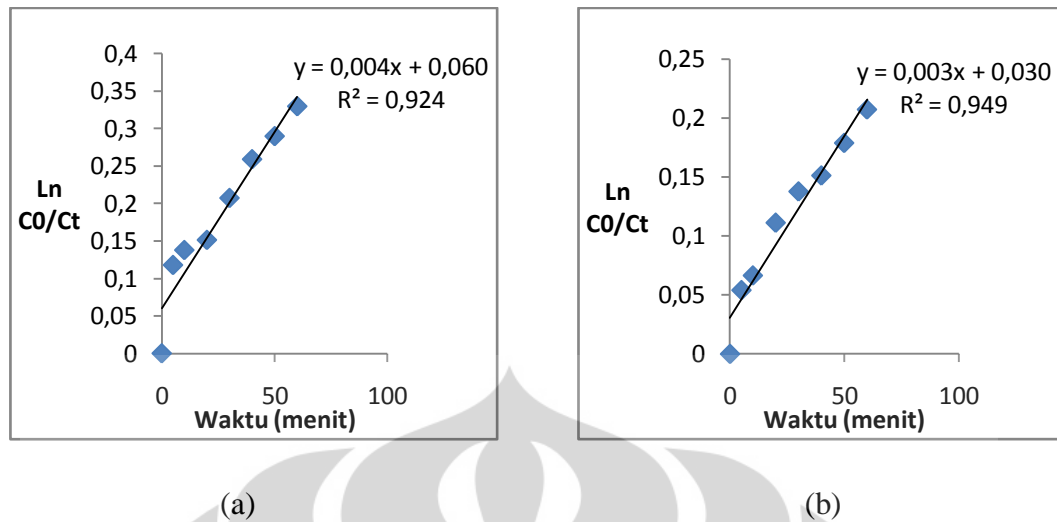


Gambar 28. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO_2 + UV	0,0021
Congo Red + N-TiO_2 + UV	0,0024
Congo Red + TiO_2 + Visible	0,0016
Congo Red + N-TiO_2 + Visible	0,0017

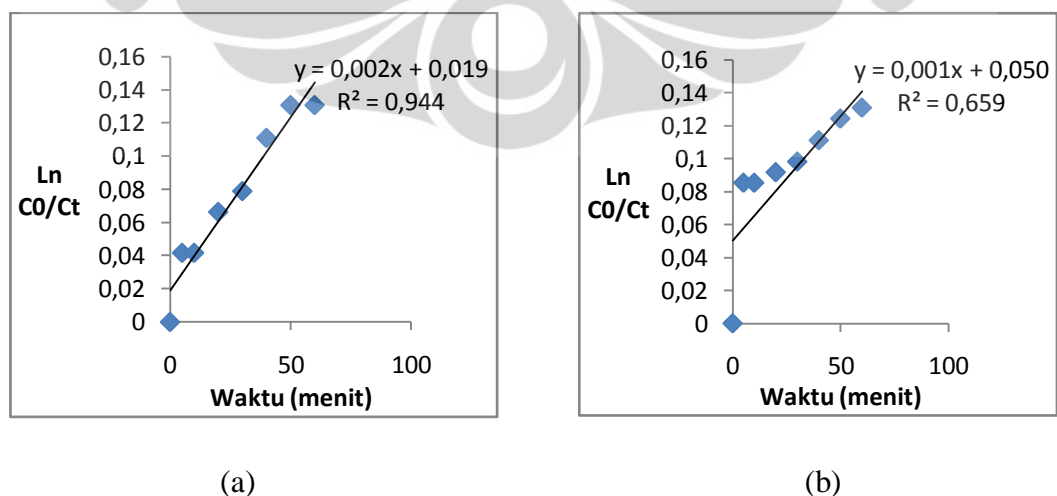
15) Anodisasi dengan NH_4F dalam gliserol, NH_4NO_3 selama 3 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO_2 UV	C $0/\text{Ct}$	Ln Co/Ct	C N-TiO_2 UV	C $\text{N-TiO}_2/\text{C0}$	Ln $\text{CN-TiO}_2/\text{C0}$
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.59	1.13	0.12	3.83	1.06	0.05
10	3.52	1.15	0.14	3.78	1.07	0.07
20	3.47	1.16	0.15	3.62	1.12	0.11
30	3.28	1.23	0.21	3.52	1.15	0.14
40	3.12	1.30	0.26	3.47	1.16	0.15
50	3.02	1.34	0.29	3.38	1.20	0.18
60	2.91	1.39	0.33	3.28	1.23	0.21



(a) (b)
Gambar 29. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

Waktu (menit)	C TiO_2 Visible	C $0/C_t$	Ln C_0/C_t	C N- TiO_2 Visible	C N- TiO_2/C_0	Ln C_0/C_t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.88	1.04	0.04	3.71	1.09	0.09
10	3.88	1.04	0.04	3.71	1.09	0.09
20	3.78	1.07	0.07	3.69	1.10	0.09
30	3.73	1.08	0.08	3.66	1.10	0.10
40	3.62	1.12	0.11	3.62	1.12	0.11
50	3.54	1.14	0.13	3.57	1.13	0.12
60	3.54	1.14	0.13	3.54	1.14	0.13

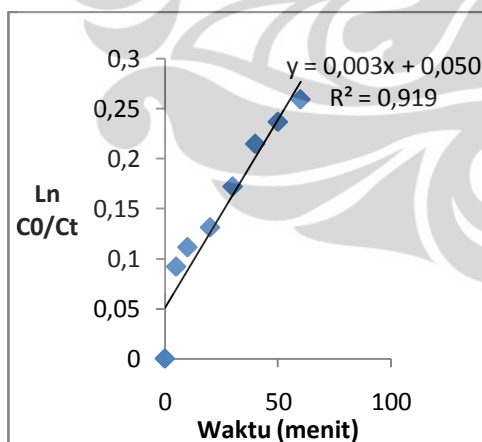


(a) (b)
Gambar 30. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Visible oleh (a) TiO_2 dan (b) N-TiO_2

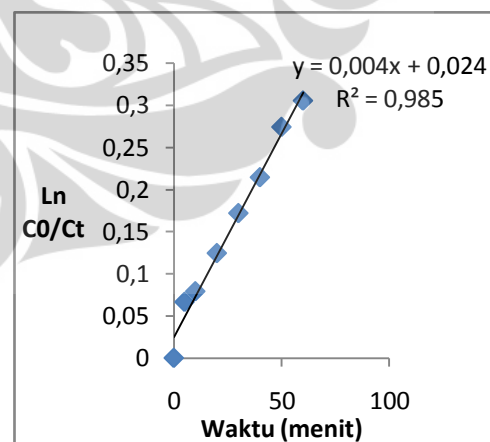
Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,004
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,003
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,002
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,001

16) Anodisasi dengan NH₄F dalam gliserol, NH₄NO₃ selama 6 jam dan kalsinasi pada suhu 600°C

Waktu (menit)	C TiO ₂ UV	C ₀ /C _t	Ln C ₀ /C _t	C N-TiO ₂ UV	C N-TiO ₂ /C ₀	Ln C ₀ /C _t
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.69	1.10	0.09	3.78	1.07	0.07
10	3.62	1.12	0.11	3.73	1.08	0.08
20	3.54	1.14	0.13	3.57	1.13	0.13
30	3.40	1.19	0.17	3.40	1.19	0.17
40	3.26	1.24	0.22	3.26	1.24	0.22
50	3.19	1.27	0.24	3.07	1.32	0.27
60	3.12	1.30	0.26	2.98	1.36	0.31



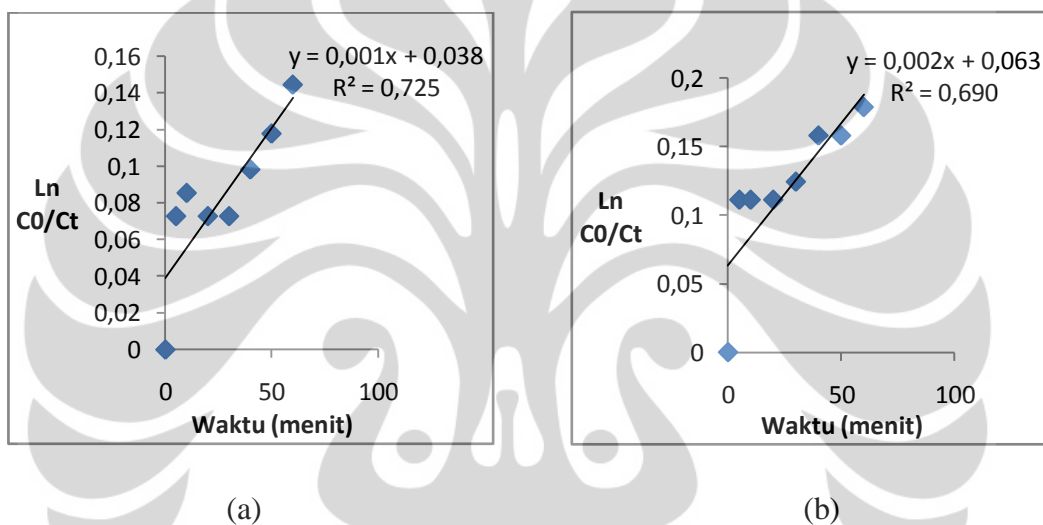
(a)



(b)

Gambar 31. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya UV oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Waktu (menit)	C TiO ₂ Visible	C 0/Ct	Ln Co/Ct	C N-TiO ₂ Visible	C N-TiO ₂ /C0	LnCN-TiO ₂ /C0
0	4.04	1	0	4.04	1	0
5	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
10	3.71	1.09	0.09	3.62	1.12	0.11
20	3.76	1.08	0.07	3.62	1.12	0.11
30	3.76	1.08	0.07	3.57	1.13	0.13
40	3.66	1.10	0.10	3.45	1.17	0.16
50	3.59	1.13	0.12	3.45	1.17	0.16
60	3.50	1.16	0.15	3.38	1.20	0.18



Gambar 32. Kurva Kinetika Orde 1 Degradasi Congo Red 4 ppm dengan Sumber Cahaya Vsible oleh (a) TiO₂ dan (b) N-TiO₂

Variabel	k' (ppm/menit)
Congo Red + TiO ₂ + UV	0,003
Congo Red + N-TiO ₂ + UV	0,004
Congo Red + TiO ₂ + Visible	0,001
Congo Red + N-TiO ₂ + Visible	0,002

LAMPIRAN 7

Perhitungan Estimasi Luas Permukaan N-TiO₂ *Nanotube*

Tinggi *nanotube* diperoleh berdasarkan referensi tinggi *nanotube* yang terbentuk selama anodisasi 6 jam dengan pelarut HF dalam air dan pelarut NH₄F dalam gliserol (Shankar, 2006)

1) N-TiO₂ yang dianodisasi dengan HF dalam air

$$\begin{aligned} \text{- Luas selimut luar} &= 2\pi r t = 2(3,14)(75,42 \text{ nm})(350 \text{ nm}) \\ &= 1,6577 \times 10^5 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Luas tabung dalam} \\ &= \pi r^2 + 2\pi r t = 3,14(45,83 \text{ nm})^2 + 2(3,14)(45,83 \text{ nm})(350 \text{ nm}) \\ &= 1,073 \times 10^5 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Luas permukaan tutup} &= \pi r^2 \text{ luar} - \pi r^2 \text{ dalam} \\ &= (3,14(75,24 \text{ nm})^2) - (3,14(45,83 \text{ nm})^2) \\ &= 1,1265 \times 10^4 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Luas total} \\ &= \text{luas selimut luar} + \text{luas tabung dalam} + \text{luas permukaan tutup} \\ &= 1,6577 \times 10^5 \text{ nm}^2 + 1,073 \times 10^5 + 1,1265 \times 10^4 \\ &= 2,8434 \times 10^5 \text{ nm}^2 = 2,843 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Volume} &= \pi r^2 t \text{ luar} - \pi r^2 t \text{ dalam} \\ &= (3,14(75,24 \text{ nm})^2(350)) - (3,14(45,83 \text{ nm})^2(350)) \\ &= 3,943 \times 10^6 \text{ nm}^3 = 3,943 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

$$\text{Densitas TiO}_2 \text{ anatase: } 3,895 \text{ gr/cm}^3$$

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 \text{ nanotube yang didapatkan} &= 3,895 \text{ gr/cm}^3 \times (3,943 \times 10^{-21} \text{ cm}^3) \\ &= 15,358 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas permukaan/gr} &= \text{luas total/gr} = 2,8434 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 / 15,358 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \\ &= 0,185 \times 10^{12} \text{ cm}^2/\text{gr} \end{aligned}$$

2) N-TiO₂ yang dianodisasi dengan NH₄F dalam gliserol

$$\begin{aligned} \text{- Luas selimut luar} &= 2\pi r t = 2(3,14)(81,2108 \text{ nm})(450 \text{ nm}) \\ &= 2,295 \times 10^5 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

- Luas tabung dalam

$$\begin{aligned} &= \pi r^2 + 2\pi r t = 3,14(55,33 \text{ nm})^2 + 2(3,14)(55,33 \text{ nm})(450 \text{ nm}) \\ &= 1,6598 \times 10^5 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Luas permukaan tutup} &= \pi r^2 \text{ luar} - \pi r^2 \text{ dalam} \\ &= (3,14(81,2108 \text{ nm})^2) - (3,14(55,33 \text{ nm})^2) \\ &= 1,1096 \times 10^4 \text{ nm}^2 \end{aligned}$$

- Luas total

$$\begin{aligned} &= \text{luas selimut luar} + \text{luas tabung dalam} + \text{luas permukaan tutup} \\ &= 2,295 \times 10^5 \text{ nm}^2 + 1,6598 \times 10^5 + 1,1096 \times 10^4 \\ &= 4,066 \times 10^5 \text{ nm}^2 = 4,066 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{- Volume} &= \pi r^2 t \text{ luar} - \pi r^2 t \text{ dalam} \\ &= (3,14(81,2108 \text{ nm})^2(450)) - (3,14(55,33 \text{ nm})^2(450)) \\ &= 4,993 \times 10^6 \text{ nm}^3 = 4,993 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

Densitas TiO₂ anatase: 3,895 gr/cm³

$$\begin{aligned} \text{Massa TiO}_2 \text{ nanotube yang didapatkan} &= 3,895 \text{ gr/cm}^3 \times (4,993 \times 10^{-21} \text{ cm}^3) \\ &= 19,447 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas permukaan/gr} &= \text{luas total/gr} = 4,066 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 / 19,447 \times 10^{-21} \text{ cm}^3 \\ &= 0,209 \times 10^{12} \text{ cm}^2/\text{gr} \end{aligned}$$